

## ONLINE-NIR zur Kontrolle der Destillation

Unsere Erfahrungen, die Ihnen bei der Realisierung von  
einer Online-NIR-Analytik von Vorteil sein könnten

**Erfahrung**  
nennt man die Summe aller  
unserer Irrtümer  
(Thomas Alva Edison)

## ➤ Robust

- wenn das Modell der Analyse fertig ist, trotz dies allen Schwankungen in der Produktzusammensetzung
- ungeschultes Personal ist ausreichend
- Es tritt kein Memory-Effekt wie beim GC auf

## ➤ Schnell

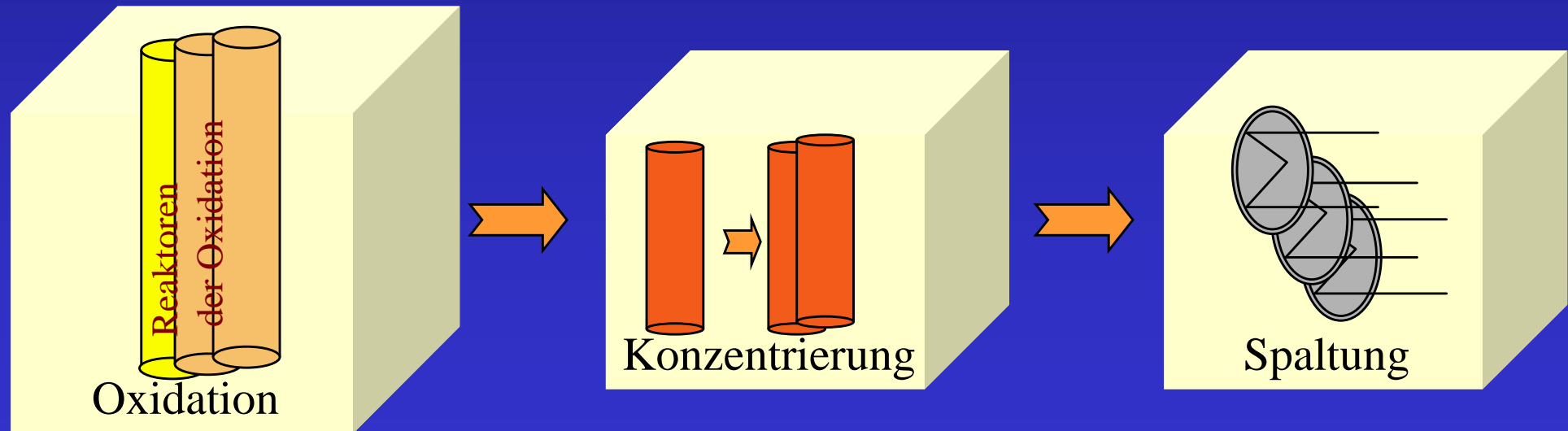
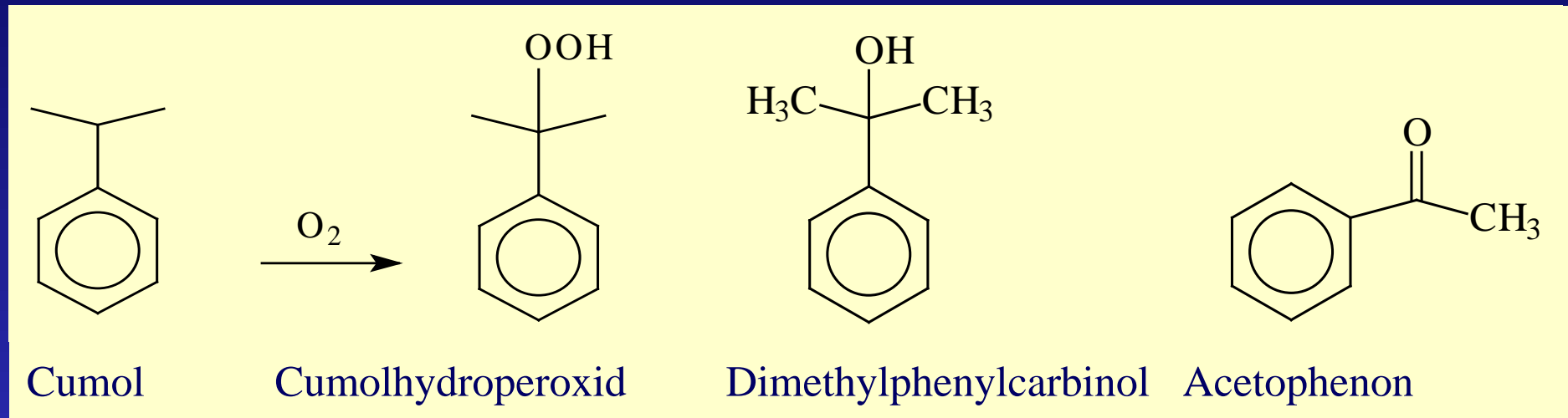
- Quasi ONLINE, d.h. Analysenzeiten unter 1 Minute
- gewöhnlich unterhalb 30 Sekunden, eigentlich ist der Spülvorgang der Zelle geschwindigkeitsbestimmend

