

Applicazioni OUT OF LAB FT-IR per la caratterizzazione dei materiali e delle impurezze

Paolo Scardina
Agilent Technologies

Paolo.scardina@agilent.com

Serena Santacesaria
SRA Instruments SpA

santacesaria@srainstruments.com

Performance comparabili ai sistemi da banco

Batteria integrata (per i modelli portatili)

Dimensione compatta

Robustezza

Trasferimento dei dati e connessione senza fili



FT-IR portatili una rivoluzione nell'ambito dell'analisi OUT OF LAB



4500



4300 Topscan



4100
Exoscan



4200
FlexScan



Agilent Technologies

4300 TOPSCAN - per analisi OUT OF LAB

Robusto

Sensibile

Flessibile



4300 TOPSCAN - per analisi OUT OF LAB

- Incorpora Tecnologie innovative specificamente disegnato per l'uso in applicazioni portatili
- Localizzatore segnale radio GPS per la codifica posizioni del campione
- Batterie sostituibili a caldo per uso prolungato senza interruzioni
- Touch Screen



4300 TOPSCAN

Flessibilità di campionamento



Agilent Technologies

4300 TOPSCAN Flessibilità di campionamento



RFID:

- Cambio rapido delle interfacce
- Chip di indentificazione dell'accessorio
- Gain autosestati per interfaccia
- Consente all'utente di bloccare i metodi secondo l'interfaccia di campionamento

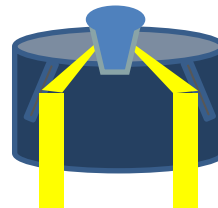
Interfacce disponibili:

- Riflettanza diffusa
- Riflettanza esterna
- ATR Diamante
- ATR Germanio
- Grazing Angle

FT-IR Portatili – Teste di Campionamento

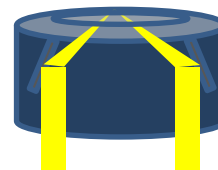
ATR

Solidi e liquidi
Identificazione
Diamante e Germanio



Riflettanza speculare(45°)

Ossidi e analisi superficiali
Ossidazione della superficie
Spessore del coating e analisi chimica



Grazing Angle (~82°)

Superfici lisce
Coating sottili
Contaminanti in tracce

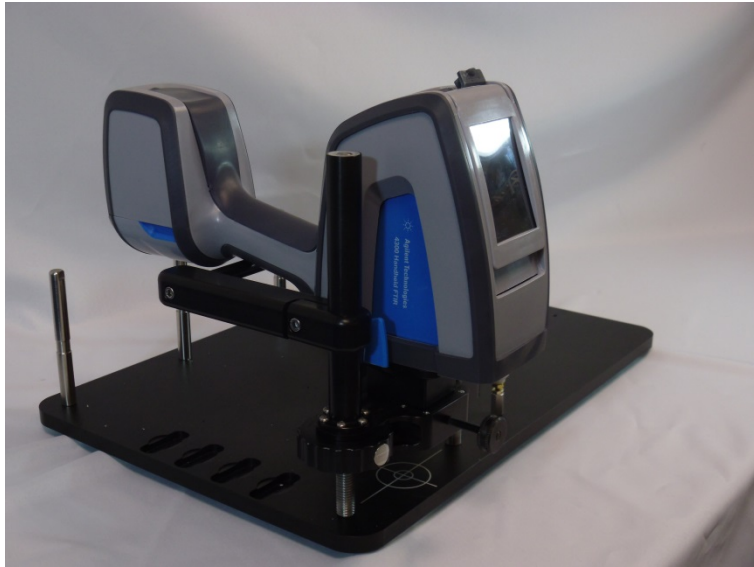


Riflettanza diffusa

Campioni poco riflettenti (ruvidi)

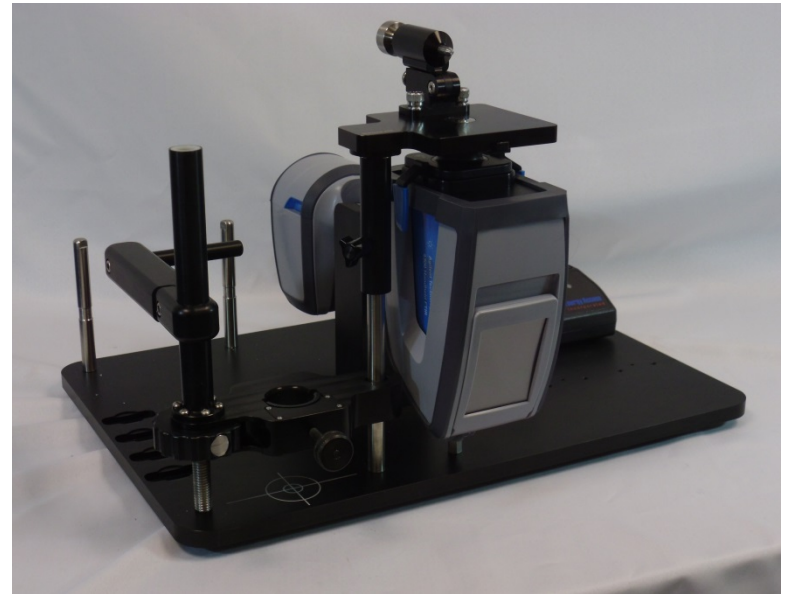


4300 TOPSCAN Flessibilità di campionamento: docking station

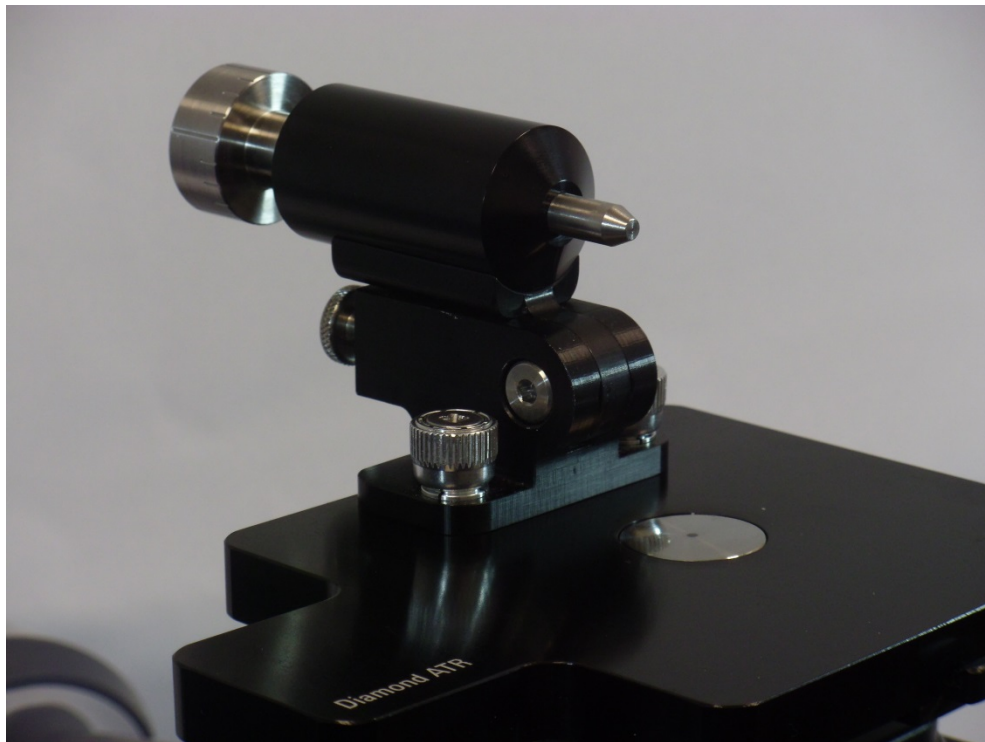


Posizione upward
Con stage per Riflettanza
speculare, Grazing Angle, D-
ATR e Ge-ATR

Posizione downward
Riflettanza diffusa per polveri,
e campioni complessi



4300 TOPSCAN Flessibilità di campionamento



ATR Diamante e Ge con
pressa dinamomentrica con
inclinazione all'indietro.
I dispositivi di pressione sono
calibrati per il tipo di ATR.

