



Application Note AN-NIR-024

# Qualitätskontrolle von Pyrolysebenzin

## Bestimmung des Dien-Wertes innerhalb einer Minute mittels NIRS

### ZUSAMMENFASSUNG

Pyrolysebenzin (Pygas) ist ein Nebenprodukt der Ethylenherstellung, das unerwünschte konjugierte Diolefine enthält, die es als Kraftstoff ungeeignet machen. Um diese Einschränkung zu überwinden, muss der Olefinanteil in einer selektiven Hydrierungseinheit (SHU) auf unter 2 mg/g Pygas gesenkt werden. Der Dienwert bzw. Maleinsäureanhydridwert (MAV) wird in der Regel mit

der nasschemischen Diels-Alder-Methode (UOP326-17) bestimmt. Diese nasschemische Methode erfordert eine mehrstündige Durchführung durch gut ausgebildete Analytiker. Im Gegensatz zur primären Methode ist die Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) eine kosteneffiziente und schnelle analytische Lösung für die Bestimmung des Dienwertes in Pyrolysebenzin.

## EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG

99 Pygasproben wurden mit einem NIRS XDS RapidLiquid Analyzer analysiert, der mit 8 mm Einweg-Glasfläschchen ausgestattet ist. Alle Messungen wurden im Transmissionsmodus von 400 nm bis 2500 nm durchgeführt. Die Temperaturregelung war auf 40 °C eingestellt, um eine stabile Probenumgebung zu gewährleisten. Aus praktischen Gründen wurden Einweg-Glasfläschchen mit einer Schichtdicke von 8 mm verwendet, was ein Reinigungsverfahren überflüssig machte. Das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete wurde für die Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.



**Abbildung 1.** Die Proben werden in Einweggefäße mit einer Pfadlänge von 8 mm gefüllt.

**Tabelle 1.** Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung

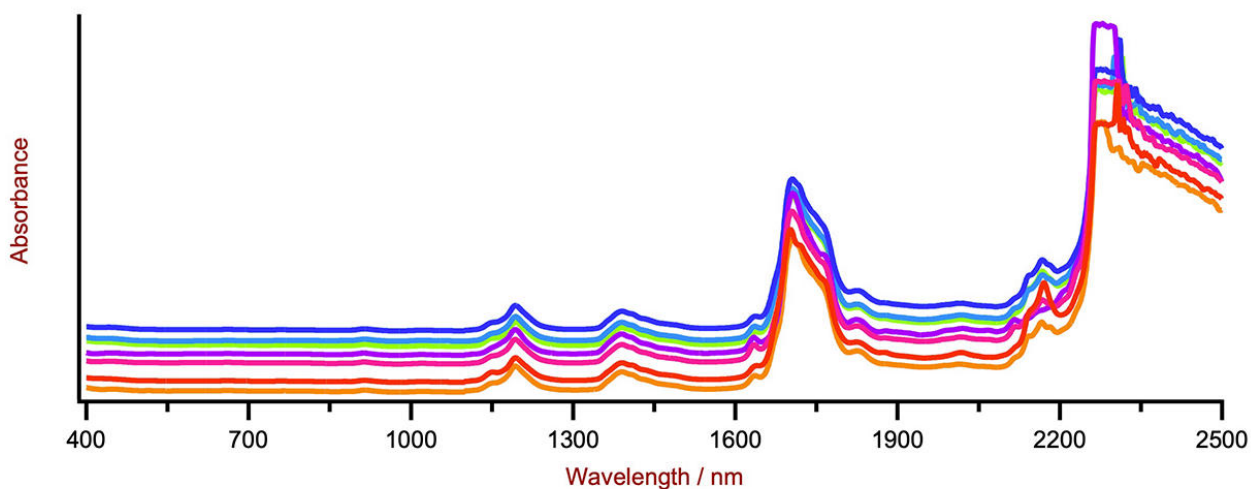
Ausrüstung	Metrohm-Nummer
XDS RapidLiquid-Analyzer	2.921.1410
Einwegfläschchen, 8 mm Durchmesser, Transmission	6.7402.000
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

## ERGEBNISSE

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden zur Erstellung eines Vorhersagemodells für die Bestimmung der Dienwerte verwendet. Um die Qualität des Vorhersagemodells zu überprüfen, wurden Korrelationsdiagramme erstellt, die die

