



Application Note AN-NIR-041

Contrôle de la qualité des lubrifiants

Détermination rapide et sans produit chimique de l'indice d'acidité, de la viscosité, de la teneur en eau et de l'indice de coloration des lubrifiants à l'aide de la NIRS

Pour l'analyse des lubrifiants, la détermination de l'indice d'acidité (ASTM D664), de la viscosité (ASTM D445), de la teneur en eau (ASTM D6304) et de l'indice de coloration (ASTM D1500) nécessite l'utilisation de plusieurs technologies analytiques et, en partie, de grands volumes de produits chimiques. Le temps nécessaire pour obtenir un résultat peut donc être un processus assez long et couteux.

Cette note d'application démontre que le XDS

RapidLiquid Analyzer fonctionnant dans la région spectrale du visible et du proche infrarouge (Vis-NIR) constitue une alternative rapide et rentable pour la détermination de l'AN, de la viscosité, de la teneur en eau et de la couleur des lubrifiants. **Sans préparation d'échantillon** ni produits chimiques, la spectroscopie Vis-NIR permet une analyse multiparamétrique des lubrifiants **en moins d'une minute**.

MATÉRIEL EXPÉRIMENTAL

Les échantillons de lubrifiants ont été mesurés avec un analyseur XDS RapidLiquid en mode transmission sur toute la gamme de longueurs d'onde (400-2500 nm) (Figure 1). L'acquisition reproductible des spectres a été réalisée à l'aide du contrôle de température intégré à l'instrument (à 40°C). Pour des raisons de commodité, des flacons jetables d'une longueur de trajet de 8 mm ont été utilisés, ce qui a rendu inutile le nettoyage des récipients contenant les échantillons. Le logiciel Metrohm Vision Air Complete a été utilisé pour l'acquisition des données et le développement du modèle de prédiction.



Figure 1. XDS RapidLiquid Analyzer et des échantillons de lubrifiants.

Tableau 1. Vue d'ensemble des équipements matériels et logiciels

Equipement	Numéro Metrohm
XDS RapidLiquid Analyzer	2.921.1410
Flacons à usage unique, diamètre 8 mm, transmission	6.7402.000
Vision Air Complete	6.6072.208

Les spectres Vis-NIR obtenus (Figure 2) ont été utilisés pour créer des modèles de prédiction pour la quantification de l'indice d'acidité, de la viscosité, de la teneur en eau et de l'indice de coloration dans les lubrifiants. Les diagrammes de corrélation, qui montrent la relation entre la prédiction Vis-NIR et les

valeurs de la méthode primaire, sont utilisés pour déterminer la qualité des modèles de prédiction. Les figures de mérite respectives (FOM) indiquent la précision attendue d'une prédiction lors d'une analyse de routine.

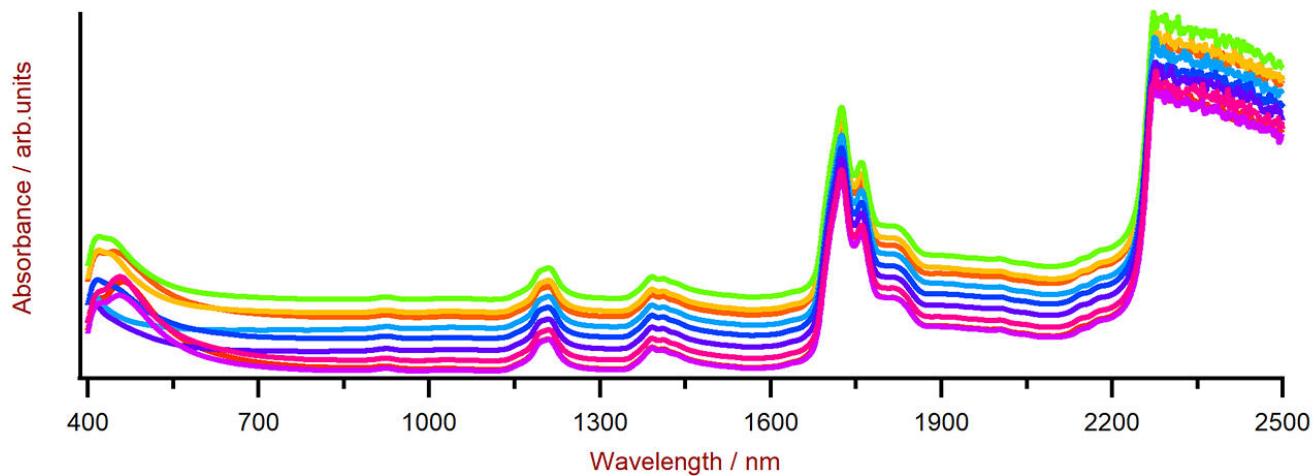


Figure 2. Sélection de spectres Vis-NIR d'huiles lubrifiantes obtenus à l'aide d'un analyseur XDS RapidLiquid et de flacons jetables de 8 mm. Pour des raisons d'affichage, un décalage des spectres a été appliqué.

