



Application Note AN-NIR-041

# 潤滑油の品質パラメータの同時測定

可視-近赤外(Vis-NIR)分光法を用いて、潤滑油中の酸価(AN)、 $40^{\circ}\text{C}$ での動粘度、水分量、色を一度に測定

可視-近赤外(Vis-NIR)分光法を用いて、潤滑油中の酸価(AN)、 $40^{\circ}\text{C}$ での動粘度、水分量、および色といった複数の化学的および物理的パラメータを決定しました。

このアプリケーションノートでは、Vis-NIRSを用いてこれらのパラメータを迅速かつ同時に測定した例を紹介します。

## EXPERIMENTAL EQUIPMENT

パラメータ4種類のそれぞれの検量モデルは、ソフトウェアVision4.1を使用して部分最小二乗回帰(PLS)のアルゴリズムを用いて解析しました。それぞれのパラメータの解析ではXDS RLAを用いて400 nmから2500 nmまでの波長範囲のスペクトルを取得したうちのそれぞれのパラメータに合う波長領域を使用しました。水分の解析には水の吸収バンドである 900-950nm、1350-1450nm、1850-1950nmを選択し、色の解析には可視光領域である400-600nmを選択しました。酸価と粘度についてはNIR領域の1120-2480nmの幅広い領域を使用しました。解析時のスペクトル前処理は一次微分、二次微分等の最適なものを選択しました。

137個の潤滑油サンプル中、酸価は107サンプルについての分析値、粘度は137サンプルについての分析値がありました。作成した検量モデルの精度を検証するために、データセットをキャリブレーションセットと検証セットに分割しました。水分と色の検量モデルは、それぞれサンプルが6点、7点と少ないため、クロスバリデーションを行い、検証しました。



図 1. XDS RLAと137サンプルの測定の様子

表1.使用機器およびソフトウェア

| 使用機器                                          | Metrohm number |
|-----------------------------------------------|----------------|
| XDS RapidLiquid Analyzer                      | 2.921.1410     |
| Disposable vials, 8 mm diameter, transmission | 6.7402.000     |
| Vision Air Complete                           | 6.6072.208     |

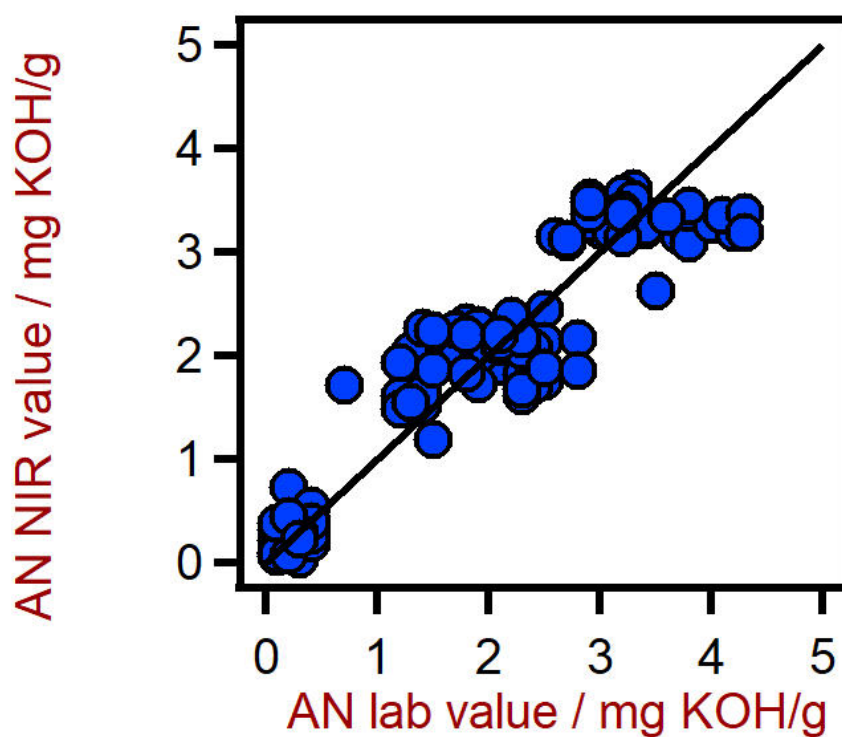
## 結果

The obtained Vis-NIR spectra (**Figure 2**) were used to create prediction models for quantification of the acid number, viscosity, moisture content, and color number in lubricants. Correlation diagrams, which display the relationship between Vis-NIR prediction and

primary method values, are used to determine the quality of the prediction models. The respective figures of merit (FOM) display the expected precision of a prediction during routine analysis.



