

Application Note AN-NIR-071

Determinación automatizada del número de acidez en lubricantes con espectroscopia de infrarrojo cercano NIR

Determinación rápida y sin ayuda del índice de acidez mediante espectroscopia NIR automatizada según la norma ASTM E1655

El análisis del índice de acidez (AN, por sus siglas en inglés) de los lubricantes (ASTM D664) puede ser un proceso largo y costoso debido al uso de grandes cantidades de productos químicos y a los pasos de limpieza necesarios del equipo analítico entre cada medida.

Esta Application Note demuestra que el XDS RapidLiquid Analyzer, que funciona en la región

espectral visible y cercana al infrarrojo (Vis-NIR), proporciona una alternativa rápida y económica para la determinación del índice de acidez de los lubricantes. Con **no se necesita preparación de muestras ni productos químicos**, la espectroscopia Vis-NIR permite el análisis de AN en **menos de un minuto**.

EQUIPO EXPERIMENTAL

Las muestras de lubricante se midieron en modo de transmisión en todo el rango de longitud de onda (400 nm a 2500 nm) utilizando un XDS RapidLiquid Analyzer en combinación con un 815 Robotic USB Sample Processor, que puede transportar un total de 141 muestras. La adquisición del espectro reproducible se logró utilizando el control de temperatura integrado (a 30 °C) del XDS RapidLiquid Analyzer. Los paquetes de software de Metrohm *tiamo* y Vision Air Complete se utilizaron para toda la adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción.



Figure 1. Analizador XDS RapidLiquid con celda de flujo de 5,0 mm y el procesador de muestras 815.

Tabla 1. Resumen de equipos de hardware y software.

Equipo	Número de metrohmios
Analizador de líquidos XDS Rapid	2.921.1410
815 Robotic USB Sample Processor XL (gradilla de muestras 141 x 11 ml)	2.815.0010
800 dosino	2.800.0020
Celda de flujo de 5,0 mm	hola
Vision Air completo	6.6072.208
<i>tiamo</i>	6.6056.301

RESULTADOS

Los espectros Vis-NIR obtenidos (**Figura 2**) se utilizaron para crear modelos de predicción para la cuantificación del índice de acidez en lubricantes. La calidad de los modelos de predicción se evaluó mediante diagramas de correlación, que muestran la

relación entre la predicción de Vis-NIR y los valores del método principal. Las respectivas cifras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada de una predicción durante el análisis de rutina.

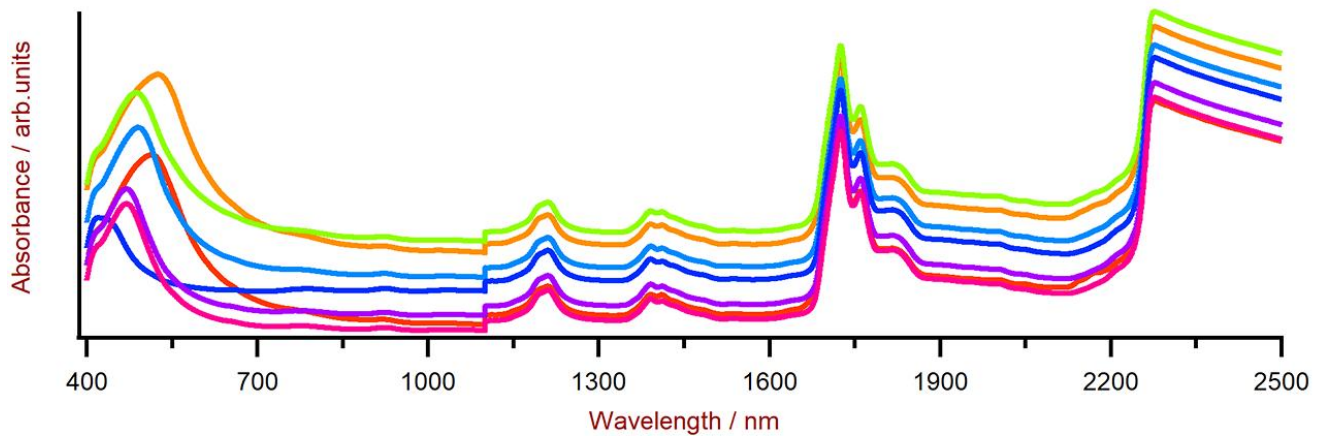


Figure 2. Selección de los espectros Vis-NIR del lubricante obtenidos con un XDS RapidLiquid Analyzer y una celda de flujo de 5,0 mm. Por razones de visualización, se aplicó una compensación de espectros.