FT-IR Portatili



- 3 Kg
- 18x12 x 23 cm
- Ottica e elettronica integrate
- Palmare
- PC opzionale
- Accessori intercambiabili



- 2 Kg
- Ottica ed elettronica separate
- Palmare
- Accessori dedicati

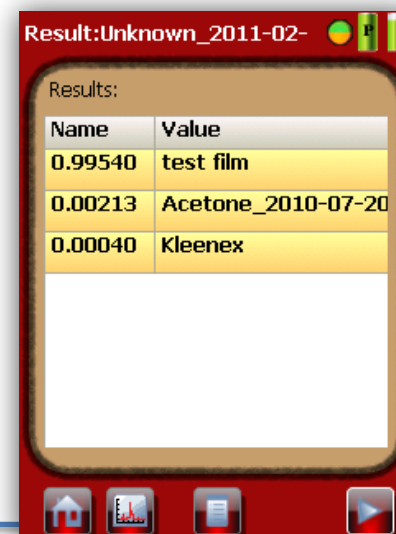
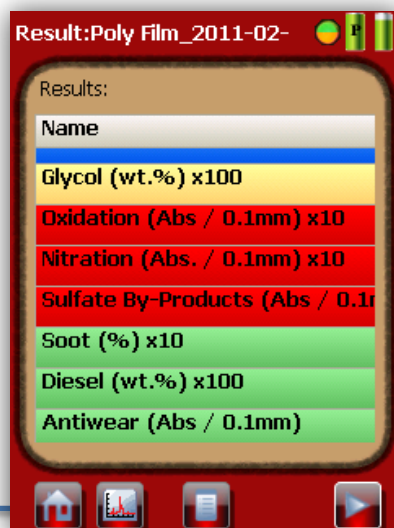
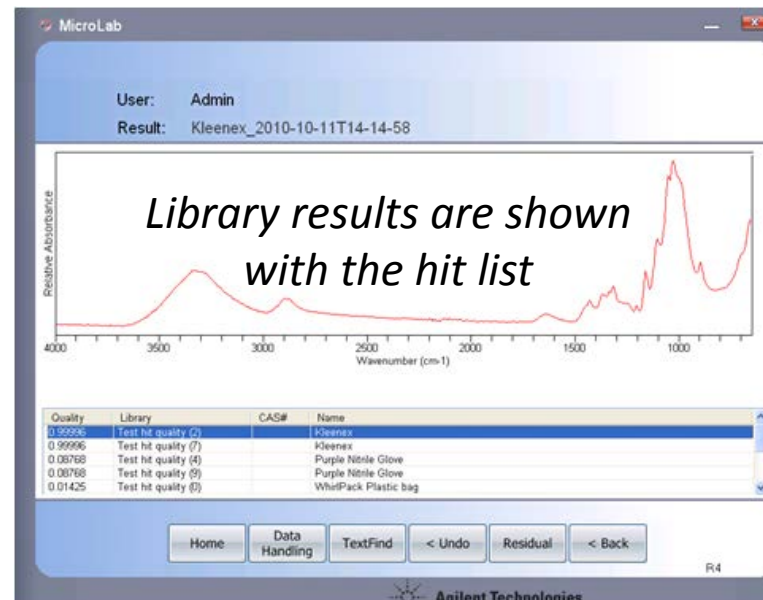
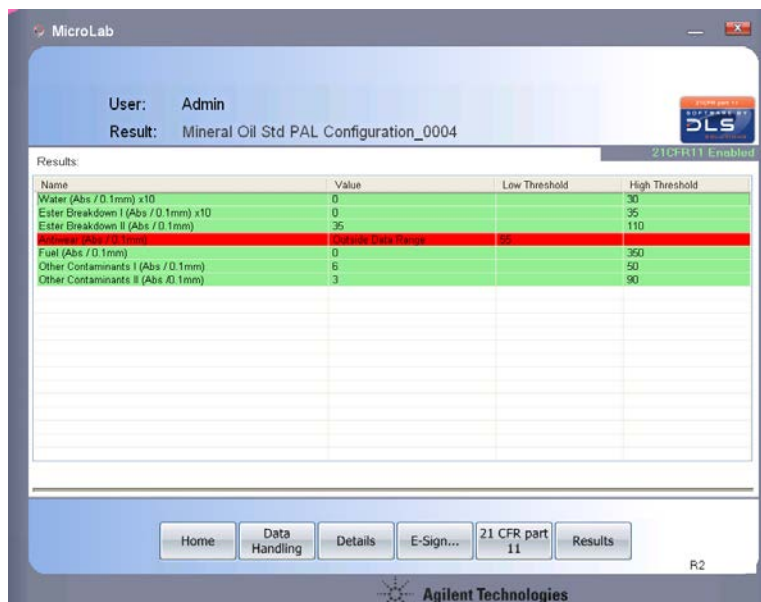


Docking Station

- Strumento da campo e da laboratorio:
- Docking Station
 - Si trasforma in uno strumento da banco!!
 - Può essere connesso ad un PC
 - Monta gli accessori intercambiabili con pressa come uno strumento da banco!



Possibilità di gestione da PC e da Palmare



Applicazioni

- **Materiali**
 - **Coatings**
 - Identificazione dei coatings
 - Pulizia delle superfici
 - Usura dei coatings
 - **Compositi**
 - Danneggiamento termico
 - Danneggiamento UV
 - Grado di Polimerizzazione
 - **Polymers**
 - Resistenza termica e UV
 - Identificazione
- **Energetica**
 - Eolica
 - » Danneggiamento termico, UV e grado di polimerizzazione delle pale eoliche
 - Solare
 - » danneggiamento UV
- **Geology**
 - Mineralogia
 - Scienze della Terra



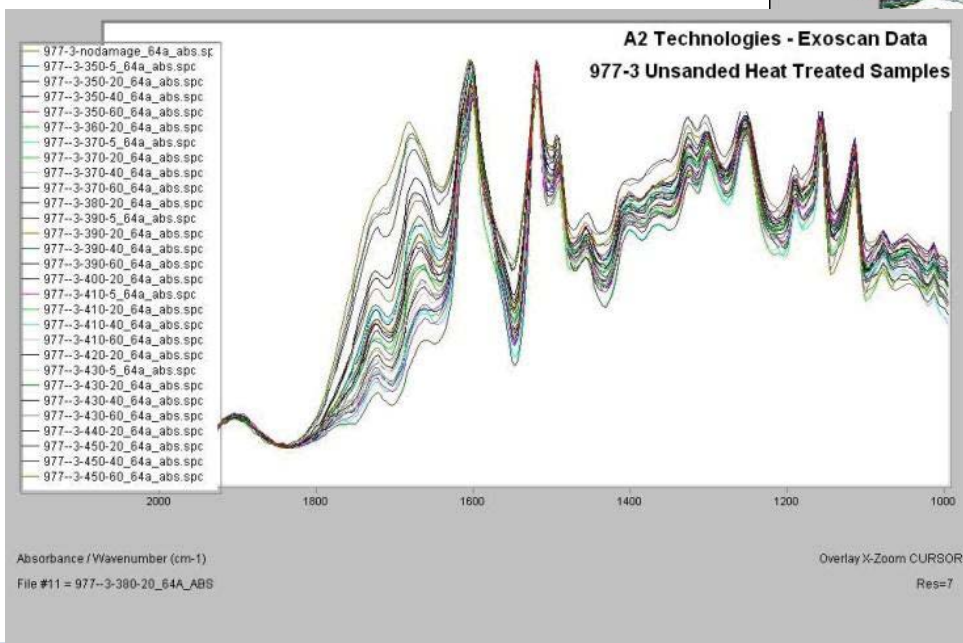
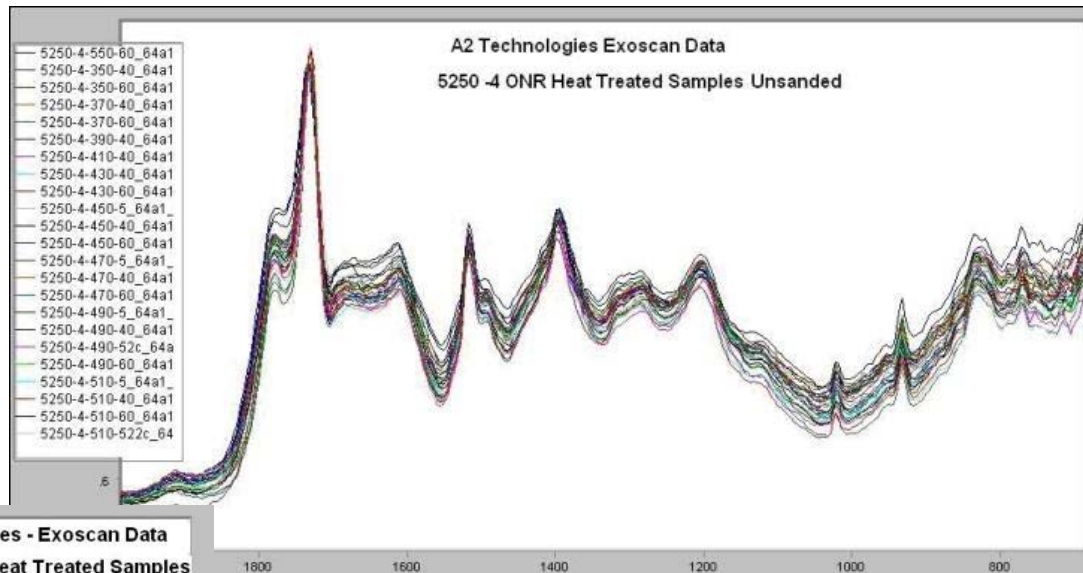
Danneggiamento termico di una resina epossidica