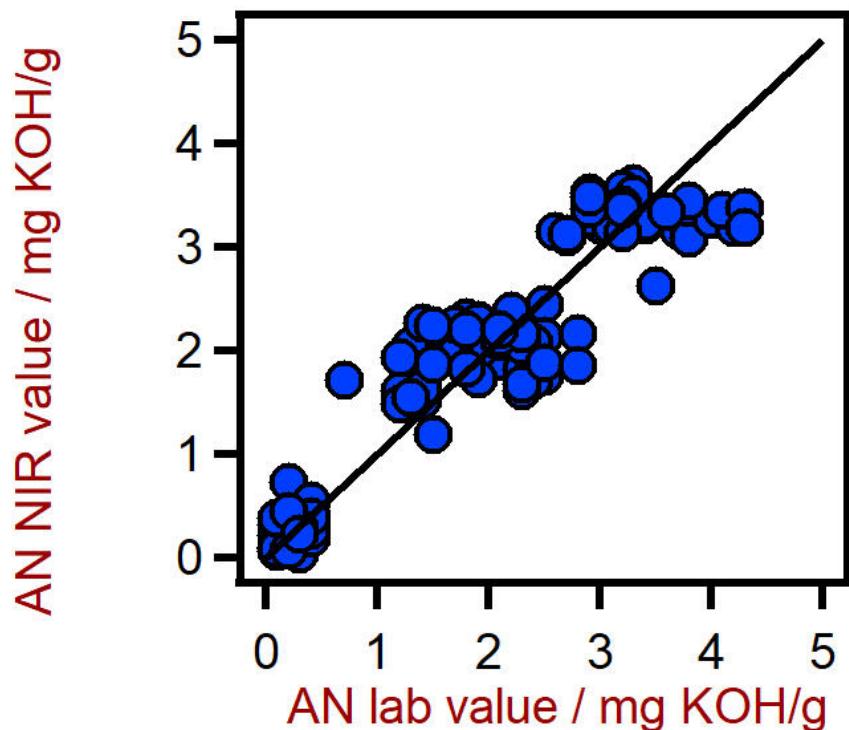


Figure 3. Diagramme de corrélation pour la prédiction de l'indice d'acidité (AN) dans les lubrifiants à l'aide d'un analyseur XDS RapidLiquid. La valeur de laboratoire de l'AN a été évaluée par titrage.

Tableau 2. Chiffres de mérite pour la prédiction de l'indice d'acidité dans les lubrifiants à l'aide d'un analyseur XDS RapidLiquid.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.898
Erreur standard d'étalonnage	0.422 mg KOH/g
Erreur standard de la validation croisée	0.439 mg KOH/g