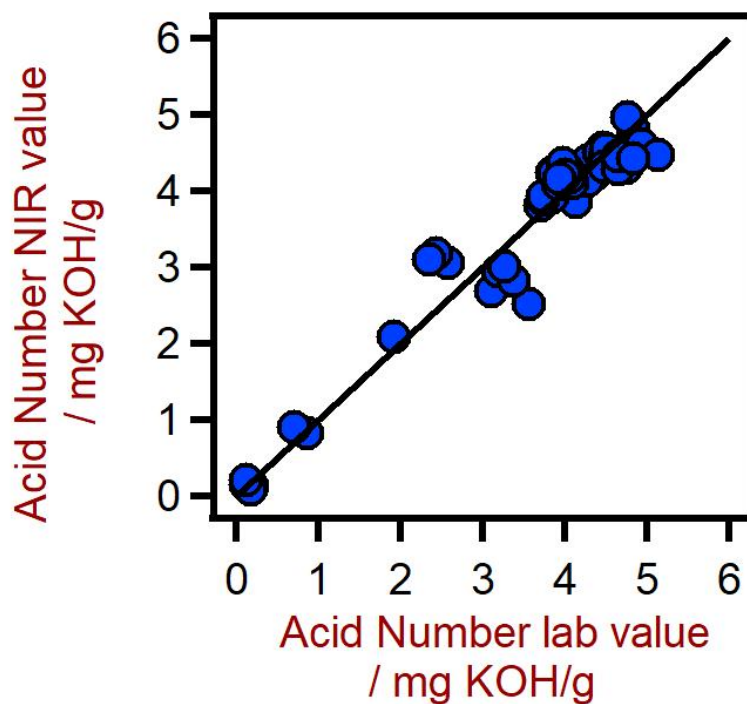


Figure 3. Diagrama de correlación para la predicción del índice de acidez en lubricantes usando un XDS RapidLiquid Analyzer. El valor de laboratorio del contenido de índice de acidez se evaluó mediante titulación.

Tabla 2. Cifras de mérito para la predicción del índice de acidez en lubricantes usando un XDS RapidLiquid Analyzer.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,950
Error estándar de calibración	0,344 mg KOH/g
Error estándar de validación cruzada	0,395 mg KOH/g

CONCLUSIÓN

Este estudio demuestra la viabilidad de la espectroscopia NIR para el análisis del índice de acidez en lubricantes. En comparación con los métodos

químicos húmedos los costes de funcionamiento se reducen significativamente cuando se utiliza la espectroscopia NIR (Tabla 3 y Figura 4).

Tabla 3. Comparación de costes de funcionamiento para la determinación del índice de acidez con valoración (ASTM D664) y espectroscopia NIR.

	método de laboratorio	método NIR
Número de análisis (por día)	10	10
Costo del operador (por hora)	\$25	\$25
Costos de consumibles y productos químicos Número de OH	\$10	\$1,50
Tiempo empleado por análisis	10 minutos	4 minutos
Costos totales de funcionamiento (por año)	\$31875	\$7125

