



Application Note AN-NIR-041

Controllo di qualità multiparametrico dei lubrificanti con NIRS

Misurare il numero di acido, la viscosità, il contenuto d'acqua e il numero di colore

Per l'analisi dei lubrificanti, la determinazione di numero di acidità (ASTM D664), viscosità (ASTM D445), contenuto di umidità (ASTM D6304) e numero di colore (ASTM D1500) richiede l'uso di più tecnologie di analisi e grandi volumi di sostanze chimiche. Il tempo per il risultato può quindi essere un processo piuttosto lungo e costoso.

Questa Application Note dimostra che lo strumento

XDS RapidLiquid Analyzer, operante nella regione spettrale del visibile e del vicino infrarosso (Vis-NIR), rappresenta una soluzione rapida ed economica per la determinazione di numero AN, viscosità, contenuto di umidità e numero di colore dei lubrificanti. **Senza preparazione del campione o prodotti chimici necessari**, la spettroscopia Vis-NIR consente l'analisi multiparametro dei lubrificanti in **meno di un minuto**.

STRUMENTI DI ANALISI

I campioni di lubrificante sono stati misurati con un analizzatore XDS RapidLiquid in modalità di trasmissione sull'intera gamma di lunghezze d'onda (400–2500 nm) (Figura 1). L'acquisizione dello spettro riproducibile è stata ottenuta utilizzando il controllo della temperatura integrato nello strumento (a 40°C). Per comodità, sono state utilizzate fiale monouso con una lunghezza del percorso di 8 mm, il che ha reso superflua la pulizia dei recipienti del campione. Il pacchetto software Metrohm Vision Air Complete è stato utilizzato per l'acquisizione di tutti i dati e lo sviluppo di modelli predittivi.



Figure 1. Analizzatore XDS RapidLiquid e campioni di lubrificante.

Tabella 1. Panoramica delle apparecchiature hardware e software

Attrezzatura	Numero metrohm
Analizzatore XDS RapidLiquid	2.921.1410
Fiale monouso, diametro 8 mm, trasmissione	6.7402.000
Vision Air completa	6.6072.208

RISULTATI

Gli spettri Vis-NIR ottenuti (figura 2) sono stati utilizzati per creare modelli predittivi per la quantificazione del numero di acidità, della viscosità, del contenuto di umidità e del numero di colore nei lubrificanti. I diagrammi di correlazione, che mostrano

la relazione tra la previsione Vis-NIR e i valori del metodo primario, vengono utilizzati per determinare la qualità dei modelli di previsione. Le rispettive figure di merito (FOM) mostrano la precisione attesa di una previsione durante l'analisi di routine.

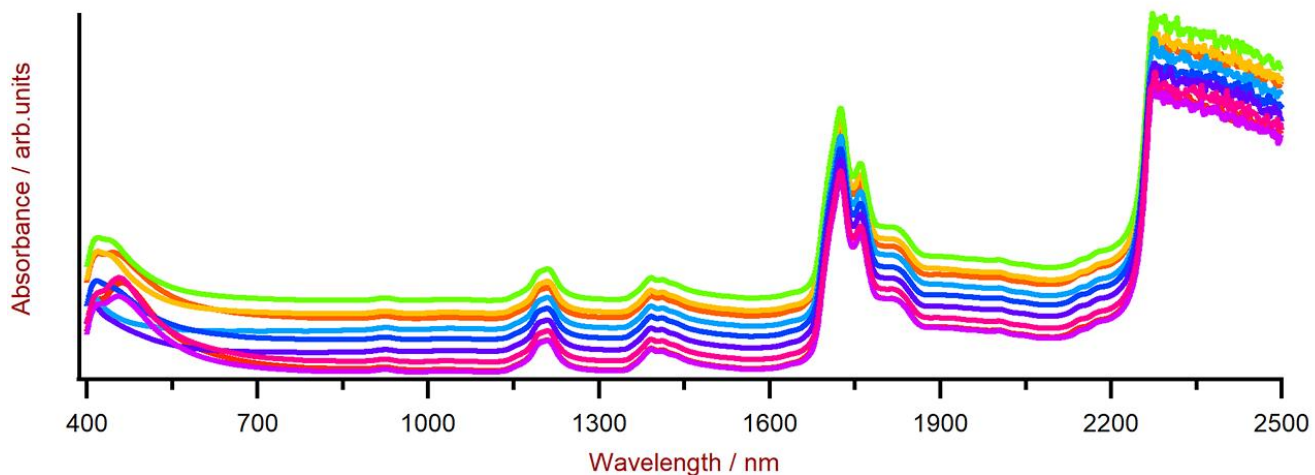


Figure 2. Selezione degli spettri Vis-NIR dell'olio lubrificante ottenuti utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer e fiale monouso da 8 mm. Per motivi di visualizzazione è stato applicato un offset dello spettro.