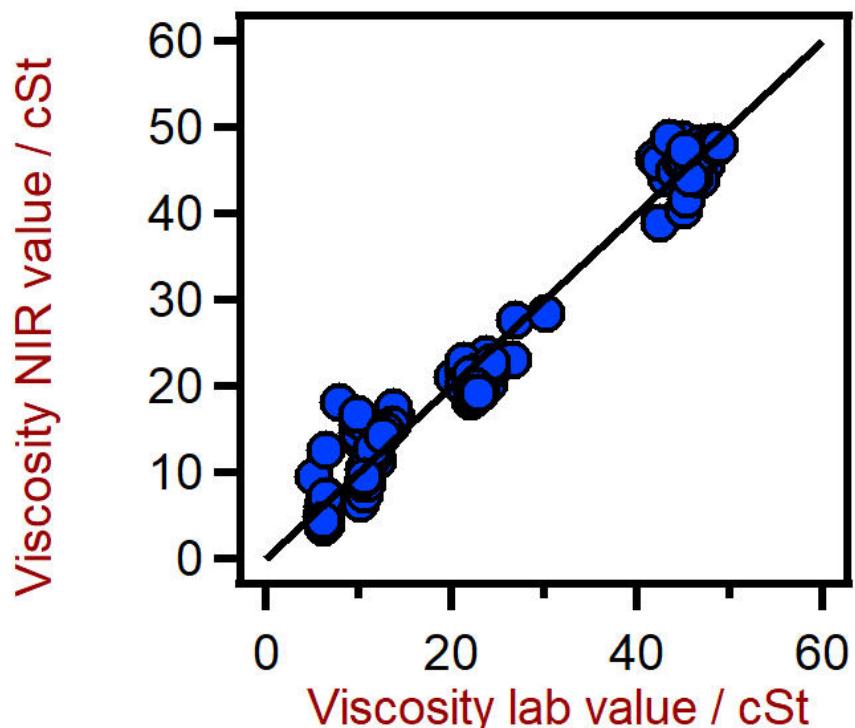


Figure 4. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la viscosité des lubrifiants à l'aide d'un analyseur XDS RapidLiquid. La valeur de laboratoire de la viscosité a été évaluée par viscosimétrie.

Tableau 3. Chiffres de mérite pour la prédiction de la viscosité des lubrifiants à l'aide d'un analyseur XDS RapidLiquid.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.987
Erreur standard d'étalonnage	1.77 cSt
Erreur standard de la validation croisée	1.84 cSt

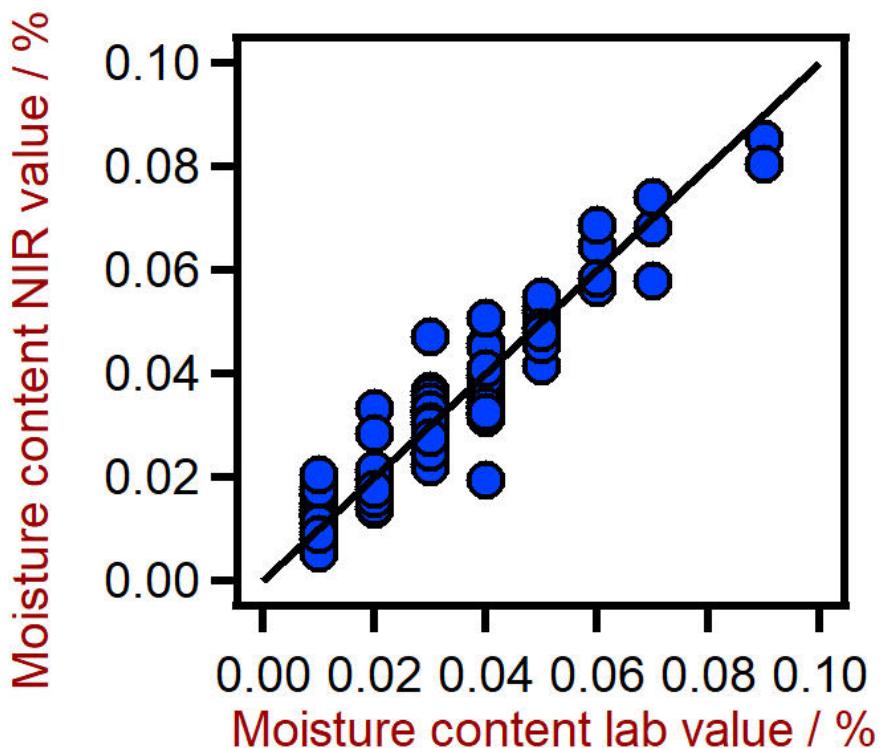


Figure 5. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en humidité des lubrifiants à l'aide d'un analyseur XDS RapidLiquid. La valeur de laboratoire de la teneur en humidité a été évaluée par titrage Karl Fischer (KF).

