



Application Note AN-NIR-041

Qualitätskontrolle von Schmierstoffen

Schnelle und chemikalienfreie Bestimmung der Säurezahl, Viskosität, Farbzahl und des Feuchtigkeitsgehalts von Schmierstoffen mit NIRS

Bei der Schmierstoffanalyse erfordern die Bestimmung der Säurezahl (ASTM D664), der Viskosität (ASTM D445), des Feuchtigkeitsgehalts (ASTM D6304) und der Farbzahl (ASTM D1500) den Einsatz mehrerer Analysetechniken und zum Teil große Mengen an Chemikalien. Die Zeit bis zum Ergebnis kann daher ein recht langer und kostspieliger Prozess sein. Dieser Anwendungsbericht zeigt, dass der XDS RapidLiquid Analyzer, der im

sichtbaren und nahen Infrarot-Spektralbereich (Vis-NIR) arbeitet, eine schnelle und kostengünstige Alternative für die Bestimmung von AN, Viskosität, Feuchtigkeitsgehalt und Farbzahl von Schmierstoffen darstellt. **Ohne Probenvorbereitung oder Chemikalien** ermöglicht die Vis-NIR-Spektroskopie eine Multiparameteranalyse von Schmierstoffen in **weniger als einer Minute**.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

Schmierstoffproben wurden mit einem XDS RapidLiquid Analyzer im Transmissionsmodus über den gesamten Wellenlängenbereich (400-2500 nm) gemessen (**Abbildung 1**). Eine reproduzierbare Spektrenerfassung wurde durch die integrierte Temperaturkontrolle des Geräts (bei 40 °C) erreicht. Der Einfachheit halber wurden Einweggefäße mit einer Schichtdicke von 8 mm verwendet, was die Reinigung der Probengefäße überflüssig machte. Das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete wurde für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.



Abbildung 1. XDS RapidLiquid Analyzer und Schmierstoffproben.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung

Ausrüstung	Metrohm-Nummer
XDS RapidLiquid-Analysator	2.921.1410
Einwegfläschchen, 8 mm Durchmesser, Transmission	6.7402.000
Vision Air Complete	6.6072.208

ERGEBNISSE

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden zur Erstellung von Prognosemodellen für die Quantifizierung der Säurezahl, der Viskosität, des Feuchtigkeitsgehalts und der Farbzahl in Schmierstoffen verwendet. Korrelationsdiagramme, die die Beziehung zwischen der Vis-NIR-Vorhersage

und den Werten der Primärmethode darstellen, werden zur Bestimmung der Qualität der Vorhersagemodelle verwendet. Die jeweiligen Leistungszahlen (FOM) zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage bei Routineanalysen.

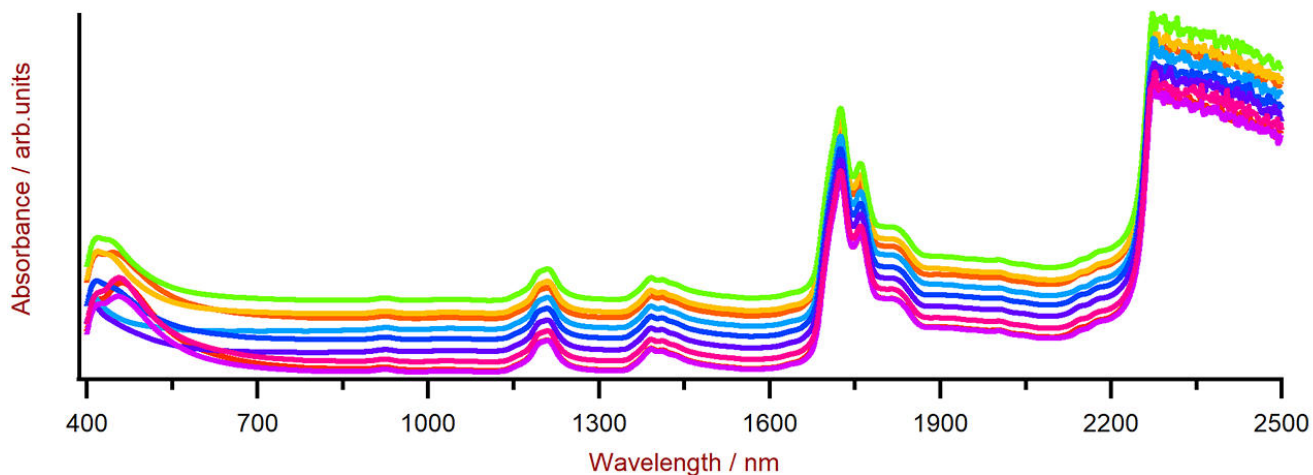


Abbildung 2. Auswahl von Schmieröl Vis-NIR-Spektren, die mit einem XDS RapidLiquid Analyzer und 8-mm-Einwegfläschchen aufgenommen wurden. Aus Darstellungsgründen wurde ein Spektrum-Offset angewendet.

