Application Note AN-NIR-071

Quality Control of Lubricants

Unassisted, rapid determination of the Acid Number by automated NIR spectroscopy according to ASTM E1655

Acid Number (AN) analysis of lubricants (ASTM D664) can be a lengthy and costly process due to usage of large amounts of chemicals and required cleaning steps of the analytical equipment between each measurement.

This application note demonstrates that the XDS RapidLiquid Analyzer operating in the visible and near-infrared spectral region (Vis-NIR) provides a cost-efficient, fast alternative for the determination of the acid number of lubricants. With **no sample preparation or chemicals needed**, Vis-NIR spectroscopy allows for the analysis of AN in **less than a minute**.

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

Lubricant samples were measured in transmission mode over the full wavelength range (400 nm to 2500 nm) using a XDS RapidLiquid Analyzer in combination with an 815 Robotic USB Sample Processor, which can carry a total of 141 samples. Reproducible spectrum acquisition was achieved using the built-in temperature control (at 30 °C) of the XDS RapidLiquid Analyzer. The Metrohm software packages *tiamo* and Vision Air Complete were used for all data acquisition and prediction model development.

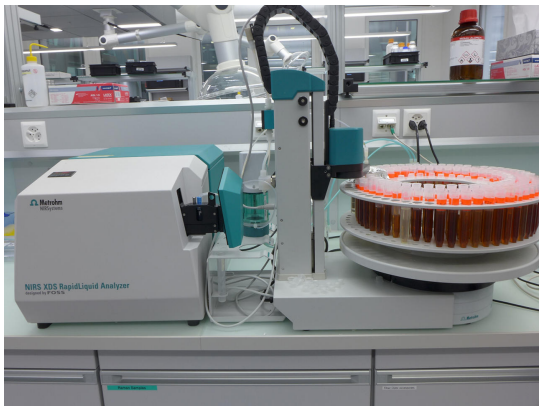

Figure 1. XDS RapidLiquid Analyzer with 5.0 mm flow cell and the 815 Sample Processor.

Table 1. Hardware and software equipment overview.

Equipment	Metrohm number
XDS RapidLiquid Analyzer	2.921.1410
815 Robotic USB Sample Processor XL (Sample Rack 141 x 11 ml)	2.815.0010
800 Dosino	2.800.0020
5.0 mm flow cell	Hellma
Vision Air complete	6.6072.208
tiamo	6.6056.301

RESULT

The obtained Vis-NIR spectra (Figure 2) were used to create prediction models for quantification of the Acid Number in lubricants. The quality of the prediction models was evaluated using correlation diagrams, which display the relationship between Vis-NIR prediction and primary method values. The respective figures of merit (FOM) display the expected precision of a prediction during routine analysis.

