



Application Note AN-NIR-041

Control de Calidad Multiparamétrico de Lubricantes con NIRS

Determinación rápida y sin productos químicos del índice de acidez, la viscosidad, el contenido de humedad y el índice de color de los lubricantes con NIRS

Para el análisis de lubricantes, la determinación del índice de acidez (ASTM D664), la viscosidad (ASTM D445), el contenido de humedad (ASTM D6304) y el índice de color (ASTM D1500) requiere el uso de múltiples tecnologías analíticas y, en parte, grandes volúmenes de productos químicos. Por lo tanto, el tiempo hasta el resultado puede ser un proceso bastante largo y costoso.

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, la viscosidad, el contenido de humedad y el índice de color de los lubricantes. Con **no se necesita preparación de muestras ni productos químicos**, la espectroscopia Vis-NIR permite el análisis multiparámetro de lubricantes en **menos de un minuto**.

EQUIPO EXPERIMENTAL

Las muestras de lubricante se midieron con un XDS RapidLiquid Analyzer en modo de transmisión en todo el rango de longitud de onda (400–2500 nm) (Figura 1). La adquisición del espectro reproducible se logró utilizando el control de temperatura integrado del instrumento (a 40 °C). Por conveniencia, se utilizaron viales desechables con una longitud de paso de 8 mm, lo que hizo innecesaria la limpieza de los recipientes de muestra. El paquete de software Metrohm Vision Air Complete se utilizó para toda la adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción.



Figure 1. XDS RapidLiquid Analyzer y muestras de lubricante.

Tabla 1. Descripción general del equipo de hardware y software

| Equipo | Número de metrohmios |
|---|----------------------|
| Analizador de líquidos XDS Rapid | 2.921.1410 |
| Viales desechables, 8 mm de diámetro, transmisión | 6.7402.000 |
| Visión aire completo | 6.6072.208 |

RESULTADOS

Los espectros Vis-NIR obtenidos (Figura 2) se utilizaron para crear modelos de predicción para la cuantificación del índice de acidez, la viscosidad, el contenido de humedad y el índice de color en los lubricantes. Los diagramas de correlación, que muestran la relación entre la predicción Vis-NIR y los

valores del método principal, se utilizan para determinar la calidad de los modelos de predicción. Las respectivas cifras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada de una predicción durante el análisis de rutina.

