

Application Note AN-NIR-071

Automatisierte Bestimmung der Säurezahl in Schmierstoffen mit Nahinfrarotspektroskopie

Selbstständige, schnelle Bestimmung der Säurezahl durch
automatisierte NIR-Spektroskopie gemäß ASTM E1655

ZUSAMMENFASSUNG

Die Analyse der Säurezahl (AN) von Schmierstoffen (ASTM D664) kann ein langwieriger und kostspieliger Prozess sein, da große Mengen an Chemikalien verwendet werden und zwischen den einzelnen Messungen Reinigungsschritte der Analysegeräte erforderlich sind. Diese Application Note zeigt, dass der XDS RapidLiquid Analyzer, der im sichtbaren und

nahen Infrarot-Spektralbereich (Vis-NIR) arbeitet, eine kosteneffiziente, schnelle Alternative für die Bestimmung der Säurezahl von Schmierstoffen darstellt. **Ohne Probenvorbereitung oder Chemikalien** ermöglicht die Vis-NIR-Spektroskopie die Analyse von AN in **weniger als einer Minute**.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

Schmierstoffproben wurden im Transmissionsmodus über den gesamten Wellenlängenbereich (400 nm bis 2500 nm) mit einem XDS RapidLiquid Analyzer in Kombination mit einem 815 Robotic USB Sample Processor gemessen, der insgesamt 141 Proben aufnehmen kann. Eine reproduzierbare Spektrenaufnahme wurde durch die integrierte Temperaturkontrolle (bei 30 °C) des XDS RapidLiquid Analyzers erreicht. Die Metrohm-Softwarepakete *tiamo* und Vision Air Complete wurden für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.



Abbildung 1. XDS RapidLiquid Analyzer mit 5,0 mm Durchflusszelle und dem 815 Sample Processor.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung.

Ausrüstung	Metrohm-Nummer
XDS RapidLiquid Analyzer	2.921.1410
815 Robotic USB Sample Processor XL (Probenrak 141 x 11 ml)	2.815.0010
800 Dosino	2.800.0020
5,0 mm Durchflusszelle	Hellma
Vision Air Complete	6.6072.208
<i>tiamo</i>	6.6056.301

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden verwendet, um Vorhersagemodelle für die Quantifizierung der Säurezahl in Schmierstoffen zu erstellen. Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde anhand von Korrelationsdiagrammen bewertet, die

die Beziehung zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den Werten der Primärmethode darstellen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage während der Routineanalyse.