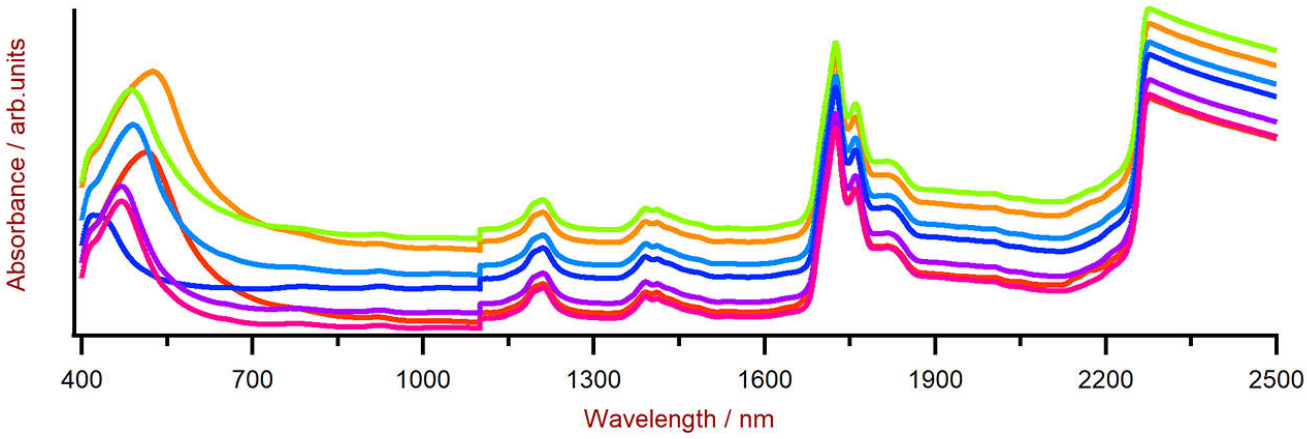

Figure 2. Selection of lubricant Vis-NIR spectra obtained using a XDS RapidLiquid Analyzer and 5.0 mm flow cell. For display reasons a spectra offset was applied.

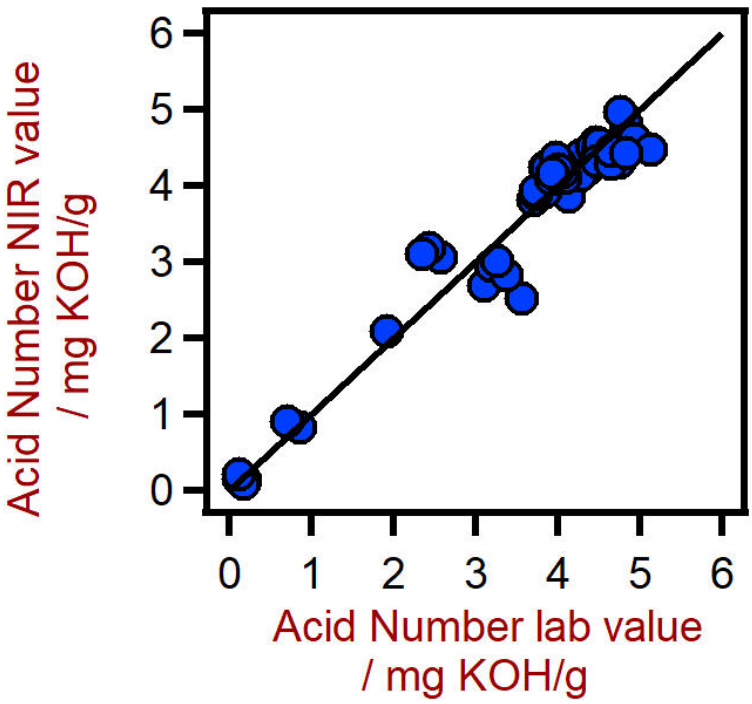

Figure 3. Correlation diagram for the prediction of the Acid Number in lubricants using a XDS RapidLiquid Analyzer. The Acid Number content lab value was evaluated using titration.

Table 2. Figures of merit for the prediction of the acid number in lubricants using a XDS RapidLiquid Analyzer.

Figures of merit	Value
R^2	0.950
Standard error of calibration	0.344 mg KOH/g
Standard error of cross-validation	0.395 mg KOH/g

CONCLUSION

This study demonstrates the feasibility of NIR spectroscopy for the analysis of the Acid Number in lubricants. In comparison to wet chemical methods running costs are significantly reduced when using NIR spectroscopy (Table 3 and Figure 4).

Table 3. Comparison of running costs for the determination of the acid number with titration (ASTM D664) and NIR spectroscopy.