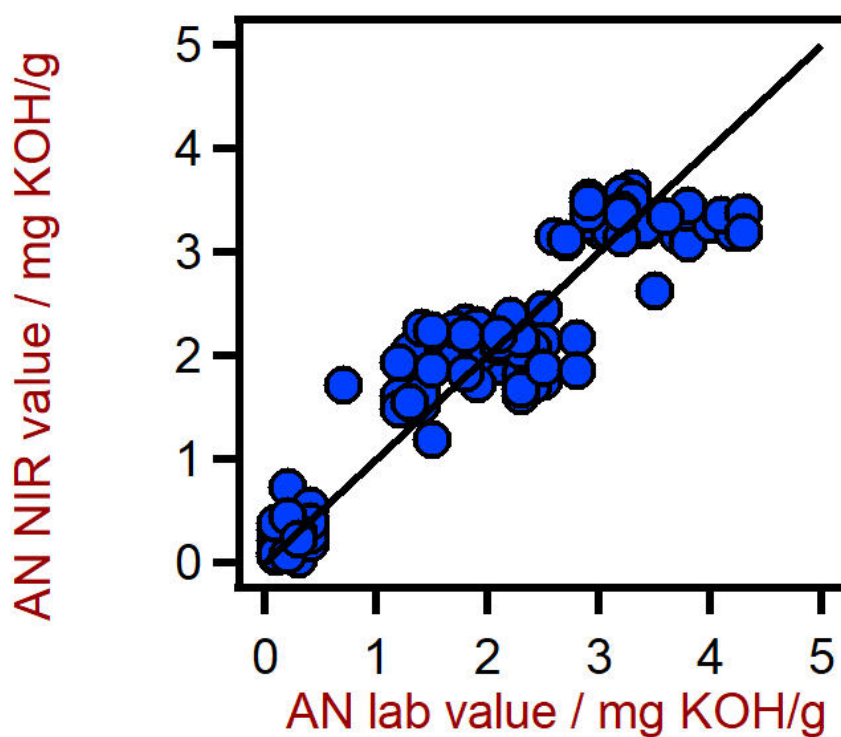


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage der Säurezahl (AN) in Schmierstoffen unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers. Der AN-Laborwert wurde durch Titration ermittelt.

Tabelle 2. Leistungskennzahlen für die Vorhersage der Säurezahl in Schmierstoffen unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.898
Standardfehler der Kalibrierung	0,422 mg KOH/g
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,439 mg KOH/g

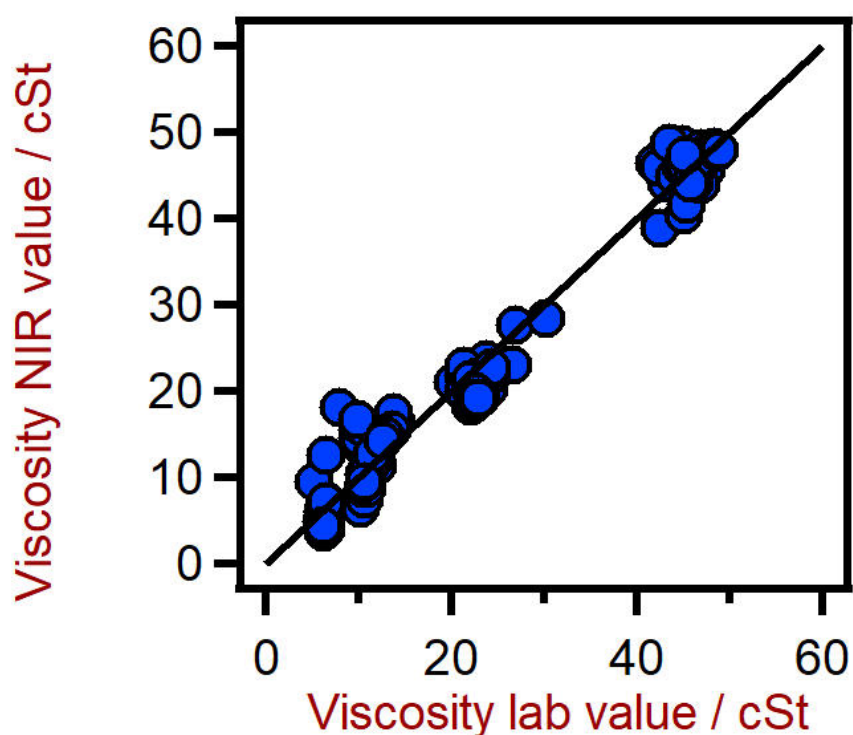


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage der Viskosität von Schmierstoffen mit einem XDS RapidLiquid Analyzer. Der Viskositätslaborwert wurde mittels Viskosimetrie ausgewertet.