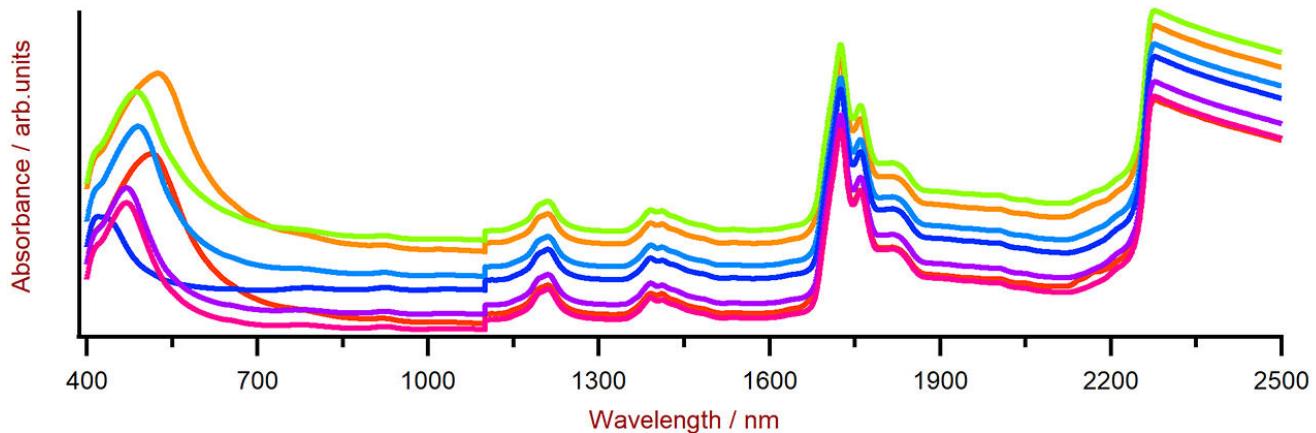


Abbildung 2. Auswahl von Schmierstoff-Vis-NIR-Spektren, die mit einem XDS RapidLiquid Analyzer und einer 5,0 mm Durchflusszelle aufgenommen wurden. Aus Darstellungsgründen wurde ein Spektren-Offset angewendet.

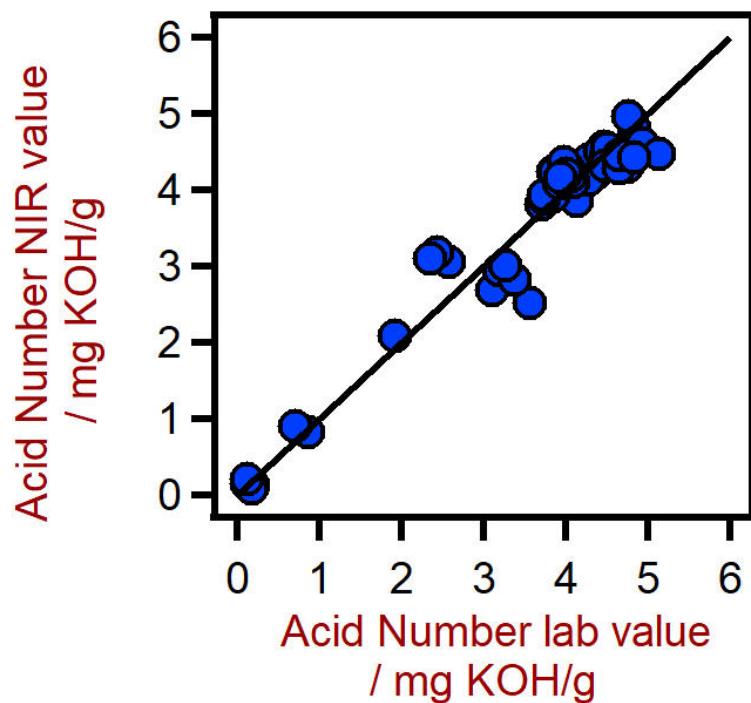


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage der Säurezahl in Schmierstoffen mit einem XDS RapidLiquid Analyzer. Der Laborwert des Säuregehalts wurde durch Titration ermittelt.

Tabelle 2. Leistungskennzahlen für die Vorhersage der Säurezahl in Schmierstoffen unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.950
Standardfehler der Kalibrierung	0,344 mg KOH/g
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,395 mg KOH/g

FAZIT

Diese Studie zeigt die Machbarkeit der NIR-Spektroskopie für die Analyse der Säurezahl in Schmierstoffen. Im Vergleich zu nasschemischen

Methoden sind die **Betriebskosten** beim Einsatz der NIR-Spektroskopie **deutlich geringer** (Tabelle 3 und Abbildung 4).

Tabelle 3. Vergleich der Betriebskosten für die Bestimmung der Säurezahl mit Titration (ASTM D664) und NIR-Spektroskopie.

	Labormethode	NIR-Methode
Anzahl Analysen (pro Tag)	10	10
Bedienerkosten (pro Stunde)	\$25	\$25
Kosten für Verbrauchsmaterialien und Chemikalien OH-Nummer	\$10	\$1.50
Zeitaufwand pro Analyse	10 Min	4 Min
Gesamtbetriebskosten (pro Jahr)	\$31'875	\$7'125