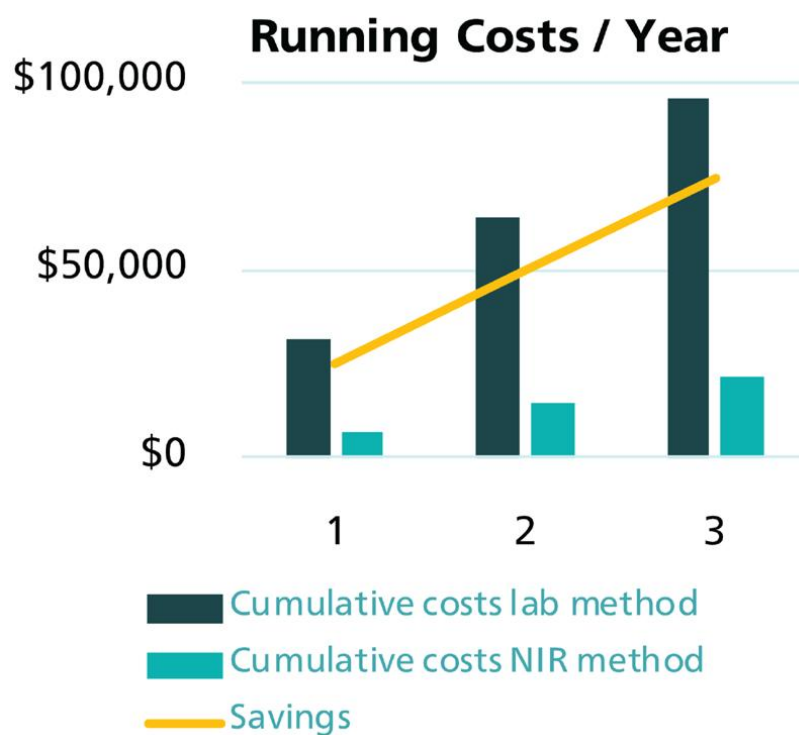


Figure 4. Comparación de los costos acumulados durante tres años para la determinación del índice de acidez con titulación y espectroscopia NIR.

Internal reference: AW NIR CH-01-0050-102018

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

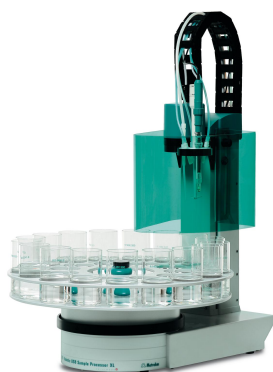
mh@metrohm.es



NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

Análisis rápidos y precisos de líquidos y suspensiones de toda clase.

El NIRS XDS RapidLiquid Analyzer permite análisis rápidos y precisos de sustancias y fórmulas líquidas. Los resultados de medida precisos se obtienen pulsando un botón, lo que hace que el NIRS XDS RapidLiquid Analyzer se convierta también en una solución tan sencilla como fiable para el control de calidad en el laboratorio y el proceso. Las muestras se presentan en cubetas de cuarzo reutilizables o viales de vidrio desechables; una cámara de muestras con temperatura regulada proporciona unas condiciones de análisis reproducibles y por consiguiente unos resultados de medición exactos.



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

Robotic USB Sample Processor XL con un puesto de trabajo y una bomba de membrana integrada para el tratamiento automático de una cantidad grande de muestras rutinarias en serie, así como para la preparación de muestras compleja o desarrollos paralelos. Además de la bomba integrada, pueden conectarse una bomba más (de membrana o peristáltica), así como un máximo de tres dosificadores para tareas de LQH.

Dadas las múltiples variantes de aplicación, la gradilla, los agitadores, el cabezal de titulación, el brazo giratorio, los Swing Head y los recipientes de muestras se deben realizar a la medida de la aplicación y solicitarse por separado.

El control se efectúa de forma "independiente" mediante Touch Control. Para el control con PC se puede elegir de entre la siguiente selección de productos de software: el software de titulación tiamo™, el software de cromatografía MagIC Net, el software de voltamperometría viva, u OMNIS.



800 Dosino

Accionamiento con hardware de escritura/lectura para unidades de dosificación inteligentes. Con cable fijo (longitud 0.65 m).



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Software de espectroscopía universal.

Vision Air Complete es una solución de software moderna y fácil de usar para su empleo en entornos regulados.

Las ventajas de Vision Air son las siguientes:

- Aplicaciones de software individuales con interfaces de usuario personalizadas para garantizar un manejo intuitivo y fácil
- Fácil creación y mantenimiento de procedimientos operativos
- Base de datos SQL para una gestión de datos segura y sencilla

La versión Vision Air Complete (66072208) incluye todas las aplicaciones para el aseguramiento de la calidad mediante la espectroscopía Vis-NIR:

- Aplicación para la gestión de datos y aparatos
- Aplicación para el desarrollo de métodos
- Aplicación para análisis rutinarios

Más soluciones Vision Air Complete:

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



Tiamo 3.0 light USB: 1 licencia

Programa de ordenador tiamo™ 3.0 light para el control de un sistema de titulación.

Se pueden conectar hasta dos instrumentos Metrohm (Titrino, Titrand, etc.), se pueden incluir balanzas y otros aparatos genéricos (es decir, no Metrohm) sin restricciones

Editor gráfico de métodos con numerosas plantillas

Gestor de diseño para la interfaz de pantalla individual

Base de datos profesional con reevaluación

Potente generador de informes

Exportación de datos como PDF, CSV, SLK

Sin titulación paralela

Sin exportación de datos en formato XML para LIMS

Idiomas de diálogo: alemán, inglés, francés, italiano, español, checo, portugués, polaco, ruso, eslovaco, japonés, chino, chino tradicional