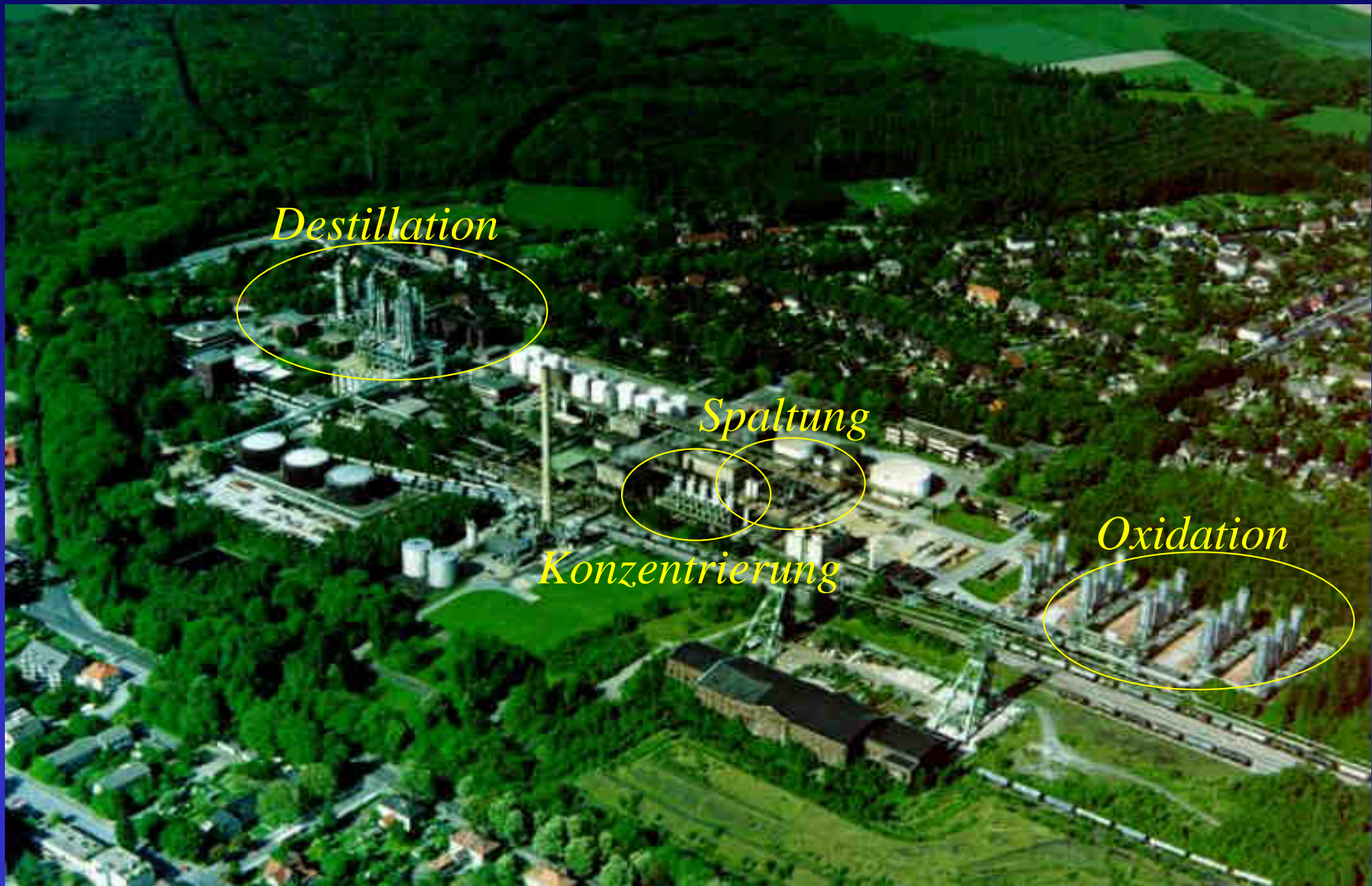
## ➤ Geringe Folgekosten

- keine Hilfsenergien nötig
- geringer Wartungsaufwand, der auch noch automatisiert werden kann