RESULTADOS

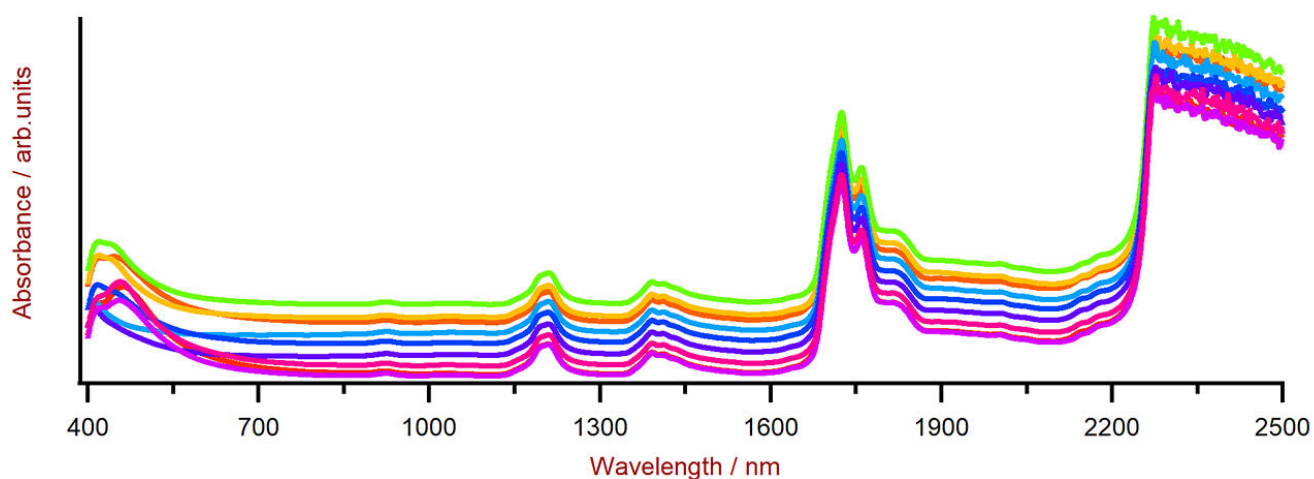


Figure 2. Selección de espectros Vis-NIR de aceite lubricante obtenidos utilizando un XDS RapidLiquid Analyzer y viales desechables de 8 mm. Por razones de visualización, se aplicó una compensación de espectros.

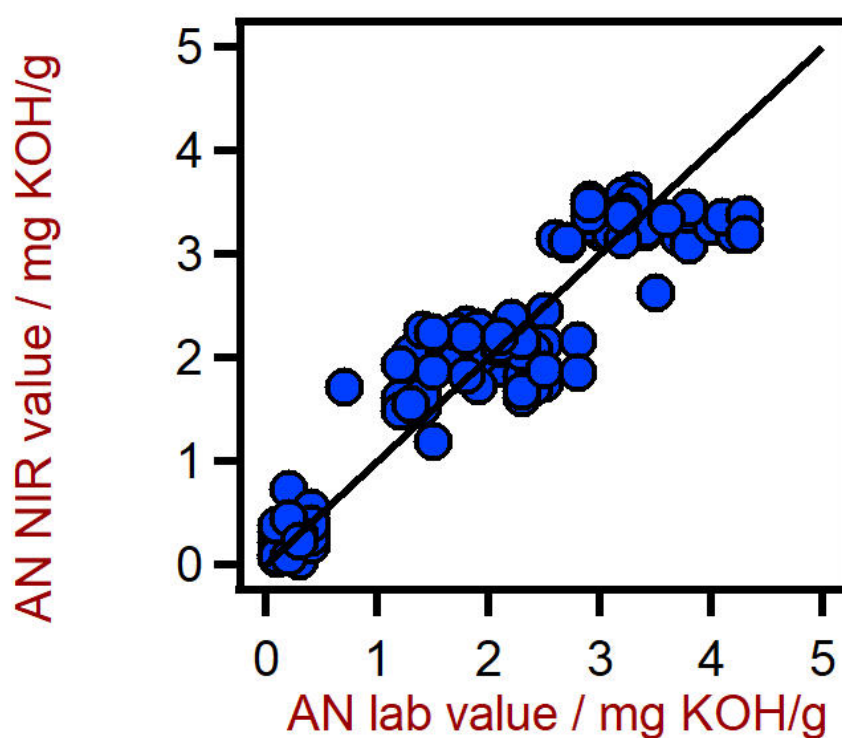


Figure 3. Diagrama de correlación para la predicción del índice de acidez (AN) en lubricantes usando un XDS RapidLiquid Analyzer. El valor de laboratorio de AN se evaluó mediante titulación.

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 | 0,898 |
| Error estándar de calibración | 0,422 mg KOH/g |
| Error estándar de validación cruzada | 0,439 mg KOH/g |