- Il calore e le radiazioni UV danneggiano i primer di resina epossidica
- Per questo motivo va periodicamente ripristinata
- L'FT-IR portatile è una tecnica per monitorare lo stato di una resina epossidica



Danneggiamento termico di una resina epossidica

- Sono visualizzati gli spettri di danneggiamento termico di diverse tipologie di coating epossidici



n-1)

Overlay Y-Zoom CURSOR

Res=7

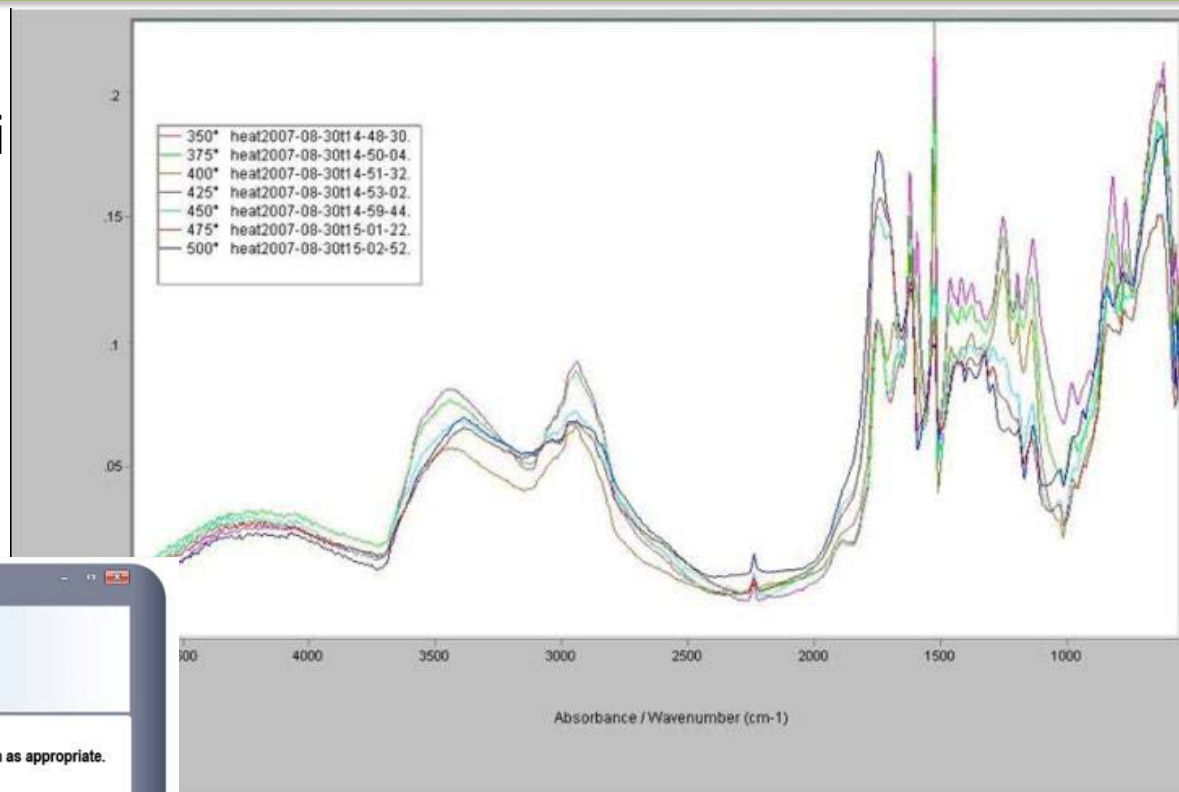
64 scans, 25 seconds



Agilent Technologies

Danneggiamento termico di una resina epossidica

E' stata eseguita una calibrazione con materiali sottoposti a degradazioni a temperature crescenti ed è stata eseguita una opportuna calibrazione con algoritmo chemiometrico PLS



Exoscan - Method: Default

FT-IR Mobility Series

User: robert
Method: Default

Recommendation:
One or more parameters are at the limits of the acceptable ranges. Take corrective action as appropriate.

Results:

Name	Value	Low Limit	High Limit
Temperature (degrees F)	426		475

Checked methods will be available for all users to activate.

Home New Edit Delete Print

Agilent Technologies

Lo strumento diventa così in grado di calcolare autonomamente la temperatura di degradazione subita dal campione

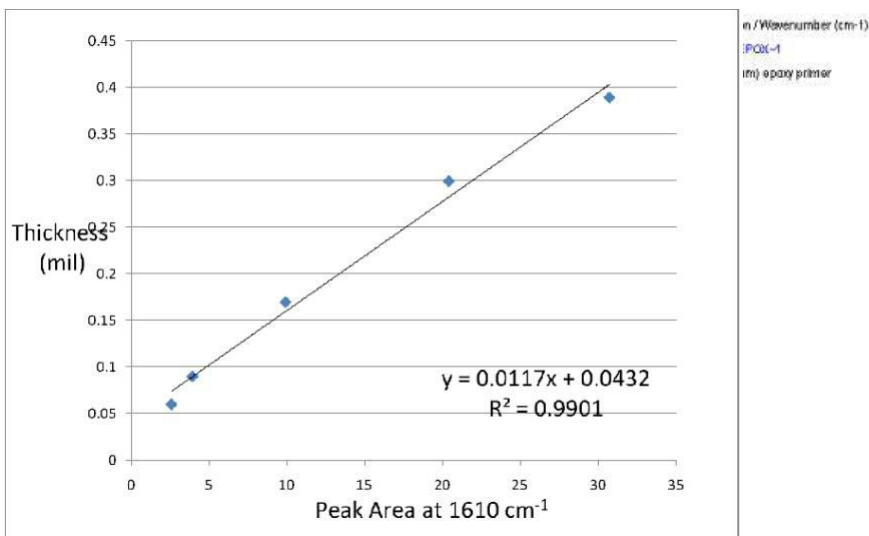
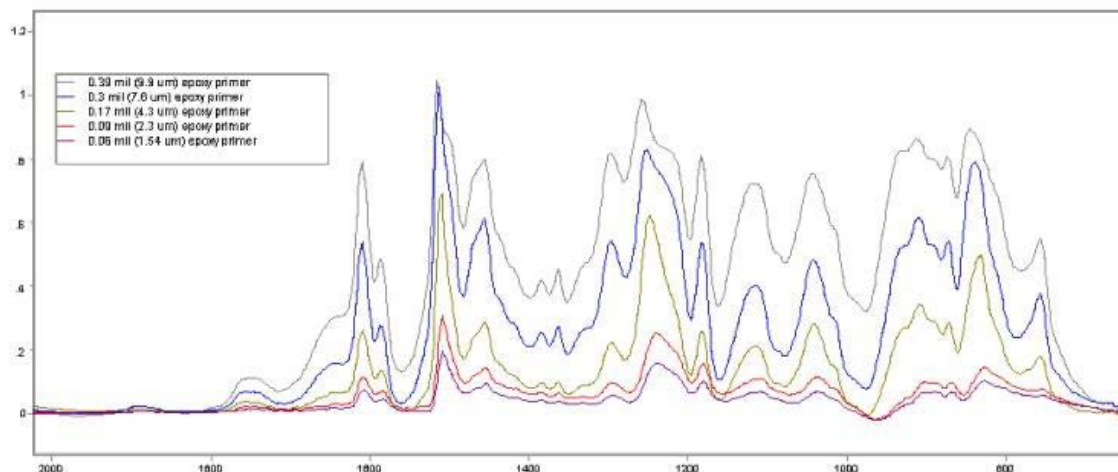
Spessore di Primer Epossidici su alluminio