Tabelle 3. Leistungskennzahlen für die Vorhersage der Viskosität von Schmierstoffen unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.987
Standardfehler der Kalibrierung	1,77 cSt
Standardfehler der Kreuzvalidierung	1,84 cSt

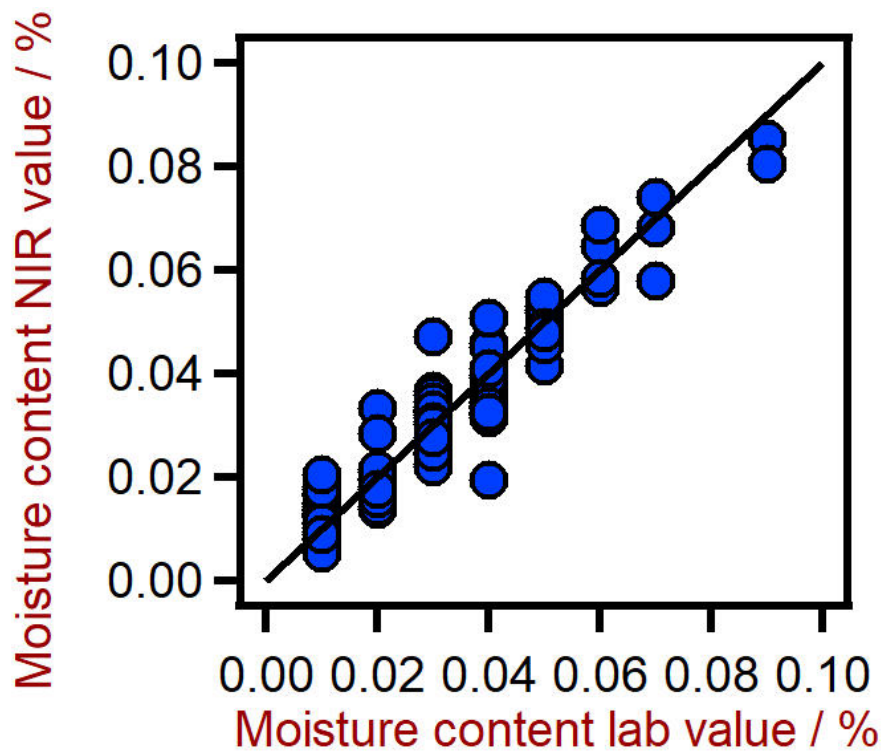


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Feuchtigkeitsgehalts in Schmierstoffen mit einem XDS RapidLiquid Analyzer. Der Laborwert des Feuchtigkeitsgehalts wurde mithilfe der Karl-Fischer-Titration (KF) ermittelt.

Tabelle 4. Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Feuchtigkeitsgehalts in Schmierstoffen unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.907
Standardfehler der Kalibrierung	0.0059%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.0062%



Abbildung 6. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage der Farbzahl in Schmierstoffen unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers. Der Laborwert der Hydroxylzahl wurde mit Hilfe der Photometrie ermittelt.

Tabelle 5. Leistungskennzahlen für die Vorhersage der Farbzahl in Schmierstoffen unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.700
Standardfehler der Kalibrierung	0.841
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.916

FAZIT

Die folgende Application Note demonstriert die Machbarkeit der NIR-Spektroskopie für die Analyse wichtiger Qualitätsparameter in Schmierstoffen. Im Vergleich zu nasschemischen Methoden (Tabelle 6) ist

die Zeit bis zum Ergebnis ein großer Vorteil der NIR-Spektroskopie, da alle Parameter in **einer einzigen Messung in weniger als einer Minute bestimmt werden.**

Tabelle 6. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für die verschiedenen Qualitätskontrollparameter.

Parameter	Methode	Zeit bis zum Ergebnis
Säurezahl	Titration	5 Min
Viskosität	Viskosimetrie	4 Min
Feuchtigkeitsgehalt	KF-Titration	5 Min
Farbzahl	UV-Vis-Photometer	1 Minute

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de



NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

Schnelle, präzise Analysen von Flüssigkeiten und Suspensionen aller Art.

Der NIRS XDS RapidLiquid Analyzer ermöglicht schnelle, präzise Analysen von flüssigen Rezepturen und Substanzen. Präzise Messergebnisse auf Knopfdruck machen den NIRS XDS RapidLiquid Analyzer zu einer ebenso zuverlässigen wie einfachen Lösung für die Qualitätskontrolle in Labor und Prozess. Die Proben werden in mehrfach verwendbaren Quarzküvetten oder Einwegvials aus Glas vorgelegt; eine temperierte Probenkammer sorgt für reproduzierbare Analysenbedingungen und somit für genaue Messergebnisse.



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)