	Lab method	NIR method
Number of analyses (per day)	10	10
Cost of operator (per hour)	$25	$25
Costs of consumables and chemicals OH number	$10	$1.50
Time spent per analysis	10 min	4 min
Total running costs (per year)	$31,875	$7,125

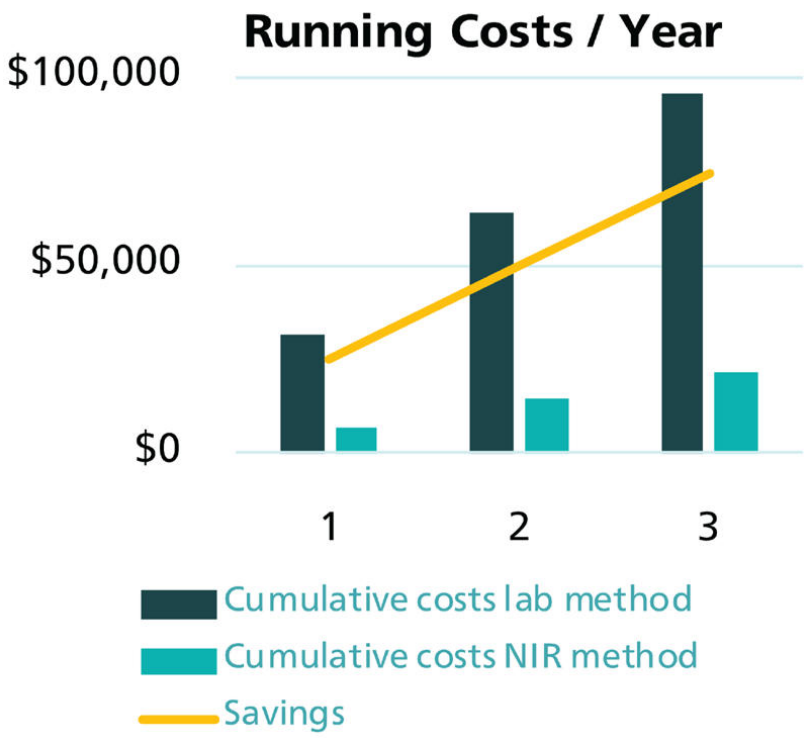

Figure 4. Comparison of the cumulative costs over three years for the determination of the acid number with titration and NIR spectroscopy.

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

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.

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

Robotic USB Sample Processor XL avec un poste de travail et une pompe à membrane intégrée pour un traitement automatique des échantillons de routine en série et en grand nombre, ainsi que des préparations complexes d'échantillons ou des séquences parallèles. En plus de la pompe intégrée, il est possible de connecter une deuxième pompe (à membrane ou péristaltique), ainsi que jusqu'à trois burettes pour les taches de manipulation des liquides (LQH).

En raison du grand nombre des variantes d'applications, le rack, l'agitateur, la tete de titrage, le bras pivotant et la Swing Head, ainsi que les récipients d'échantillon, sont concus spécifiquement pour chaque application et doivent donc etre commandés séparément.

Le Touch Control permet un controle en « stand alone ». Pour un controle par le biais d'un PC, les produits logiciels suivants sont disponibles : le logiciel de titrage tiamoTM, le logiciel de chromatographie MagIC Net, le logiciel de voltampérométrie viva ou OMNIS.

800 Dosino

Entrainement par matériel d'écriture/de lecture pour les unités de distribution intelligentes. Avec cable intégré (longueur 0,65 m).

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.

Apercu 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 sure 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)

tiamo 3.0 light sur clé USB : 1 licence

tiamoTM 3.0 light, logiciel ordinateur pour controler un système de titrage.

Il est possible de raccorder un ou deux appareils Metrohm (Titrino, Titrando, etc.), des balances et d'autres appareils génériques (c'est-à-dire d'autres fabricants que Metrohm) peuvent etre supportés sans restriction

Éditeur graphique de méthode proposant de nombreux modèles

Gestionnaire de mise en page pour les différentes interfaces graphiques

Base de données professionnelle avec reprédiction

Générateur de rapports performant

Exportation des données aux formats PDF, CSV, SLK

Pas de titrage parallèle

Pas d'exportation des données au format XML pour LIMS

Langues de dialogue : allemand, anglais, francais, italien, espagnol, tchèque, portugais, polonais, russe, slovaque, japonais, chinois, chinois traditionnel