- Misura in riflettanza speculare
- Il sistema 4100 Exoscan dà la possibilità di effettuare misure direttamente su campioni di grandi dimensioni



Spessore di Primer Epossidici su alluminio

- Viene determinata l'area del picco a 1610 cm⁻¹
- In questo modo è possibile determinare immediatamente lo spessore



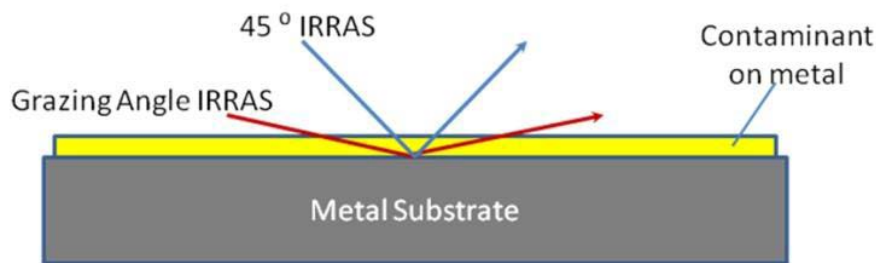
Il sistema 4100 Exoscan
è largamente usato
nell'industria
aerospaziale (Boeing –
Airbus)

Utilità della misura

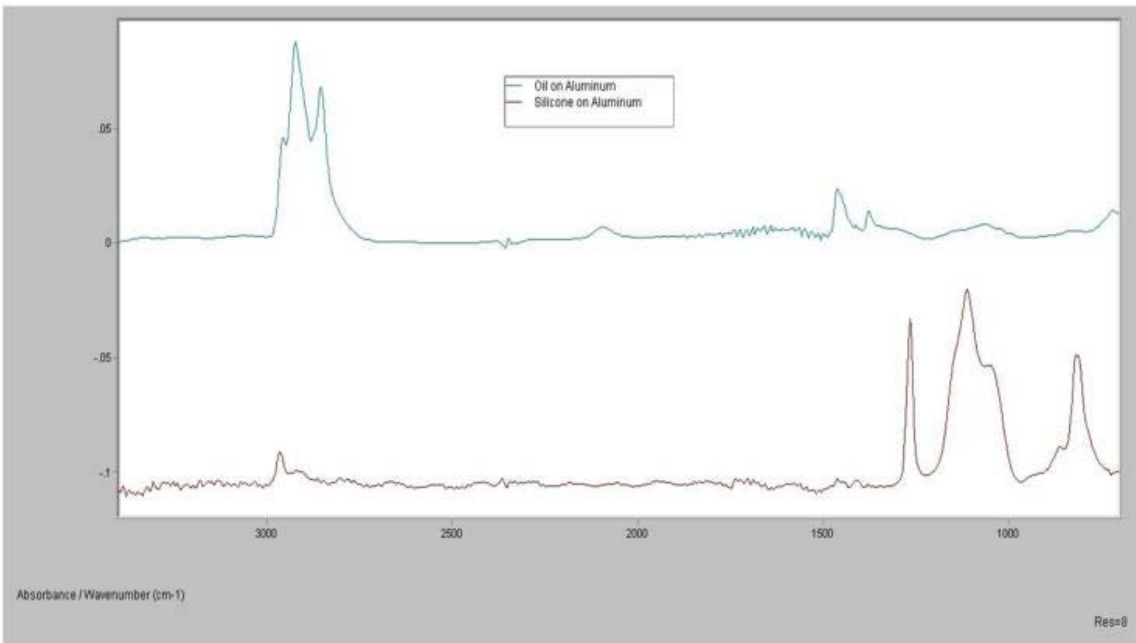
Nei materiali metallici utilizzati in applicazioni tecnologiche piccole tracce di contaminanti possono compromettere le fasi successive di produzione (trattamenti superficiali, verniciature, coatings, ecc...)

Vantaggio di un FT-IR handheld

- Il sistema di campionamento Grazing Angle permette di rilevare anche piccole tracce di contaminazioni superficiali
- E' possibile in pochi minuti effettuare misure su grandi superfici



Determinazione della pulizia di una superficie



Spettri di contaminazioni di idrocarburi e di silicone

- E' possibile predire tipologie e entità della contaminazione



Screening rapido della presenza di Ftalati sui giocattoli

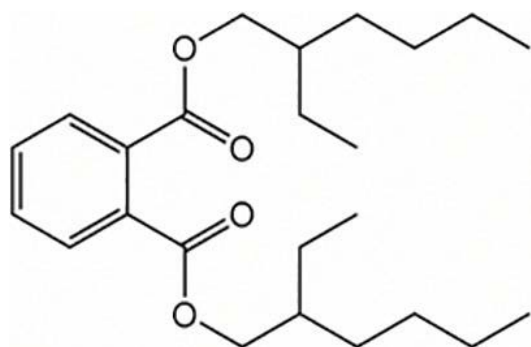


Alcuni composti polimerici contengono alte percentuali di ftalati (anche 25-30%) , utilizzati come additivi per migliorarne le proprietà meccaniche

La sezione 108 del Consumer Product Safety Improvement Act (CPSIA) ne proibisce l'utilizzo nei giocattoli e nei prodotti destinati ai bambini, ponendo un limite massimo dello 0,1%

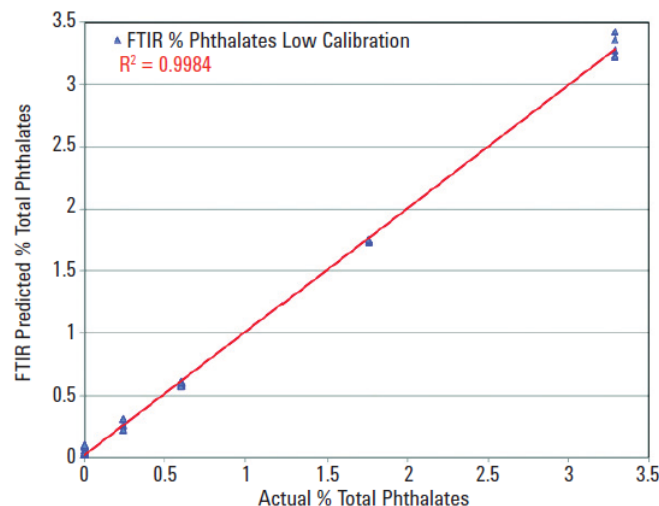
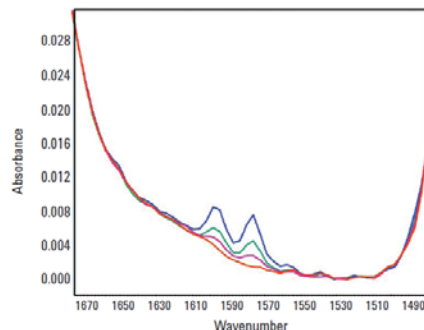
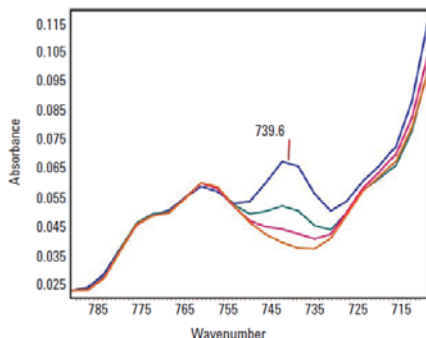
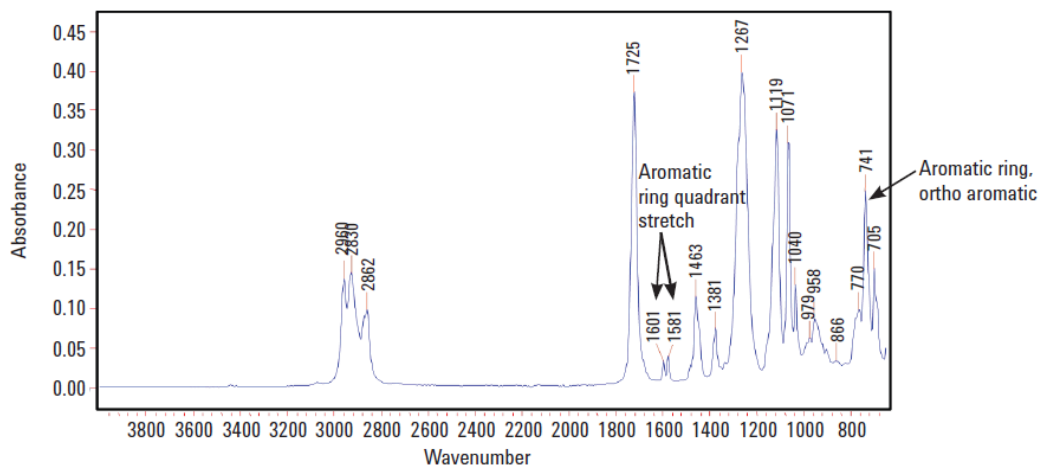
I metodi ufficiali di quantificazione prevedono l'utilizzo di GC-MS dopo una lunga procedura di estrazione