- als Analysegerät zur Spurenanalytik nicht geeignet
  - für Wasser <50 ppm in Extremfällen
  - anderes üblicherweise > 1000 ppm
- hohe Investitionskosten
  - teures Gerät
  - Lichtleiter sind teuer und empfindlich
  - Applikationserstellung ist aufwendig und daher teuer
- Methodenerstellung ist zeitaufwendig und komplex
  - die unterschiedlichsten Proben für Modellentwicklung werden benötigt
  - wobei sehr gut geschultes Personal nötig ist (Spezialkenntnisse)
  - (es ist ratsam, mehrere Monate anzusetzen)
  - Modellentwicklung nach verschiedensten Statistiken möglich

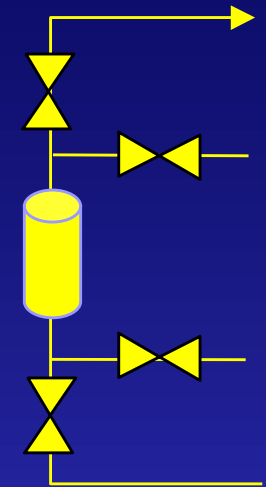
- Planung
  - Machen Sie sich einen Aufgabenkatalog
- Umsetzung:
  - Kalkulieren Sie ausreichend Zeit und ManPower ein
- Einige wesentliche Erfahrungen
  - Lichtleiter vs Probenahmeleitung
  - Aufbau der Analytik / Planen Sie ein Spülmöglichkeit ein
  - Schützen Sie die Lichtleiter
  - Onlinemessung von heterogenen Probenströmen
  - Denken Sie an die Visualisierung der Ergebnisse