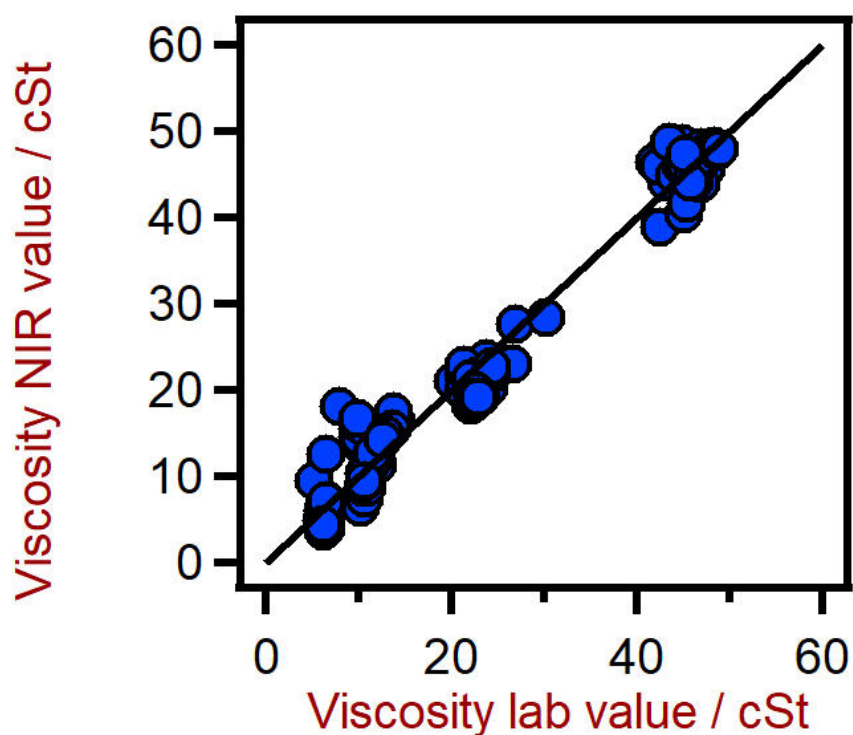
**Figure 2.** Selection of lubricant oil Vis-NIR spectra obtained using a XDS RapidLiquid Analyzer and 8 mm disposable vials. For display reasons a spectra offset was applied.



**Figure 3.** Correlation diagram for the prediction of the acid number (AN) in lubricants using a XDS RapidLiquid Analyzer. The AN lab value was evaluated using titration.

**Table 2.** Figures of merit for the prediction of the acid number in lubricants using a XDS RapidLiquid Analyzer.

| Figures of merit                   | Value          |
|------------------------------------|----------------|
| $R^2$                              | 0.898          |
| Standard error of calibration      | 0.422 mg KOH/g |
| Standard error of cross-validation | 0.439 mg KOH/g |



**Figure 4.** Correlation diagram for the prediction of the viscosity of lubricants using a XDS RapidLiquid Analyzer. The viscosity lab value was evaluated using viscometry.

**Table 3.** Figures of merit for the prediction of the viscosity of lubricants using a XDS RapidLiquid Analyzer.

| Figures of merit                   | Value    |
|------------------------------------|----------|
| $R^2$                              | 0.987    |
| Standard error of calibration      | 1.77 cSt |
| Standard error of cross-validation | 1.84 cSt |



**Figure 5.** Correlation diagram for the prediction of the moisture content in lubricants using a XDS RapidLiquid Analyzer. The moisture content lab value was evaluated using Karl Fischer (KF) titration.

**Table 4.** Figures of merit for the prediction of the moisture content in lubricants using a XDS RapidLiquid Analyzer.

| Figures of merit                   | Value   |
|------------------------------------|---------|
| $R^2$                              | 0.907   |
| Standard error of calibration      | 0.0059% |
| Standard error of cross-validation | 0.0062% |



**Figure 6.** Correlation diagram for the prediction of the color number in lubricants using a XDS RapidLiquid Analyzer. The hydroxyl number lab value was evaluated using photometry.

**Table 5.** Figures of merit for the prediction of the color number in lubricants using a XDS RapidLiquid Analyzer.

| Figures of merit                   | Value |
|------------------------------------|-------|
| $R^2$                              | 0.700 |
| Standard error of calibration      | 0.841 |
| Standard error of cross-validation | 0.916 |

## CONCLUSION

The following application note demonstrates the feasibility of NIR spectroscopy for the analysis of key quality parameters in lubricants. In comparison to wet chemical methods (Table

6), the time to result is a major advantage of NIR spectroscopy, since all parameters are determined in a **single measurement in less than a minute**.

**Table 6.** Time to result overview for the different quality control parameters.

| Parameter        | Method            | Time to result |
|------------------|-------------------|----------------|
| Acid number      | Titration         | ~5 min         |
| Viscosity        | Viscometry        | ~4 min         |
| Moisture content | KF Titration      | ~5 min         |
| Color number     | UV-Vis Photometer | ~1 min         |

## CONTACT

メトロームジャパン株式会社  
143-0006 東京都大田区平  
和島6-1-1  
null 東京流通センター アネ  
ックス9階

[metrohm.jp@metrohm.jp](mailto:metrohm.jp@metrohm.jp)



### NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

あらゆる種類の液体および懸濁液の迅速で正確な分析。

NIRS XDS RapidLiquid Analyzerは、液体製剤および物質の迅速で正確な分析を可能にします。ボタンを押すだけで正確な測定結果が得られるため、NIRS XDS RapidLiquid Analyzerはラボおよびプロセスにおける品質管理のための信頼性が高くシンプルなソリューションです。サンプルは、再使用可能な石英製キュベットまたは使い捨てガラス製バイアルに置かれます。温度調整されたサンプルコンパートメントは、再現性のある分析条件、およびそれによる正確な測定結果を保証します。



## Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - 汎用性に優れた分光法ソフトウェア。

Vision Air Complete は、規制環境下での使用のための、操作の容易な最新のソフトウェアソリューションです。

Vision Air の利点の概要:

- 調整済みのユーザーインターフェースを伴う個別のソフトウェアアプリケーションにより、直観的かつ容易な操作が保証されます。
- 作業手順の容易な作成およびメンテナンス
- 安全かつ容易なデータ管理のための SQL データベース

バージョン Vision Air Complete (66072208) には、可視近赤外分光法を用いた品質管理のための全てのアプリケーションが含まれています:

- 装置管理およびデータ管理のためのアプリケーション
- メソッド開発のためのアプリケーション
- ルーチン分析のためのアプリケーション

その他の Vision Air Complete ソリューション:

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