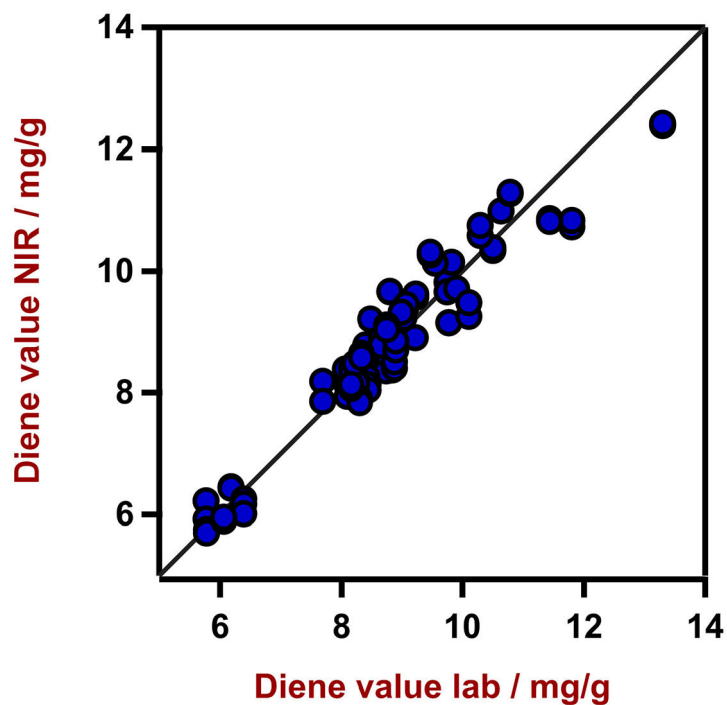
Korrelation zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den primären Methodenwerten zeigen (**Abbildung 3**). Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage während der Routineanalyse.

## ERGEBNISSE



**Abbildung 2.** Auswahl von Pyrolysebenzin Vis-NIR-Spektren, die mit einem XDS RapidLiquid Analyzer und 8 mm Einwegfläschchen gewonnen wurden. Aus Darstellungsgründen wurde ein Spektrum-Offset angewendet.

## ERGEBNISSE



**Abbildung 3.** Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Dien-Wertes unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers. Die Laborwerte wurden nach der Methode UOP326-17 bestimmt.

**Tabelle 2.** Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Dien-Wertes unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
$R^2$	0.9253
Standardfehler der Kalibrierung	0,42 mg/g
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,46 mg/g

## FAZIT

Diese Application Note zeigt die Machbarkeit der NIR-Spektroskopie für die Analyse des Dienwertes in Pyrolysebenzin. Im Vergleich zur nasschemischen Methode UOP326-17 (Tabelle 3) ist die Zeit bis zum

Ergebnis ein großer Vorteil der NIR-Spektroskopie, da eine einzige **Messung innerhalb einer Minute durchgeführt werden kann.**

**Tabelle 3.** Zeit bis zum Ergebnis mit konventioneller UOP-326-Nasschemie-Analyse

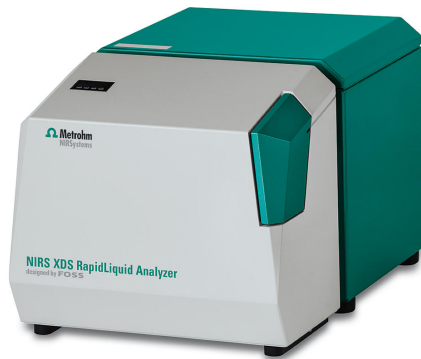
Parameter	Methode	Zeit bis zum Ergebnis und Workflow
Dienwert	Diels-Erle (UOP326-17)	ca. 6 Stunden; Rückfluss, Hydrolyse, Titration

## CONTACT

Metrohm Deutschland  
In den Birken 3  
70794 Filderstadt

[info@metrohm.de](mailto:info@metrohm.de)

## EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG



### NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

Schnelle, präzise Analysen von Flüssigkeiten und Suspensionen aller Art.

Der NIRS XDS RapidLiquid Analyzer ermöglicht schnelle, präzise Analysen von flüssigen Rezepturen und Substanzen. Präzise Messergebnisse auf Knopfdruck machen den NIRS XDS RapidLiquid Analyzer zu einer ebenso zuverlässigen wie einfachen Lösung für die Qualitätskontrolle in Labor und Prozess. Die Proben werden in mehrfach verwendbaren Quarzküvetten oder Einwegvials aus Glas vorgelegt; eine temperierte Probenkammer sorgt für reproduzierbare Analysenbedingungen und somit für genaue Messergebnisse.



## Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Universelle Spektroskopie Software.

Vision Air Complete ist eine moderne und einfach zu bedienende Softwarelösung für den Einsatz im regulierten Umfeld.

Die Vorteile von Vision Air im Überblick:

- Individuelle Softwareanwendungen mit angepassten Nutzeroberflächen gewährleisten eine intuitive und einfache Bedienung
- Einfache Erstellung und Wartung von Arbeitsvorschriften
- SQL Datenbank für ein sicheres und einfaches Datenmanagement

Die Version Vision Air Complete (66072208) beinhaltet alle Anwendungen für die Qualitätssicherung mittels Vis-NIR Spektroskopie:

- Anwendung für das Instrumenten- und Datenmanagement
- Anwendung für die Methodenentwicklung
- Anwendung für die Routineanalyse

Weitere Vision Air Complete Lösungen:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)