Un Sistema FT-IR Handheld è in grado di garantire un accurato pre-screening in pochi secondi



Screening rapido della presenza di Ftalati sui giocattoli

- L'analisi si basa sulle bande a 739, 1570 e 1610 cm^{-1}
- Una calibrazione PLS è in grado di restituire l'esatta quantità di ftalati nel composto



ANALISI FT-IR MOBILE DI UNO PNEUMATICO



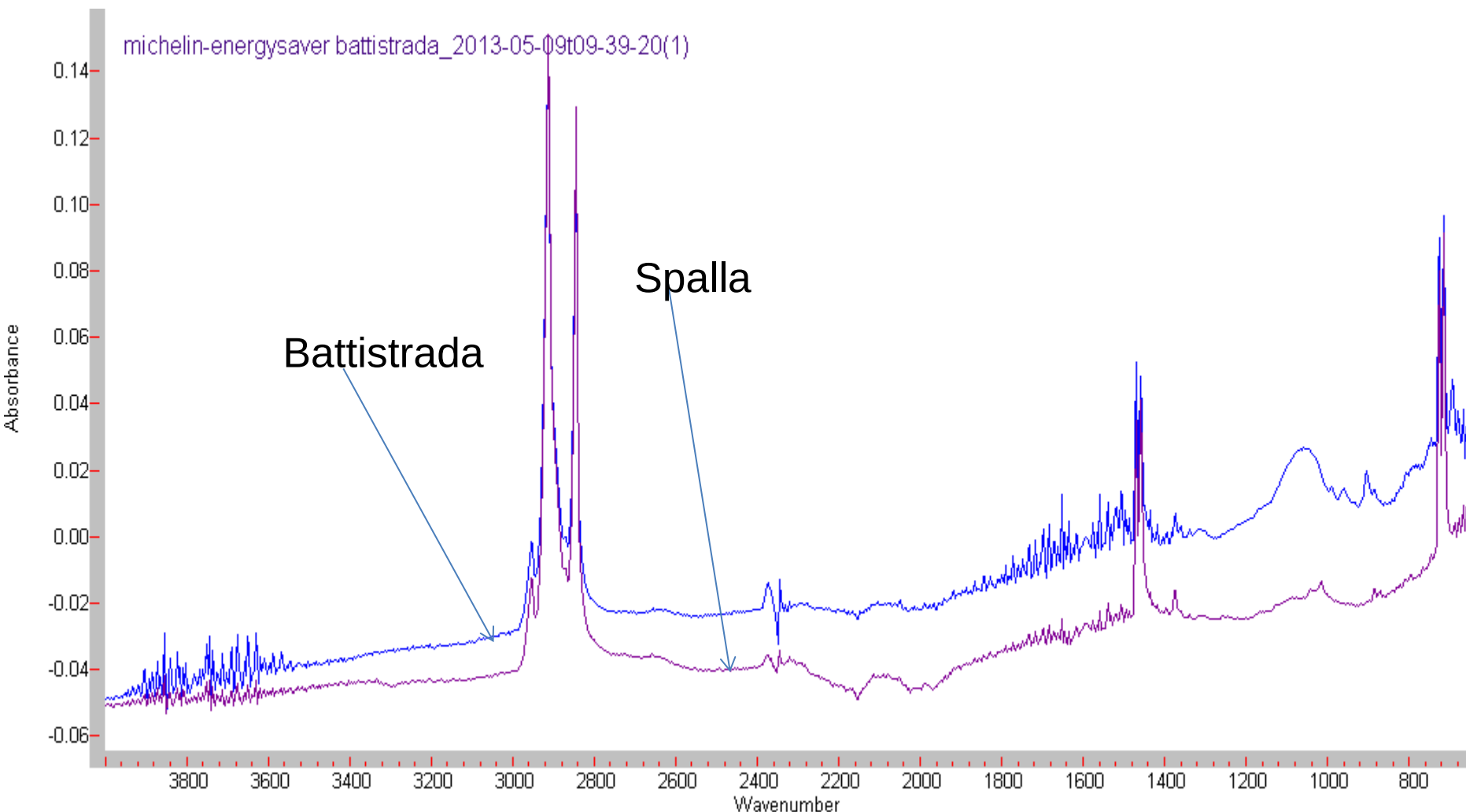
Exoscan con
ATR in
Germanio

Il 4100 Exoscan dà la possibilità di effettuare
un'analisi non distruttiva di uno pneumatico, senza
necessità di campionamento