RESULTADOS

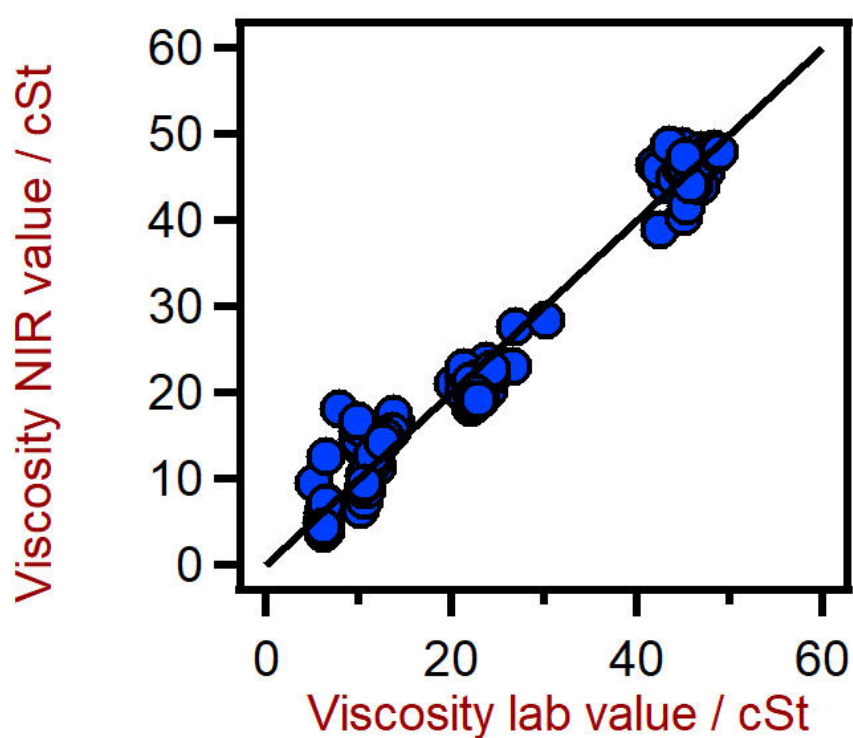


Figure 4. Diagrama de correlación para la predicción de la viscosidad de lubricantes usando un XDS RapidLiquid Analyzer. El valor de laboratorio de viscosidad se evaluó mediante viscosimetría.

Tabla 3. Cifras de mérito para la predicción de la viscosidad de lubricantes usando un XDS RapidLiquid Analyzer.

| Figuras de merito | Valor |
|--------------------------------------|----------|
| R^2 | 0,987 |
| Error estándar de calibración | 1,77 cSt |
| Error estándar de validación cruzada | 1,84 cSt |

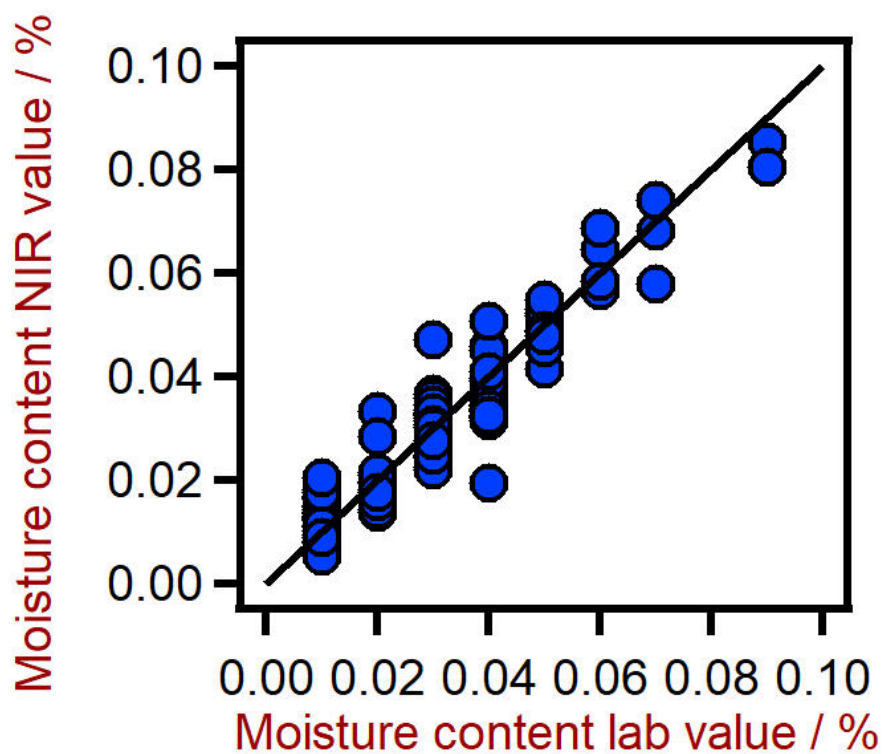


Figure 5. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de humedad en lubricantes usando un XDS RapidLiquid Analyzer. El valor de laboratorio del contenido de humedad se evaluó usando la titulación de Karl Fischer (KF).