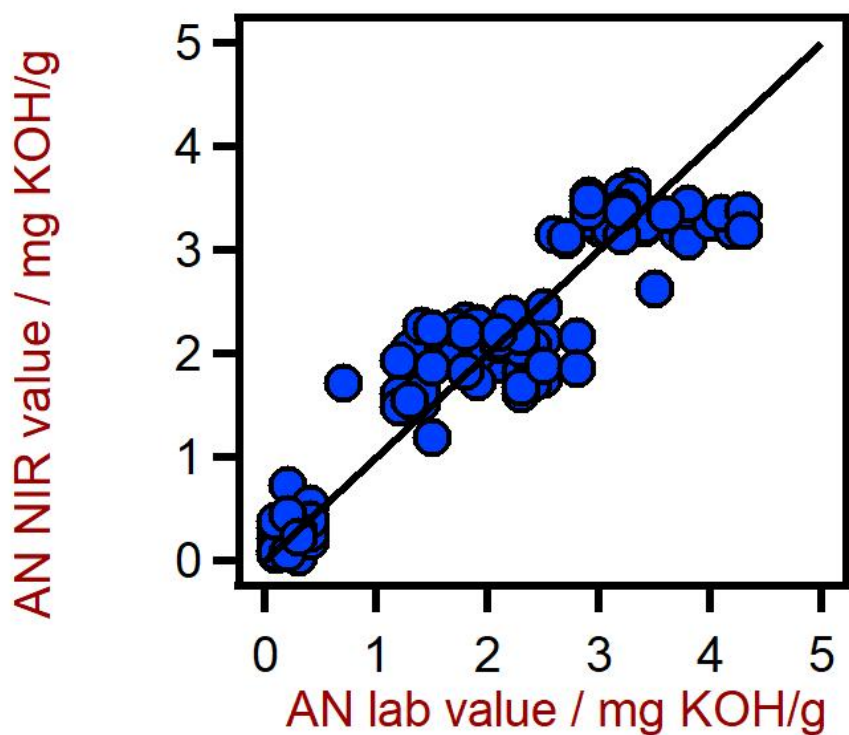


Figure 3. Diagramma di correlazione per la previsione del numero di acidità (AN) nei lubrificanti utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer. Il valore di laboratorio AN è stato valutato utilizzando la titolazione.

Tabella 2. Valori di riferimento per la previsione del numero di acidità nei lubrificanti utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer.

Riferimento	Valore
R ²	0,898
Errore standard di calibrazione	0,422 mg KOH/g
Errore standard di convalida incrociata	0,439 mg KOH/g