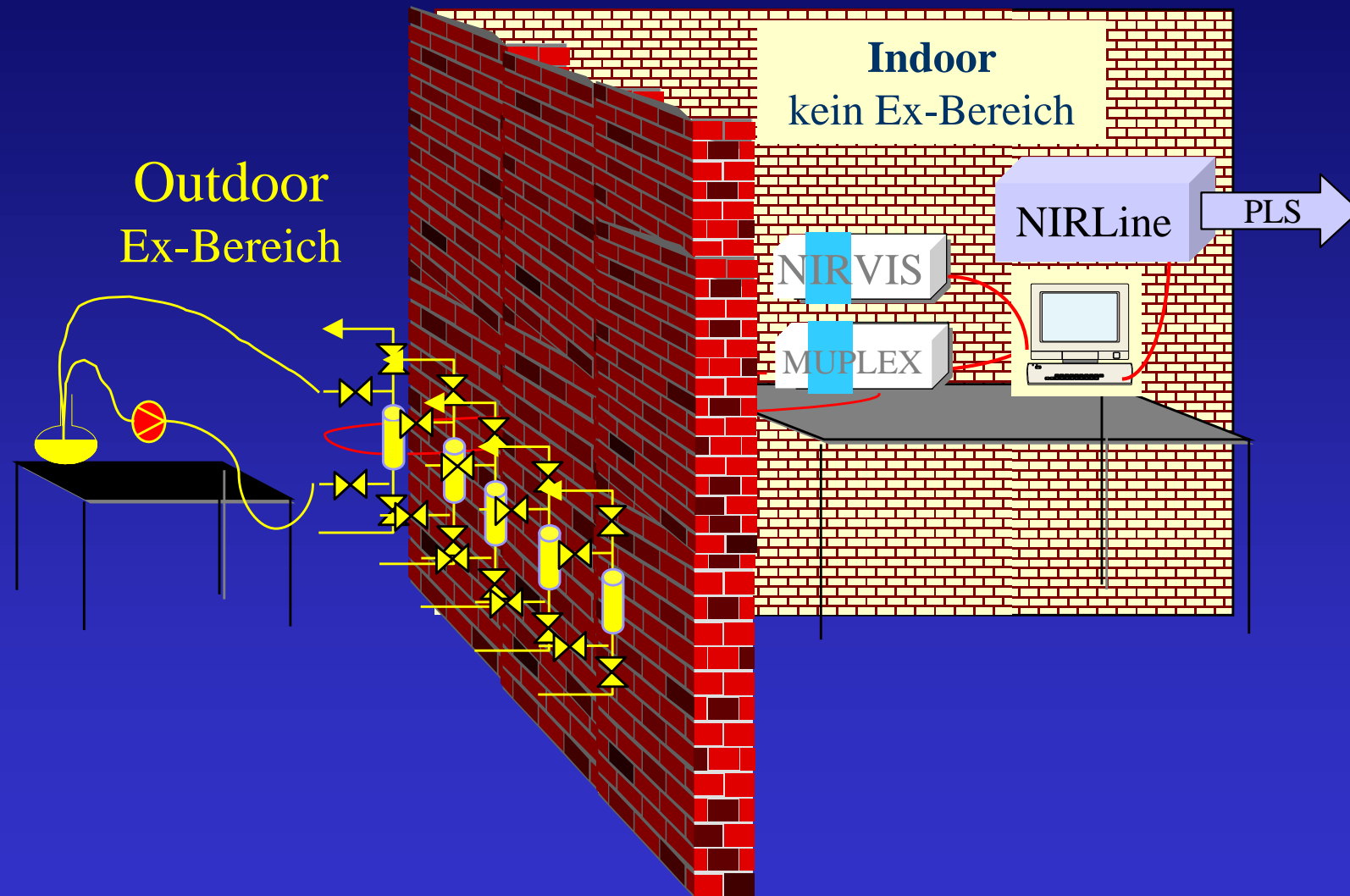
Zelle von unten nach oben durchfahren

Sehen Sie einen Spülanschluss vor,  
der auch für Referenzproben genutzt werden kann



Bei Produkten, die bei höheren Temperaturen gehandhabt werden:  
Anstelle die Sonde direkt zu beheizen, kann sie auch in einen  
beheizten Probeschrank gesetzt werden, was eine Wartung  
vereinfacht

Schützen Sie den Lichtleiter  
(armieren oder in Schutzhülse legen)





- Was soll gemessen werden?
  - Hauptkomponenten, Nebenkompnenten
  - Materialprobleme, Ex-Schutz zu berücksichtigen ?
  - Entfernung des Gerätes von der Probenahmestelle
- Ist die Methode überhaupt mit NIR zu bewältigen?
  - Ist eventuell eine Labormethode vorhanden?
  - Vergleichsanalytik (NIR, FTIR, GC, Karl-Fischer)
- Wie hoch soll der Automatisierungsgrad sein ?
  - Ist eine automatische Probenumschaltung oder Messzellenumschaltung über Multiplexer erwünscht?
  - Verknüpfung an Subsysteme (Prozessleitsystem) erwünscht?
  - Ist eine Reinigung und Plausibilitätsmessung erwünscht?
- Zeitrahmen
  - rechnen Sie mit 18 Monaten für die Umsetzung !!!

- Wichtig: keine selbstgemischten Proben
  - Verdünnungseffekte erlauben alles, weil die Matrix nicht schwankt
- Sammeln von Modellspektren
  - über 100 Spektren auf jeden Fall
  - bei Mehrparameteranalysen 300 bis 1000 Spektren normal
- Verschiedene Betriebszustände
  - Einbeziehen von Anfahr- und Abstellungszuständen
  - (Sommer- und Winterbetrieb)
  - am besten eine „ordentliche Betriebsstörung“
  - beim „Strichfahren“ lässt sich kein Modell entwickeln
  - → Abgleich im nachhinein
- Proben über Wochen und Monate sammeln
  - Abgleich mit definierten Proben

- Seit 1997 verwendet INEOS Phenol die ONLINE-NIR-Analytik
- CHP, Acetophenon und Dimethylphenolcarbinol im Reaktionsprodukt
- Phenol, AMS und Aceton in Cumol (1-10 %)
- Wasser in Aceton
  - 0,1 bis 0,3 %
  - 0,01 bis 0,05
- Cumol in AMS (<5%)
- AMS in Cumol (<10%)
- → dazu nun einige Erfahrungen

## ➤ Lichtleiter:

- Leicht zu verlegen
- „alles aus einer Hand“
- Für Behältersonden unumgänglich
- Keine Totzeiten

## ➤ Probenahmeleitungen

- Robust
- Billig
- Leicht zu verändern
- Keine spektralen Verluste
- Alle Lichtleiter sind gleich und damit austauschbar



Quelle: O'Brien Corporation

- Bei INEOS Phenol wird alle 3 Monate prophylaktisch gewartet
  - Die Messzellen werden gespült und Referenzspektren aufgenommen.
  - Das Filter in der Ventilation des NIRvis wird gewechselt
  - ggf werden die Messzellen auseinander gebaut und mechanisch gereinigt, da sich in unserer Methode auch Eisen auf den Gläsern absetzt.
  
- Die Lampe wird nicht gewechselt.
  - Die jetzige Lampe brennt schon länger als 1 Jahr  
(3 Monate wurde uns garantiert, sie ist seit dem 17.5.07 in Betrieb)
  - Das Abschwächen des Lichtes wurde ins Modell aufgenommen

Disperse Proben lassen sich spektroskopisch nicht analysieren