Tabla 4. Cifras de mérito para la predicción del contenido de humedad en lubricantes usando un XDS RapidLiquid Analyzer.

| Figuras de merito | Valor |
|--------------------------------------|---------|
| R^2 | 0,907 |
| Error estándar de calibración | 0,0059% |
| Error estándar de validación cruzada | 0,0062% |

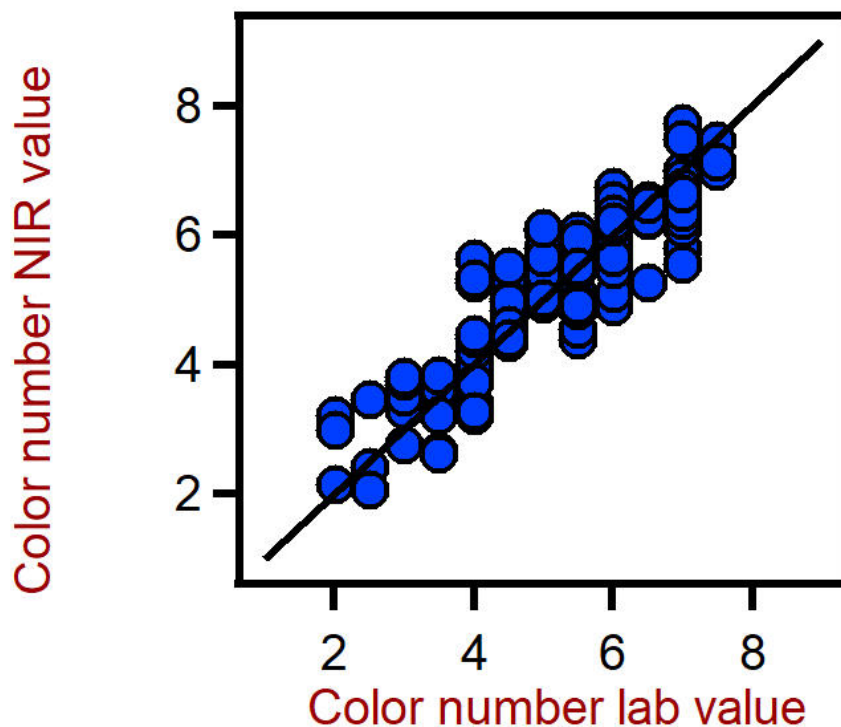


Figure 6. Diagrama de correlación para la predicción del número de color en lubricantes utilizando un XDS RapidLiquid Analyzer. El valor de laboratorio del índice de hidroxilo se evaluó mediante fotometría.

Tabla 5. Cifras de mérito para la predicción del número de color en lubricantes usando un XDS RapidLiquid Analyzer.

| Figuras de merito | Valor |
|--------------------------------------|-------|
| R^2 | 0,700 |
| Error estándar de calibración | 0,841 |
| Error estándar de validación cruzada | 0,916 |

La siguiente nota de aplicación demuestra la viabilidad de la espectroscopia NIR para el análisis de parámetros clave de calidad en lubricantes. En comparación con los métodos químicos húmedos

(Tabla 6), el tiempo de resultado es una gran ventaja de la espectroscopia NIR, ya que todos los parámetros se determinan en **una sola medición en menos de un minuto**.

Tabla 6. Visión general del tiempo de resultado para los diferentes parámetros de control de calidad.

| Parámetro | Método | tiempo de resultado |
|----------------------|------------------|---------------------|
| Índice de acidez | Valoración | 5 minutos |
| Viscosidad | viscosimetría | 4 minutos |
| Contenido de humedad | Titulación KF | 5 minutos |
| Número de color | Fotómetro UV-Vis | 1 minuto |

CONTACT

Metrohm México
Calle. Xicoténcatl #181, Col.
Del Carmen, Alcaldía
Coyoacán.
04100. Ciudad de México
México

info@metrohm.mx



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.



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)