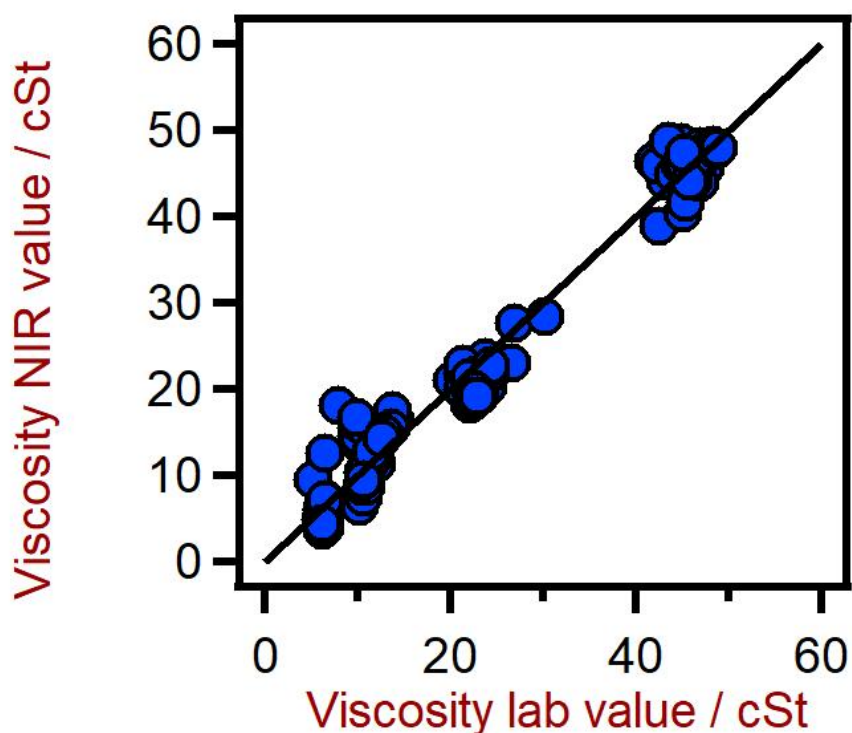


Figure 4. Diagramma di correlazione per la previsione della viscosità dei lubrificanti utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer. Il valore di laboratorio della viscosità è stato valutato utilizzando la viscosimetria.

Tabella 3. Valori di riferimento per la previsione della viscosità dei lubrificanti utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer.

Riferimento	Valore
R ²	0,987
Errore standard di calibrazione	1.77 cSt
Errore standard di convalida incrociata	1.84 cSt

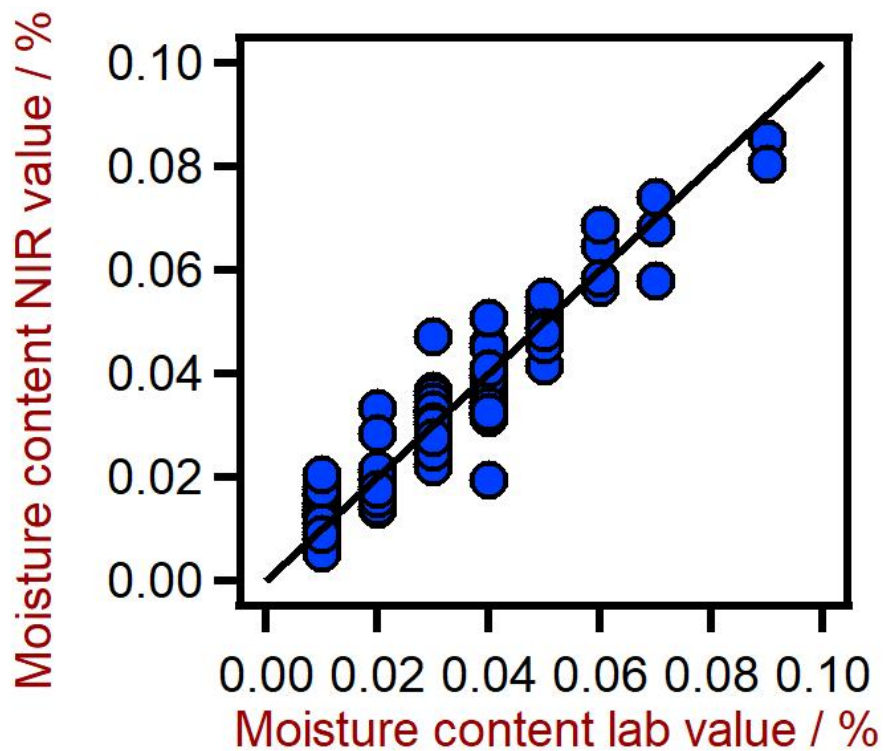


Figure 5. Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto di umidità nei lubrificanti utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer. Il valore di laboratorio del contenuto di umidità è stato valutato utilizzando la titolazione Karl Fischer (KF).

Tabella 4. Valori di riferimento per la previsione del contenuto di umidità nei lubrificanti utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer.