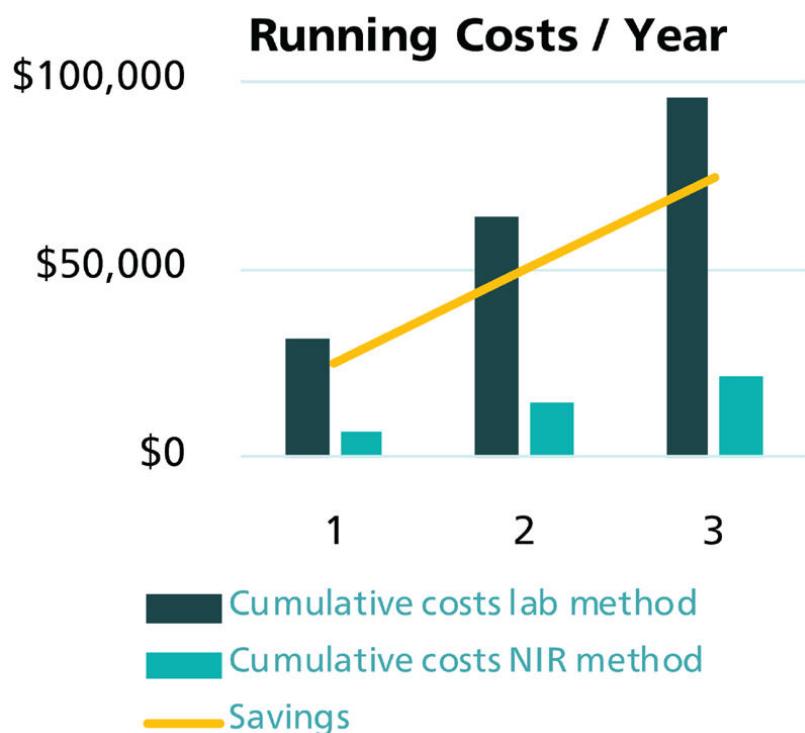


Abbildung 4. Vergleich der kumulierten Kosten über drei Jahre für die Bestimmung der Säurezahl mit Titration und NIR-Spektroskopie.

Interne Referenz: AW NIR CH-01-0050-102018

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch



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.



815 Robotic USB Sample Processor XL (1T/1P)

Robotic USB Sample Processor XL mit einer Arbeitsstation und einer eingebauten Membranpumpe zur automatischen Bearbeitung von Routineproben in Serien mit hoher Anzahl sowie komplexer Probenvorbereitung oder paralleler Abläufe. Neben der eingebauten kann eine weitere Pumpe (Membran oder Peristaltik) sowie bis zu drei Dosierer für Liquid Handling Aufgaben angeschlossen werden.

Aufgrund der vielfältigen Anwendungsvarianten müssen Rack, Rührer, Titrierkopf, Schwenkarm und Swing Head sowie Probengefäße auf die Applikation zugeschnitten separat bestellt werden.

Die Steuerung erfolgt "stand alone" mittels Touch Control. Für die PC-Steuerung stehen folgende Software-Produkte zur Auswahl: Titrationssoftware tiamo™, Chromatographiesoftware MagIC Net, Voltammetriesoftware viva, oder OMNIS.



800 Dosino

Antrieb mit Schreib-/Lesehardware für intelligente Dosiereinheiten. Mit fest montiertem Kabel (Länge 0.65 m).



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)



Tiamo 3.0 Light USB: 1 Lizenz
tiamo™ 3.0 light PC-Programm für die Steuerung eines Titriersystems.
Bis zu zwei Metrohm-Geräte (Titriro, Titrando, usw.) können angeschlossen werden, Waagen und andere generische (d.h. nicht-Metrohm) Geräte können uneingeschränkt aufgenommen werden
Grafischer Methoden-Editor mit zahlreichen Vorlagen
Layoutmanager für individuelle Bildschirmoberfläche
Professionelle Datenbank mit Nachauswertung
Leistungsfähiger Report-Generator
Datenexport als PDF, CSV, SLK
Keine Paralleltitration
Kein Datenexport im XML-Format für LIMS
Dialogsprachen: Deutsch, Englisch, Französisch, Italienisch, Spanisch, Tschechisch, Portugiesisch, Polnisch, Russisch, Slovakisch, Japanisch, Chinesisch, Traditionelles Chinesisch