Agilent Technologies

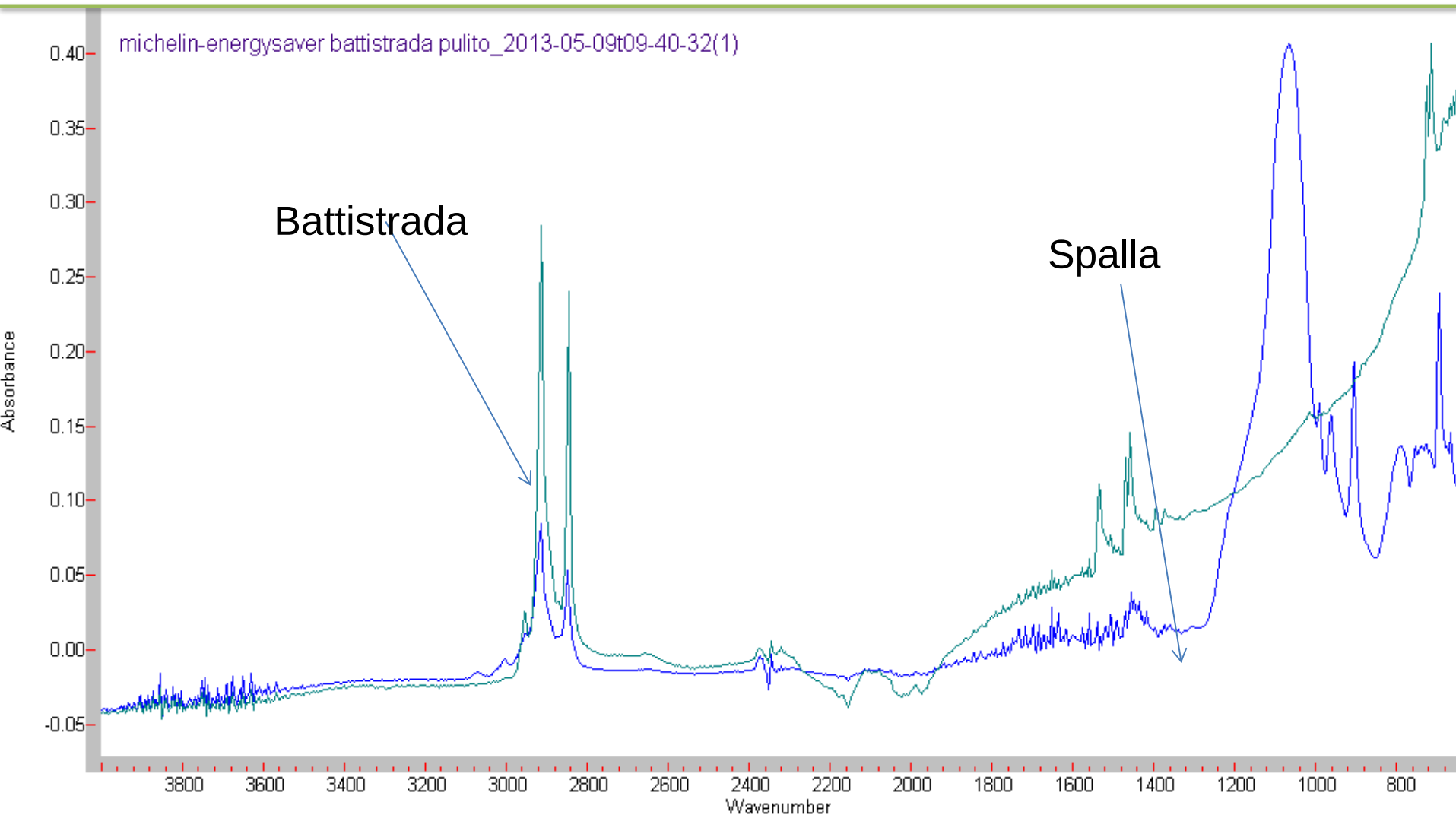
SPALLA E BATTISTRADA PNEUMATICO



Apparentemente si vedono poche differenze

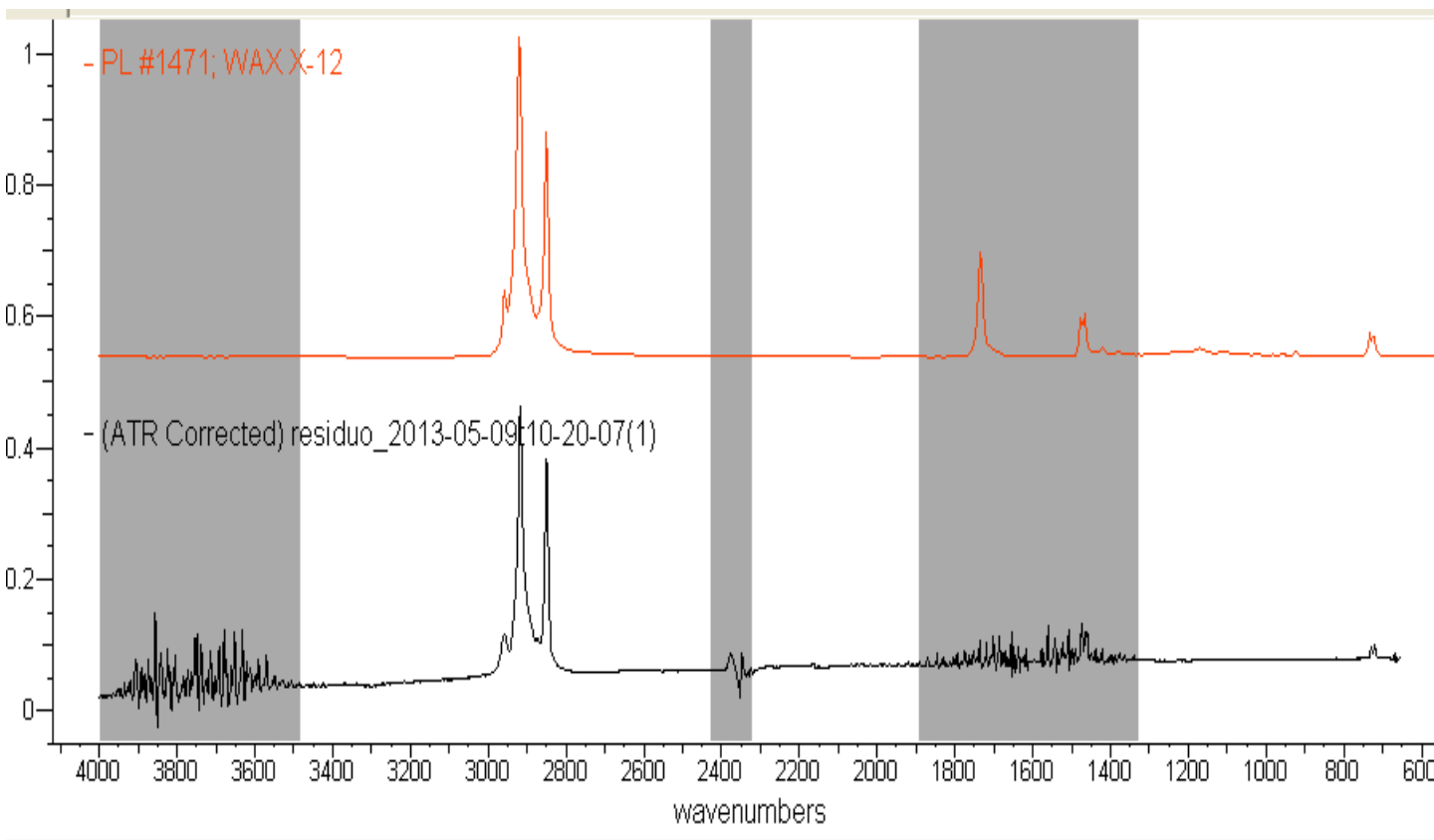


SPALLA E BATTISTRADA PNEUMATICO PULITO



Pulendo con acetone viene rimosso lo strato di protezione ed emergono le differenze

IDENTIFICAZIONE DEL COMPOSTO PROTETTIVO USATO

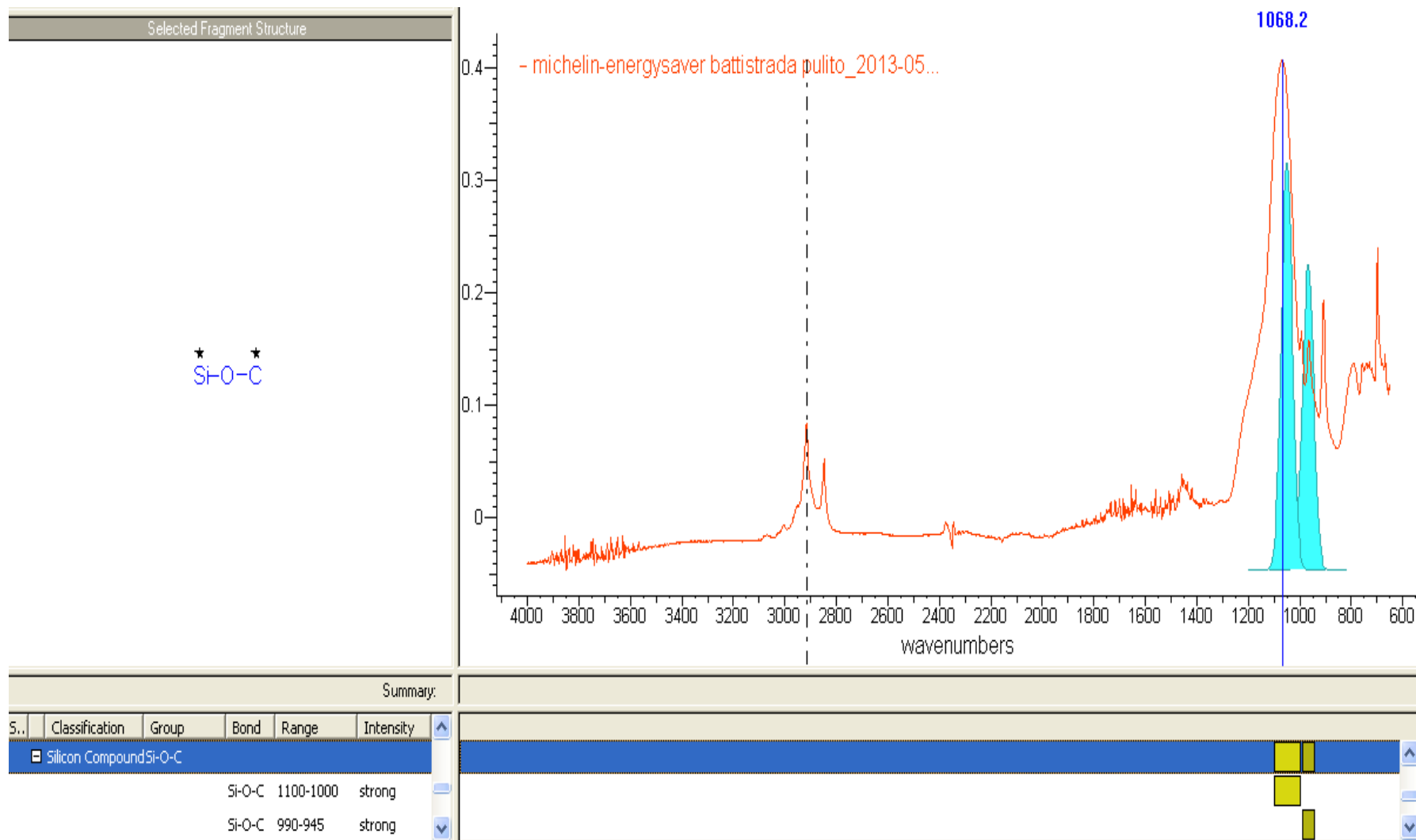


All Properties	Preferred Properties	Substructs
Name	Value	
Name	WAX X-12	
Source of Samp	WERNER G. SMITH, INC., CLEVELAND, OHIO	
Technique	MELT	
Melting Point	46-52C	
Saponification N	124-135	
Comments	Chemical Description= MIXTURE OF STRAIGHT CHAIN FATTY ESTERS	
Use	MODIFIER AND LUBRICANT FOR VINYLs, ALKYDS AND ACRYLICS FDA-APPROVED SLIP AGENT FOR USE IN FOOD PACKAGING, PLASTICS, DEFOAMERS AND ADHESIVES	
Classification	Polymer Additives= PROCESSING AID	

