



Application Note AN-NIR-097

TBN determination in lubricants

Quality control of total base number without toxic chemicals

Alkaline additives in engine lubricants are used to prevent the build-up of acids and as a result, they inhibit corrosion. The total base number (TBN) indicates the amount of basic additives present in samples and thus can be used as a measure for the degradation of the lubricant. Depending on the application, the TBN value varies from 7 mg KOH/g in lubricants for combustion engines up to 80 mg KOH/g for marine grade lubricants.

The standard test method for TBN in lubricants is potentiometric titration according to ASTM D2896. This method requires the use of toxic reagents (e.g., tetraethylammonium bromide) and the cleaning procedure is labor-intensive. In contrast to the primary method, near-infrared spectroscopy (NIRS) is a fast analytical technique which does not produce any chemical waste and completes the TBN analysis in less than one minute.

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

23 marine cylinder lubricants and 37 engine lubricants were analyzed on a Metrohm DS2500 Liquid Analyzer equipped with 2.5 mm flow cell. All measurements were performed in transmission mode from 400 nm to 2500 nm. In this feasibility study, a flow cell was used to automate the sample handling and measurement. Data acquisition and prediction model development was performed with the software package Vision Air complete.



Figure 1. DS2500 Liquid Analyzer.

Table 1. Hardware and software equipment overview

Equipment	Metrohm number
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
DS2500 Holder for flow cells	6.7493.000
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

RESULTS

The obtained Vis-NIR spectra (**Figure 2**) were used to create a prediction model for the TBN determination. To verify the quality of the prediction model, correlation diagrams were created which display the

correlation 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 3**).

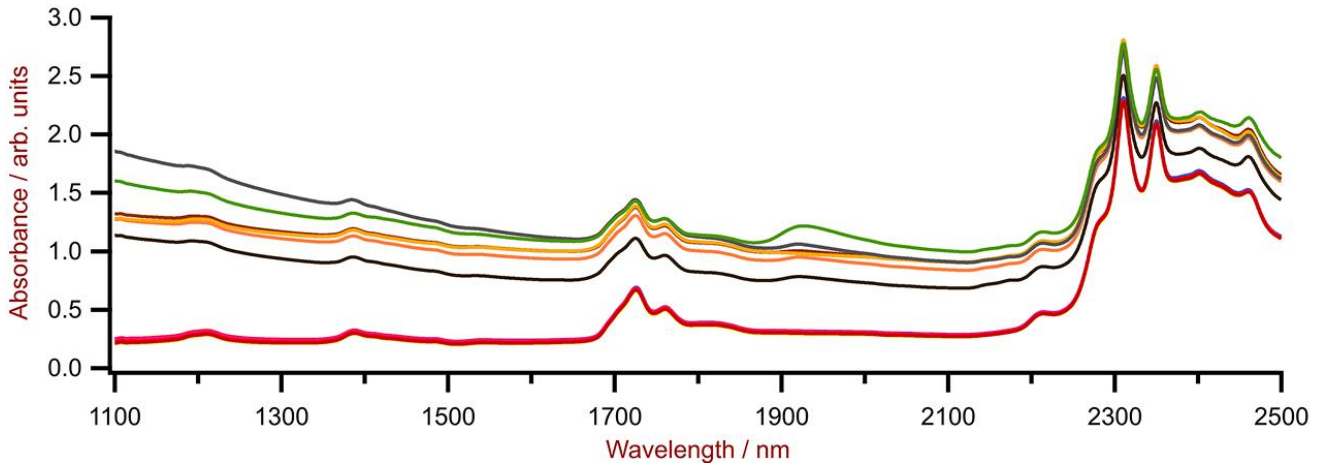


Figure 2. Selection of Vis-NIR spectra of marine cylinder lubricants and engine lubricants obtained using a DS2500 Liquid Analyzer with a 2.5 mm flow cell.

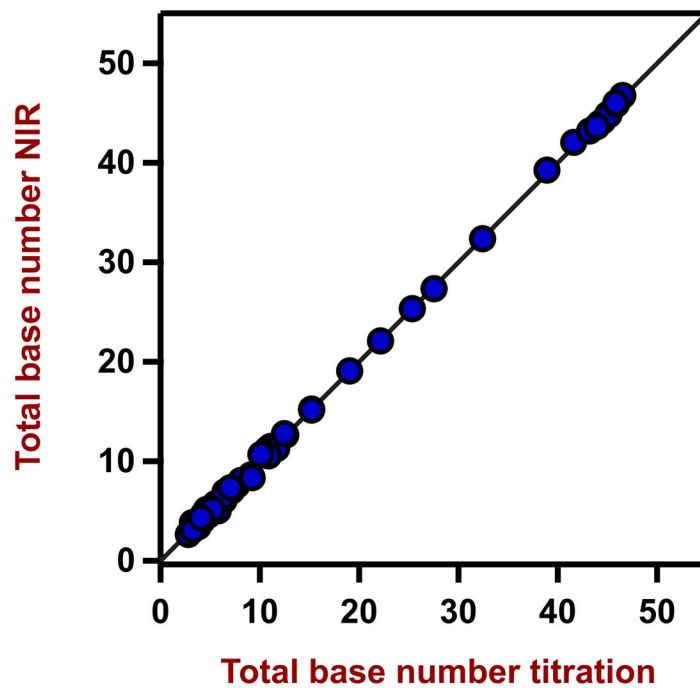


Figure 3. Correlation diagram for the prediction of TBN in lubricants using a DS2500 Liquid Analyzer. The lab values were determined using titration.

Table 2. Figures of merit for the prediction of TBN in lubricants using a DS2500 Liquid Analyzer.

Figures of merit	Value
R ²	0.998
Standard error of calibration	1.1
Standard error of cross-validation	1.2

CONCLUSION

This application note shows the feasibility of NIR spectroscopy for the analysis of total base number in marine cylinder and engine lubricants. In comparison

to the wet chemical method (**Table 3**), no sample preparation or chemicals are needed with NIR spectroscopy.

Table 3. Time to result with conventional titration method ASTM D2896

Parameter	Method	Time to result
Total base number	Titration	5–10 minutes

CONTACT

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

info@metrohm.fr



DS2500 Liquid Analyzer

Spectroscopie proche infrarouge robuste pour le contrôle qualité en laboratoire et en environnement de production.

L'analyseur DS2500 Liquid Analyzer est la solution éprouvée et souple destinée aux analyses de routine d'échantillons liquides, tout au long de la chaîne de fabrication. Sa conception robuste fait du DS2500 Liquid Analyzer un appareil insensible à la poussière, à l'humidité et aux vibrations, et donc particulièrement adapté aux rudes conditions d'un environnement de production.

Le DS2500 Liquid Analyzer couvre l'ensemble de la gamme spectrale de 400 à 2500 nm, chauffe les échantillons jusqu'à 80 °C et est compatible avec divers flacons à usage unique et cuves en quartz. Le 2500 Liquid Analyzer, lequel s'adapte à vos exigences individuelles en matière d'échantillons, vous permet d'obtenir des résultats précis et reproductibles en moins d'une minute. Avec sa détection du support d'échantillon intégrée et le logiciel Vision Air intuitif, un maniement simple et sûr est également garanti pour l'utilisateur.

En présence de grandes quantités d'échantillons, l'utilisation d'une cellule à flux continu associée à un robot passeur d'échantillons Metrohm peut augmenter considérablement la productivité.



Support DS2500 pour cuves à circulation

Support intelligent pour cuves à circulation de 12,5 mm



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)