



Application Note AN-NIR-094

Bromine number in pyrolysis gasoline

Fast determination of bromine number without chemicals

Pyrolysis gasoline (pygas) and its distillate fractions often contain high levels of reactive unsaturated compounds, making it unusable as a motor fuel. In addition to the amount of diolefins (determined by the Diels-Alder method), the total amount of aliphatic olefinic components also need to be monitored. The standard method to quantify the degree of unsaturation (bromine number) in unsaturated

hydrocarbons is titration.

This wet chemical method requires cooling of the sample below 5 °C to minimize side reactions like oxidation or substitution. In contrast to the primary method, near-infrared spectroscopy (NIRS) needs no sample preparation and is able to determine the bromine number within one minute. NIRS technology fulfills ASTM norms D8321 and D6122.

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

180 pygas samples were analyzed on a Metrohm DS2500 Liquid Analyzer equipped with disposable glass vials. All measurements were performed in transmission mode from 400 nm to 2500 nm. The temperature control was set to 40 °C to provide a stable sample environment. For convenience reasons, disposable glass vials with a pathlength of 8 mm were used, which made a cleaning procedure unnecessary. Data acquisition and prediction model development were performed with the software package Vision Air complete.



Figure 1. DS2500 Liquid Analyzer.

Table 1. Hardware and software equipment overview.

Equipment	Metrohm number
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
Disposable vials, 8 mm diameter, transmission	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 bromine number determination in pygas. To verify the quality of the prediction model, correlation diagrams were created

which display the correlation between Vis-NIR prediction and primary method values. The respective figures of merit (FOM) are displayed in **Figure 3**.



Figure 2. Selection of different pyrolysis gasoline Vis-NIR spectra obtained using a DS2500 Liquid Analyzer and 8 mm disposable vials.

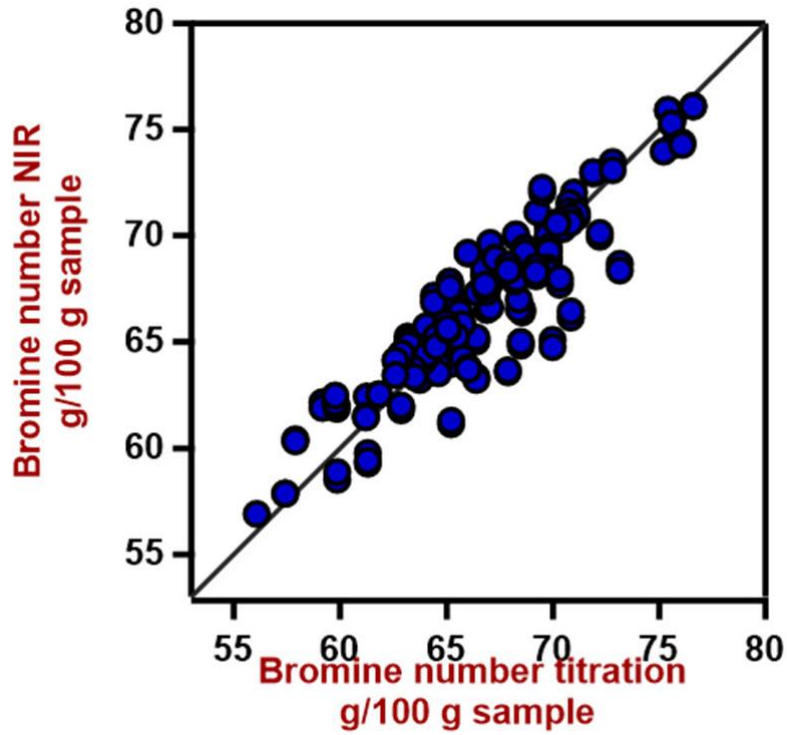


Figure 3. Correlation diagram for the prediction of the bromine number using a DS2500 Liquid Analyzer.

Table 2. Figures of merit for the prediction of the bromine number using a DS2500 Liquid Analyzer.

Figures of Merit	Value
R ²	0.836
Standard Error of Calibration	1.84
Standard Error of Cross-Validation	1.89

CONCLUSION

This application note shows the feasibility of NIR spectroscopy for the analysis of bromine number in pyrolysis gasoline. In contrast to the wet chemical method used in ASTM D1159 (Figure 4 and Table 3), no sample preparation or chemicals are required with

NIR spectroscopy.

Aside from the bromine number, additional quality parameters like diene value can be determined in the same sample with NIR spectroscopy.

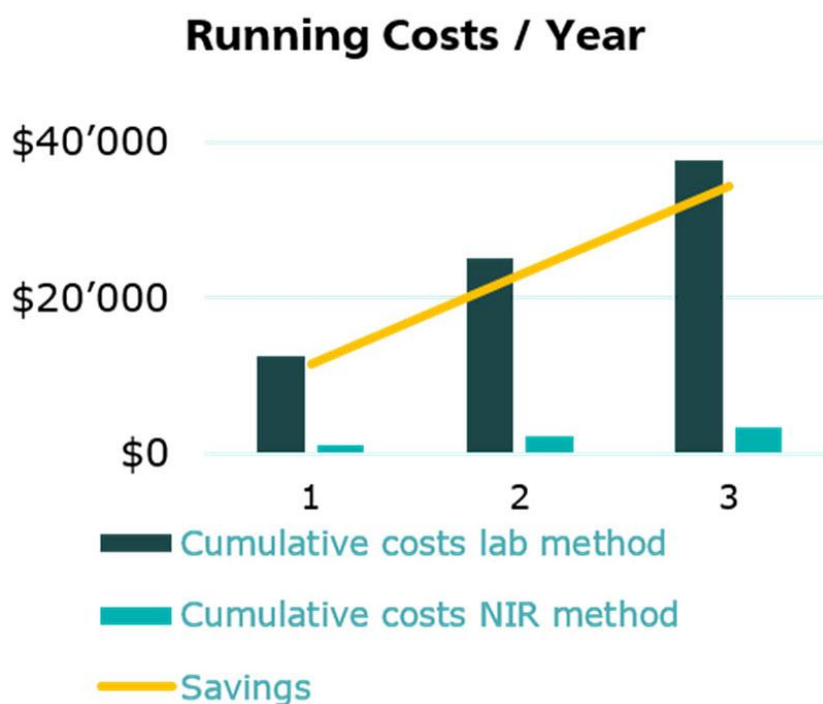


Figure 4. Comparison of running costs per year with the conventional wet chemistry lab method and NIRs.

Table 3. Comparison of costs and time to result (one-fold determination) with the conventional wet chemistry lab method and NIRS.

	Lab method	NIR method
Number of analyses (per day)	10	10
Costs of consumables and chemicals/measurement	\$6	\$0.50
Time spent per measurement	30 min	1 min
Total running costs / year	\$12,533	\$1,125

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at



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.



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)



DS2500 Halter für 8 mm Einwegvials

Intelligenter Halter für die Einwegvials aus Glas mit 8 mm Durchmesser