HQI	Tag	DB	ID	Name	Spectrum	<auto> (IR/ATR-IR)	Name
2	878.05	PL	1471	WAX X-12			WAX X-12

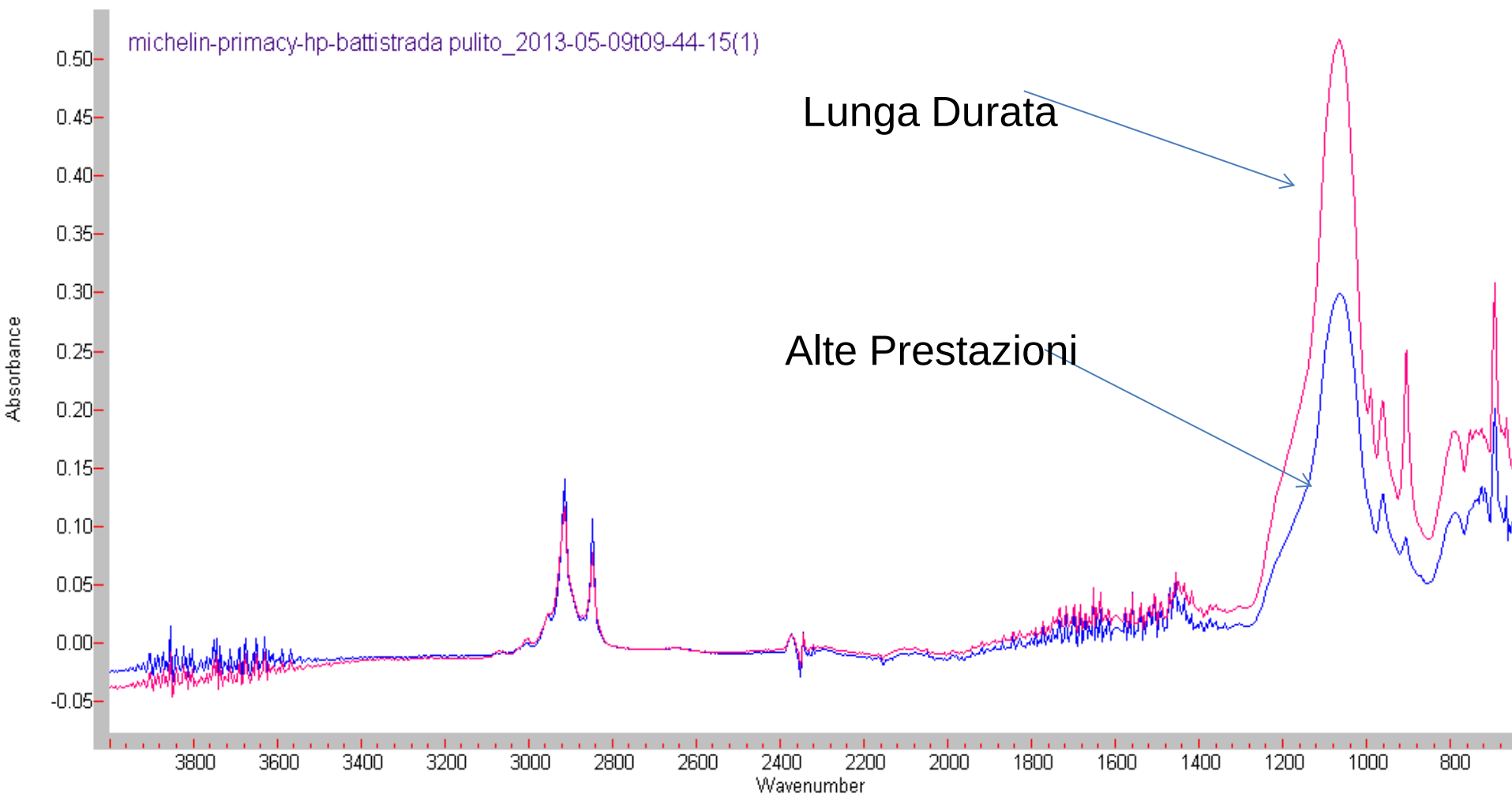
Dallo spettro del residuo rimasto sul cristallo ATR viene identificata una cera

SPALLA E BATTISTRADA PNEUMATICO PULITO



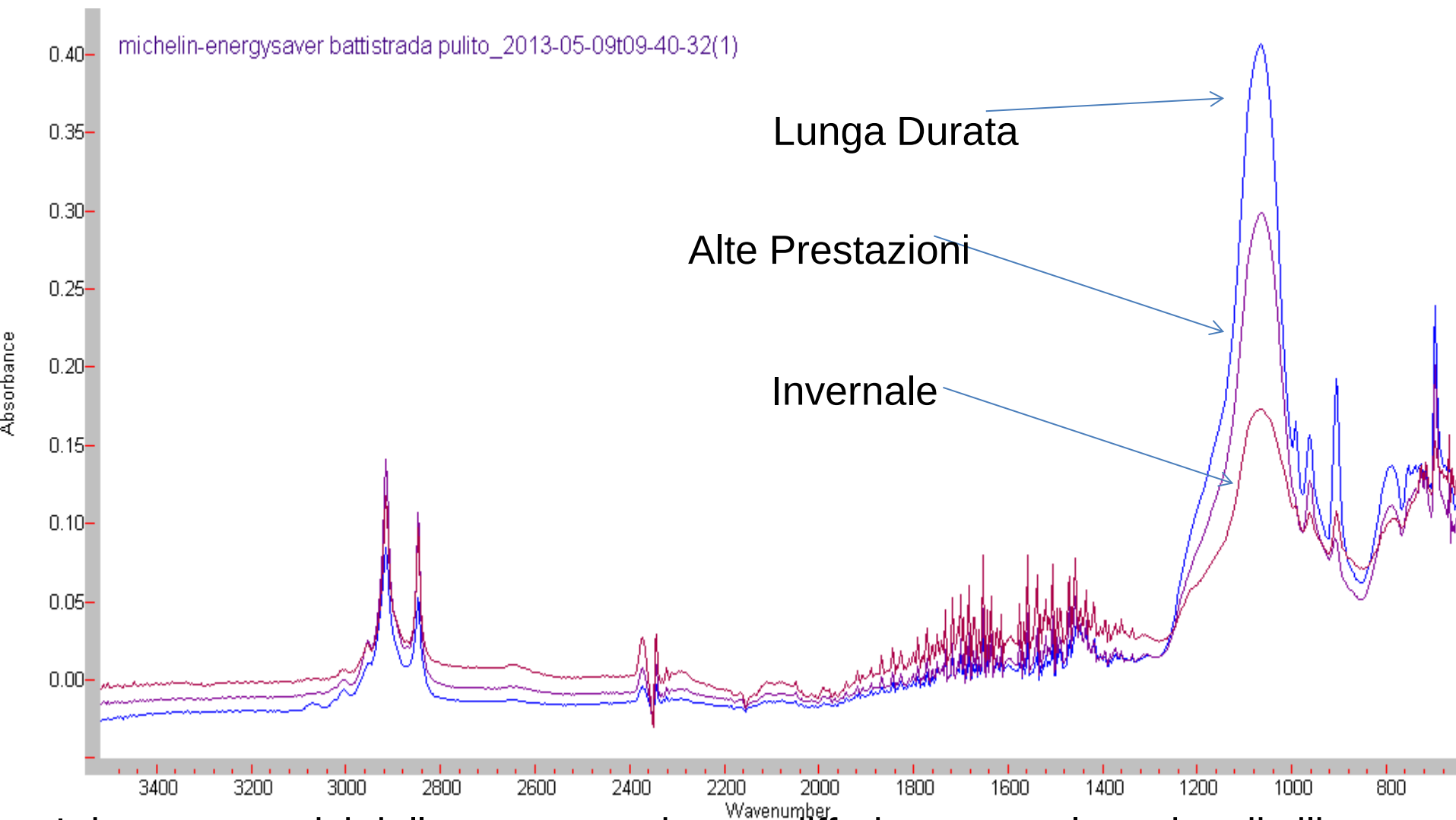
Si evidenzia la carica di silice presente solo nel battistrada

