



Application Note AN-NIR-096

Quality Control of Diesel

Moisture determination within one minute using NIRS

Fuels can incorporate traces of water during the production process, in transport, and while in storage. Excessive water in fuels poses several problems. For example, elevated water content in diesel fuel promotes biological growth in storage tanks, which could lead to metal corrosion and formation of sludge and biofilms. This in turn can cause blockage of fuel filters and therefore damage vehicle fuel injection systems.

The standard specification for diesel fuel quality includes multiple parameters, but water

contamination is the biggest risk factor. According to the European Committee for Standardization, the maximal acceptable amount of water in diesel for commercialization is 200 mg/L (ppm) (EN 590). Usually, this is determined by Karl Fischer (KF) titration, yet this method requires chemicals and takes about five minutes to perform. This Application Note describes how near-infrared spectroscopy (NIRS) is a faster and more cost-efficient alternative to KF titration for the **prediction of water content** in diesel fuel.

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

Samples of diesel with varying water contents (from 103 to 379 mg/L) were measured with a DS2500 Liquid Analyzer in transmission mode (400–2500 nm). Reproducible spectrum acquisition was achieved using the built-in temperature control at 40 °C. For convenience, disposable vials with a pathlength of 8 mm were used, which made cleaning of the sample vessels unnecessary. The Metrohm software package Vision Air Complete was used for all data acquisition and prediction model development.



Figure 1. DS2500 Liquid Analyzer and a sample filled in a disposable vial.

Table 1. Hardware and software equipment overview

Equipment	Metrohm number
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
DS2500 Holder 8 mm vials	6.7492.020
Disposable vials, 8 mm	6.7402.000
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

RESULT

The obtained Vis-NIR spectra (**Figure 2**) were used to create a prediction model for quantification of the moisture content in diesel samples. The quality of the prediction model was evaluated using the correlation diagram, which displays a very high

correlation between the Vis-NIR prediction and the reference values. The respective figures of merit (FOM) display the expected precision of a prediction during routine analysis.

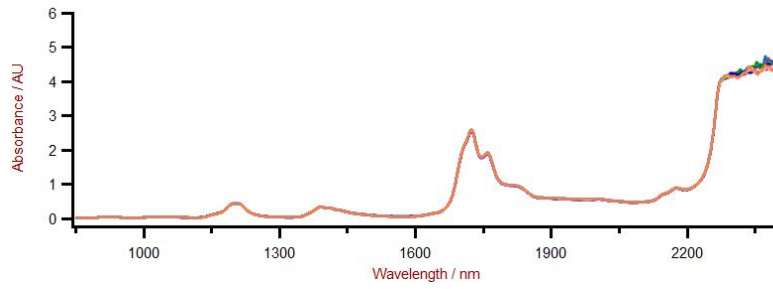


Figure 2. Vis-NIR spectra of diesel samples analyzed on a DS2500 Liquid Analyzer.

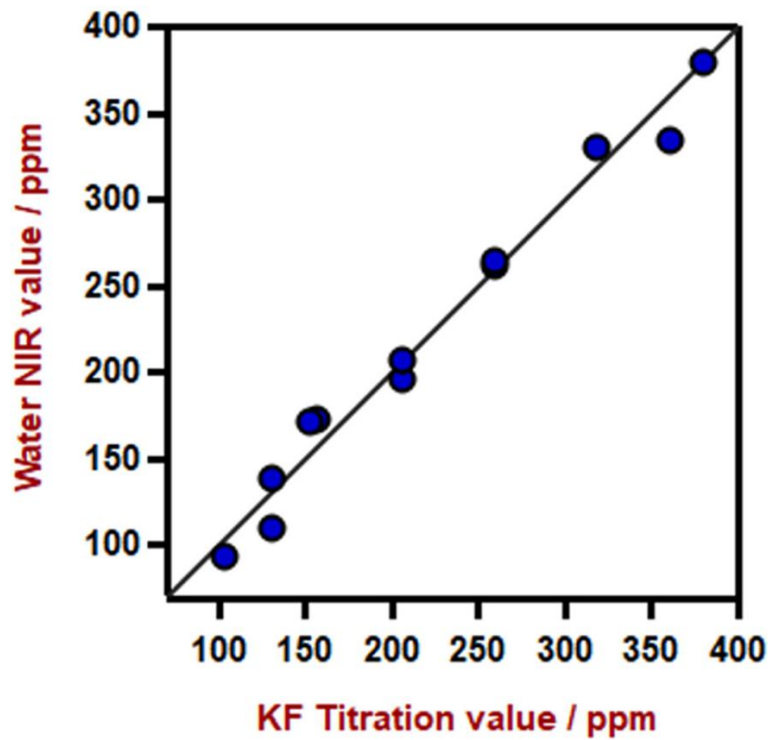


Figure 3. Correlation diagram for the prediction of water content in diesel using a DS2500 Liquid Analyzer. The lab value was evaluated using KF titration.

Table 2. Figures of merit for the prediction of water content in diesel using a DS2500 Liquid Analyzer.

Figures of merit	Value
R^2	0.9776
Standard error of calibration	16 ppm
Standard error of cross-validation	21 ppm

This application note demonstrates the feasibility to determine a key parameter of the quality control of diesel fuel (water content) with NIR spectroscopy. The main advantages of Vis-NIR spectroscopy over

wet chemical methods are that running costs are significantly lower and time-to-result is significantly reduced. Additionally, no chemicals are required and the technique is non-destructive to samples.

Table 2. Time to result overview for KF titration

Parameter	Method	Time to result
Water	Karl Fischer titration	5 minutes

Internal reference: AW NIR CH-0064-112021

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de



DS2500 Liquid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

Der DS2500 Liquid Analyzer ist die bewährte, flexible Lösung für die Routineanalytik von Flüssigkeiten entlang der gesamten Produktionskette. Das robuste Design macht den DS2500 Liquid Analyzer unempfindlich gegen Staub, Feuchtigkeit, und Vibrationen und damit hervorragend geeignet für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld.

Der DS2500 Liquid Analyzer deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab, heizt Proben bis auf 80°C hoch und ist kompatibel mit verschiedenen Einwegvials und Quartzküvetten. Der somit auf Ihre individuellen Probenanforderungen anpassbare DS2500 Liquid Analyzer unterstützt Sie genaue und reproduzierbare Ergebnisse in weniger als einer Minute zu erhalten. Mit Hilfe der integrierten Probenhaltererkennung und der selbsterklärenden Vision Air Software wird ausserdem eine einfache und sichere Bedienung durch den Anwender gewährleistet.

Im Falle grösserer Probenmengen kann die Produktivität durch den Einsatz einer Durchflusszelle in Kombination mit einem Metrohm Probenroboter erheblich gesteigert werden.



DS2500 Halter für 8 mm Einwegvials

Intelligenter Halter für die Einwegvials aus Glas mit 8 mm Durchmesser



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)