Tableau 4. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en humidité des lubrifiants à l'aide d'un XDS RapidLiquid Analyzer.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.907
Erreur standard d'étalonnage	0.0059%
Erreur standard de la validation croisée	0.0062%

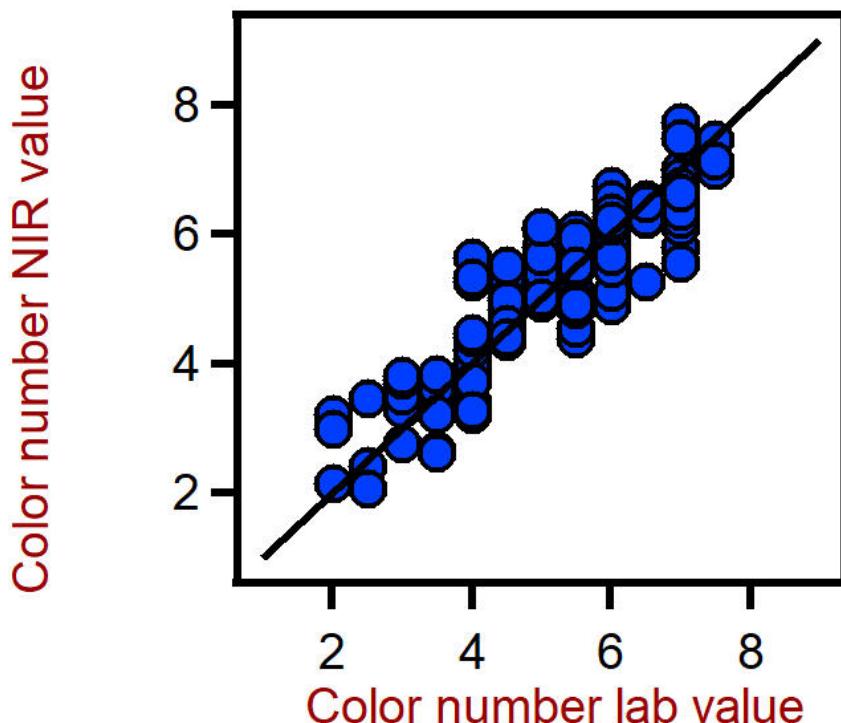


Figure 6. Diagramme de corrélation pour la prédiction du nombre de couleurs dans les lubrifiants à l'aide d'un analyseur XDS RapidLiquid. L'indice d'hydroxyle a été évalué par photométrie.

Tableau 5. Chiffres de mérite pour la prédiction de l'indice de coloration dans les lubrifiants à l'aide d'un analyseur XDS RapidLiquid.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.700
Erreur standard d'étalonnage	0.841
Erreur standard de la validation croisée	0.916

CONCLUSION

La note d'application suivante démontre la faisabilité de la spectroscopie NIR pour l'analyse des principaux paramètres de qualité des lubrifiants. Par rapport aux méthodes chimiques humides (tableau 6), le temps

nécessaire pour obtenir un résultat est un avantage majeur de la spectroscopie NIR, puisque **tous les paramètres sont déterminés en une seule mesure et en moins d'une minute**.

Tableau 6. Aperçu des délais d'obtention des résultats pour les différents paramètres de contrôle de la qualité.

Paramètres	Méthode	Délai d'obtention des résultats
Indice d'acide	Titration	5 min
Viscosité	Viscométrie	4 min
Teneur en eau	KF Titration	5 min
Numéro de couleur	Photomètre UV-Vis	1 min

CONTACT

Metrohm France
13, avenue du Québec - CS
90038
91978 VILLEBON
COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr



NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

Des analyses rapides et précises de liquides et suspensions de toutes sortes.

L'analyseur NIRS XDS RapidLiquid Analyzer permet des analyses rapides et précises de formules et substances liquides. Des résultats de mesure précis obtenus par simple pression d'une touche font du NIRS XDS RapidLiquid Analyzer une solution aussi fiable que simple pour le contrôle qualité en laboratoire et en production. Les échantillons sont présentés dans des cuvettes en quartz réutilisables ou des flacons en verre à usage unique ; une chambre à échantillons tempérée assure la reproductibilité des conditions d'analyse et, par conséquent, l'exactitude des résultats de mesure.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - logiciel universel de spectroscopie.

Vision Air Complete est une solution logicielle moderne et simple d'utilisation pour une application dans un environnement réglementé.

Aperçu des avantages de Vision Air :

- Des applications logicielles individuelles avec interface utilisateur adaptée sont le garant d'un maniement intuitif et simple
- Établissement et suivi simples des procédures de travail
- Base de données SQL pour une gestion sûre et simple des données

La version Vision Air Complete (66072208) comprend toutes les applications d'assurance qualité par spectroscopie Vis-NIR :

- Application de gestion des instruments et des données
- Application de développement de méthodes
- Application d'analyse de routine

Autres solutions Vision Air Complete :

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