



Application Note AN-NIR-071

# Numero di acido nei lubrificanti: NIRS automatizzato secondo ASTM E1655

## Determinazione rapida e non assistita secondo ASTM E1655

L'analisi del numero di acidità (AN) dei lubrificanti (ASTM D664) può essere un processo lungo e costoso a causa dell'utilizzo di grandi quantità di sostanze chimiche e delle operazioni di pulizia dell'apparecchiatura usata per l'analisi dopo ogni misura.

Questa Application Note dimostra che lo strumento

XDS RapidLiquid Analyzer, operante nella regione spettrale del visibile e del vicino infrarosso (Vis-NIR), rappresenta un'alternativa rapida ed economica per la determinazione di numero di acidità dei lubrificanti. Con **nessuna preparazione del campione o prodotti chimici necessari**, la spettroscopia Vis-NIR consente l'analisi di AN in **meno di un minuto**.

## STRUMENTI DI ANALISI

I campioni di lubrificante sono stati misurati in modalità di trasmissione sull'intero intervallo di lunghezze d'onda (da 400 nm a 2500 nm) utilizzando un analizzatore XDS RapidLiquid in combinazione con un processore di campioni USB robotico 815, che può trasportare un totale di 141 campioni. L'acquisizione dello spettro riproducibile è stata ottenuta utilizzando il controllo della temperatura integrato (a 30 °C) dell'XDS RapidLiquid Analyzer. I pacchetti software Metrohm *tiamo* e Vision Air Complete sono stati utilizzati per l'acquisizione di tutti i dati e lo sviluppo di modelli di previsione.



**Figura 1.** Analizzatore XDS RapidLiquid con cella a flusso da 5,0 mm e 815 Sample Processor.

**Tabella 1.** Panoramica delle apparecchiature hardware e software.

| Attrezzatura                                                               | Numero metrohm |
|----------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Analizzatore XDS RapidLiquid                                               | 2.921.1410     |
| Processore di campioni USB robotico 815 XL (rack per campioni 141 x 11 ml) | 2.815.0010     |
| 800 Dosino                                                                 | 2.800.0020     |
| Cella a flusso da 5,0 mm                                                   | Hellma         |
| Vision Air completa                                                        | 6.6072.208     |
| <i>tiamo</i>                                                               | 6.6056.301     |

## RISULTATI

Gli spettri Vis-NIR ottenuti (**figura 2**) sono stati utilizzati per creare modelli predittivi per la quantificazione del numero di acidità nei lubrificanti. La qualità dei modelli di previsione è stata valutata utilizzando diagrammi di correlazione, che mostrano

la relazione tra la previsione Vis-NIR e i valori del metodo primario. I rispettivi valori di riferimento (FOM) mostrano la precisione attesa di una previsione durante l'analisi di routine.



**Figura 2.** Selezione degli spettri Vis-NIR del lubrificante ottenuta utilizzando un analizzatore XDS RapidLiquid e una cella a flusso da 5,0 mm. Per motivi di visualizzazione è stato applicato un offset dello spettro.



**Figura 3.** Diagramma di correlazione per la previsione del numero di acido nei lubrificanti utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer. Il valore di laboratorio del contenuto di Acid Number 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         |
|-----------------------------------------|----------------|
| $R^2$                                   | 0,950          |
| Errore standard di calibrazione         | 0,344 mg KOH/g |
| Errore standard di convalida incrociata | 0,395 mg KOH/g |

## CONCLUSIONE

Questo studio dimostra la fattibilità della spettroscopia NIR per l'analisi del numero di acido nei lubrificanti. Rispetto ai metodi chimici a umido i costi

di gestione sono notevolmente ridotti quando si utilizza la spettroscopia NIR (Tabella 3 e Figura 4).

**Tabella 3.** Confronto dei costi di gestione per la determinazione del numero di acido con titolazione (ASTM D664) e spettroscopia NIR.

|                                                                 | Metodo di laboratorio | Metodo NIR |
|-----------------------------------------------------------------|-----------------------|------------|
| Numero di analisi (al giorno)                                   | 10                    | 10         |
| Costo dell'operatore (all'ora)                                  | \$25                  | \$25       |
| Costi dei materiali di consumo e dei prodotti chimici Numero OH | \$10                  | \$1,50     |
| Tempo speso per analisi                                         | 10 minuti             | 4 min      |
| Costi di gestione totali (all'anno)                             | \$31 875              | \$7 125    |



**Figura 4.** Confronto dei costi cumulativi in tre anni per la determinazione del numero di acidità con titolazione e spettroscopia NIR.

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

## CONTACT

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

[info@metrohm.it](mailto: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.



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

Robotic USB Sample Processor XL con una stazione di lavoro e una pompa a membrana incorporata per il trattamento automatico di campioni di routine in serie in grandi quantità nonché preparazione complessa dei campioni o esecuzioni parallele. Oltre a quella incorporata, può essere collegata un'altra pompa (a membrana o peristaltica) nonché fino a tre dosatori per i compiti di Liquid Handling.

Considerate le numerose varianti di applicazione, i rack, gli agitatori, la testa di titolazione, il braccio orientabile e la Swing Head, nonché i contenitori sono personalizzati in base all'applicazione e devono quindi essere ordinati separatamente.

Il controllo avviene in modalità "stand alone" tramite Touch Control. Per il controllo da PC sono disponibili i seguenti software: software per titolazione tiamo™, software per cromatografia MagIC Net, software per voltammetria viva oppure OMNIS.



### 800 Dosino

Azionamento con software di scrittura/lettura per unità di dosaggio intelligenti. Con cavo fisso (lunghezza 0.65 m).



## 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)



#### Tiamo 3.0 light USB: 1 licenza

tiamoTM 3.0 light, programma PC per il controllo di un sistema di titolazione.

Possibilità di collegare fino a due strumenti Metrohm (Titrino, Titrandi ecc.) e possibilità illimitata di aggiunta di bilance e altri apparecchi generici (ovvero non Metrohm)

Editor grafico dei metodi con numerosi modelli

Gestione del layout per la personalizzazione dello schermo

Banca dati professionale con analisi successiva

Potente generatore di documenti

Esportazione dati in formato PDF, CSV, SLK

Nessuna titolazione parallela

Nessuna esportazione dati in formato XML per LIMS

Lingue delle finestre di dialogo: tedesco, inglese, francese, italiano, spagnolo, ceco, portoghese, spagnolo, ceco, portoghese, polacco, russo, slovacco, giapponese, cinese, cinese tradizionale