



Application Note AN-NIR-097

Total base number in lubricants with near-infrared spectroscopy

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 Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at



DS2500 Liquid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

Der DS2500 Liquid Analyzer ist die bewährte, flexible Lösung für die Routineanalytik von Flüssigkeiten entlang der gesamten Produktionskette. Das robuste Design macht den DS2500 Liquid Analyzer unempfindlich gegen Staub, Feuchtigkeit, und Vibrationen und damit hervorragend geeignet für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld.

Der DS2500 Liquid Analyzer deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab, heizt Proben bis auf 80°C hoch und ist kompatibel mit verschiedenen Einwegvials und Quartzküvetten. Der somit auf Ihre individuellen Probenanforderungen anpassbare DS2500 Liquid Analyzer unterstützt Sie genaue und reproduzierbare Ergebnisse in weniger als einer Minute zu erhalten. Mit Hilfe der integrierten Probenhaltererkennung und der selbsterklärenden Vision Air Software wird ausserdem eine einfache und sichere Bedienung durch den Anwender gewährleistet.

Im Falle grösserer Probenmengen kann die Produktivität durch den Einsatz einer Durchflussszelle in Kombination mit einem Metrohm Probenroboter erheblich gesteigert werden.



DS2500 Halter für Durchflussküvetten

Intelligenter Halter für 12.5 mm Durchflussküvetten



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Universelle Spektroskopie Software.

Vision Air Complete ist eine moderne und einfach zu bedienende Softwarelösung für den Einsatz im regulierten Umfeld.

Die Vorteile von Vision Air im Überblick:

- Individuelle Softwareanwendungen mit angepassten Nutzeroberflächen gewährleisten eine intuitive und einfache Bedienung
- Einfache Erstellung und Wartung von Arbeitsvorschriften
- SQL Datenbank für ein sicheres und einfaches Datenmanagement

Die Version Vision Air Complete (66072208) beinhaltet alle Anwendungen für die Qualitätssicherung mittels Vis-NIR Spektroskopie:

- Anwendung für das Instrumenten- und Datenmanagement
- Anwendung für die Methodenentwicklung
- Anwendung für die Routineanalyse

Weitere Vision Air Complete Lösungen:

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