Riferimento	Valore
R^2	0,907
Errore standard di calibrazione	0,0059%
Errore standard di convalida incrociata	0,0062%

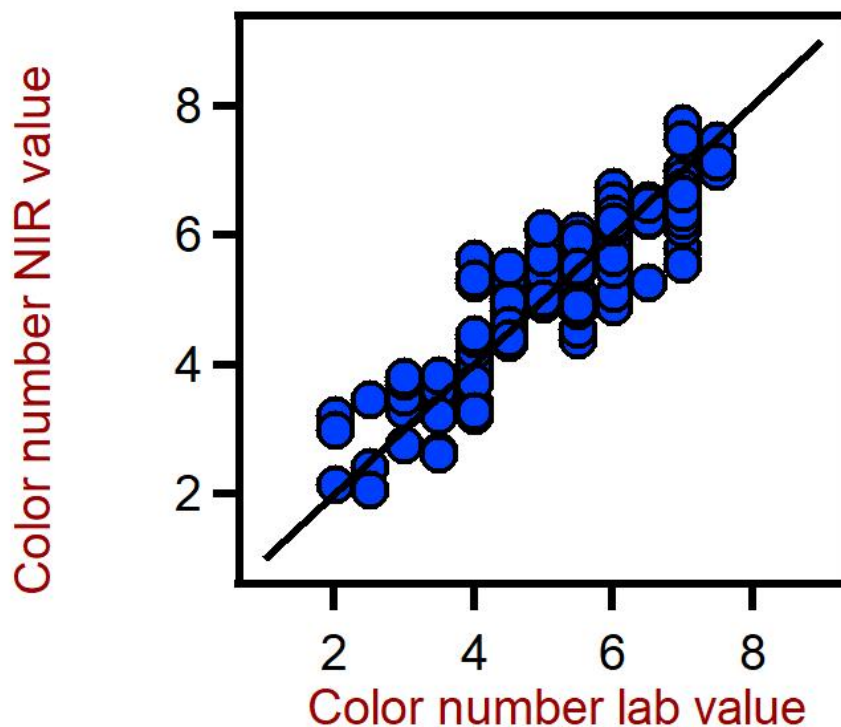


Figure 6. Diagramma di correlazione per la previsione del numero di colore nei lubrificanti utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer. Il valore di laboratorio del numero di ossidrilie è stato valutato utilizzando la fotometria.

Tabella 5. Valori di riferimento per la previsione del numero di colore nei lubrificanti utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer.

Riferimento	Valore
R^2	0,700
Errore standard di calibrazione	0,841
Errore standard di convalida incrociata	0,916

CONCLUSIONE

La seguente Application Note dimostra la fattibilità della spettroscopia NIR per l'analisi dei parametri di qualità chiave nei lubrificanti. Rispetto ai metodi chimici a umido (Tabella 6), il tempo necessario per

ottenere il risultato è un grande vantaggio della spettroscopia NIR, poiché tutti i parametri sono determinati in una singola misurazione in meno di un minuto.

Tabella 6. Panoramica del tempo per il risultato per i diversi parametri di controllo qualità.

Parametro	Metodo	Tempo per il risultato
Numero acido	Titolazione	5 min
Viscosità	Viscometria	4 min
Contenuto di umidità	Titolazione KF	5 min
Numero di colore	Fotometro UV-Vis	1 min

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it



NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

Analisi veloci e precise di liquidi e sospensioni di tutti i tipi.

Il NIRS XDS RapidLiquid Analyzer consente analisi veloci e precise di sostanze e ricette liquide. I risultati di misurazione precisi ottenuti premendo un pulsante rendono il NIRS XDS RapidLiquid Analyzer una soluzione affidabile e semplice per il controllo della qualità in laboratorio e nel processo. I campioni vengono posti in cuvette in quarzo utilizzabili più volte o in cuvette monouso in vetro, una camera di campionamento temperata provvede a condizioni di analisi riproducibili e quindi a risultati di misurazione esatti.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Software universale per la spettroscopia.

Vision Air Complete è una soluzione software moderna e facile da utilizzare per l'impiego in ambiente regolamentato.

Panoramica dei vantaggi di Vision Air:

- le applicazioni software individuali con interfacce utente personalizzate garantiscono un funzionamento intuitivo e semplice
- semplice creazione e manutenzione dei protocolli
- banca dati SQL per una gestione dei dati sicura e semplice

La versione Vision Air Complete (66072208) include tutte le applicazioni per la garanzia della qualità tramite spettroscopia Vis-NIR:

- applicazione per la gestione degli strumenti e dei dati
- applicazione per lo sviluppo di metodi
- applicazione per l'analisi di routine

Altre soluzioni Vision Air Complete:

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