BATTISTRADA PNEUMATICI LUNGA DURATA – ALTE PRESTAZIONI



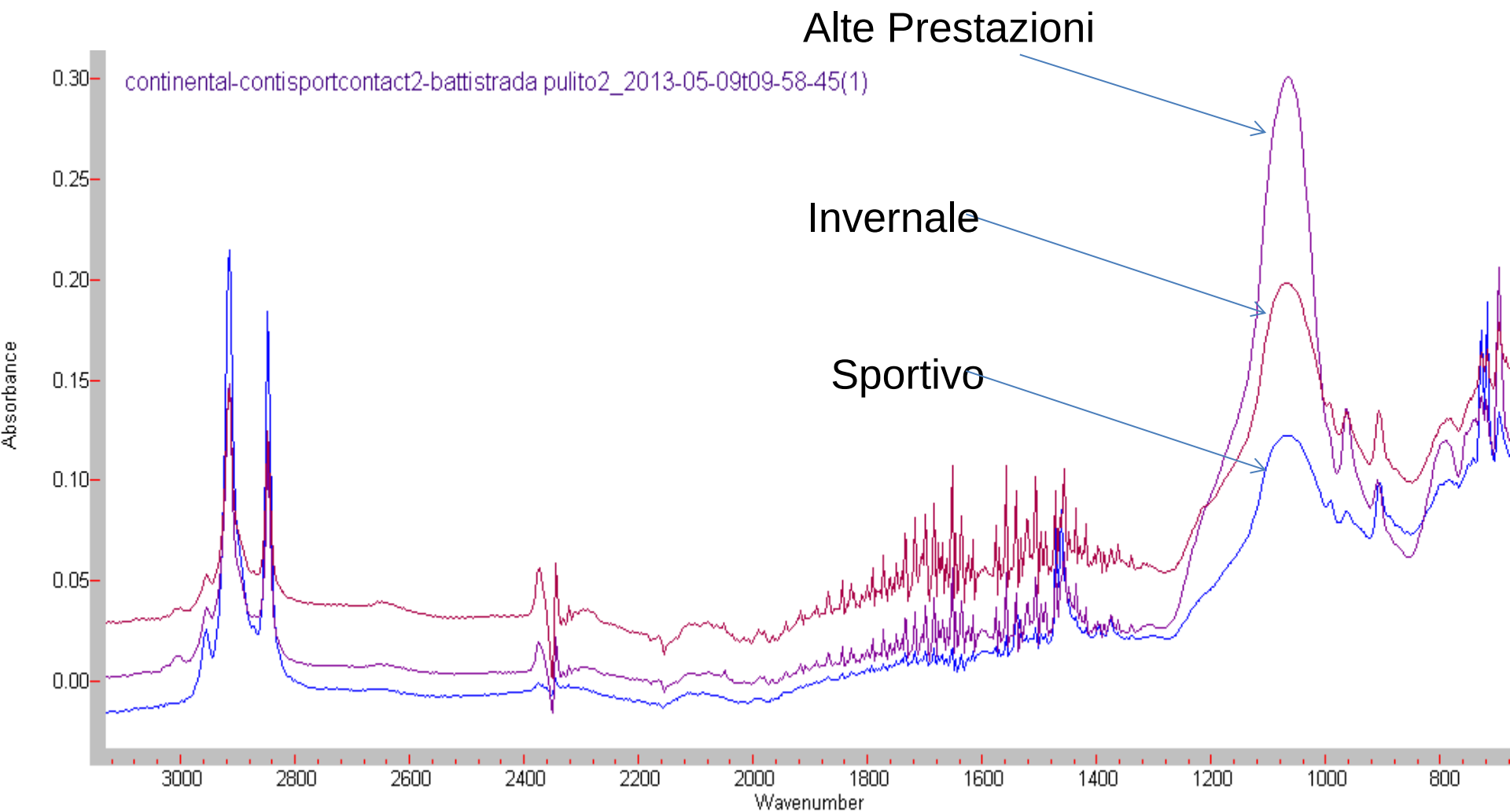
I due pneumatici dello stesso produttore differiscono per la carica di silice

BATTISTRADA PNEUMATICI CONFRONTO ESTIVO - INVERNALE



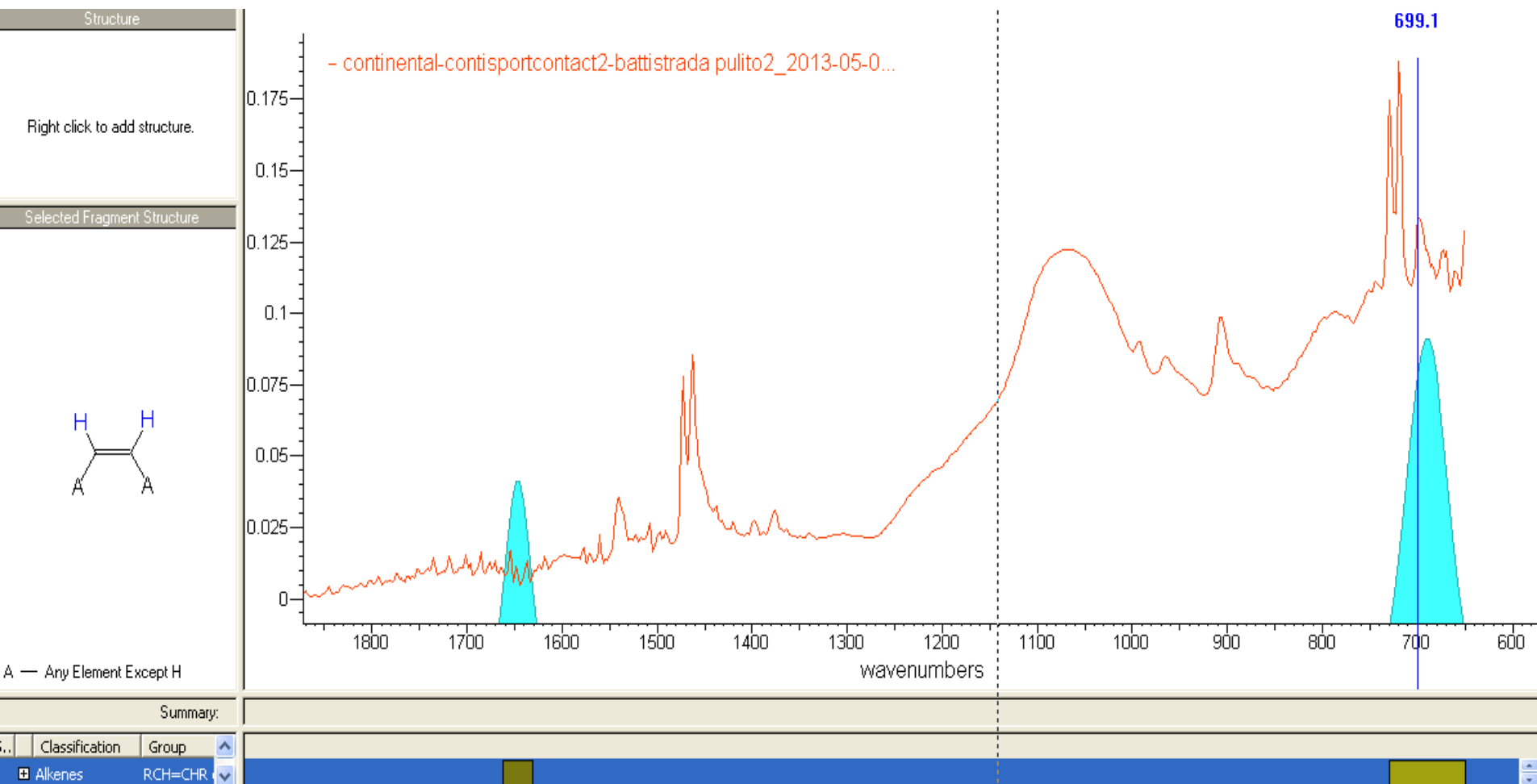
I due pneumatici dello stesso produttore differiscono per la carica di silice

BATTISTRADA PNEUMATICI CONFRONTO CON PNEUMATICO SPORTIVO



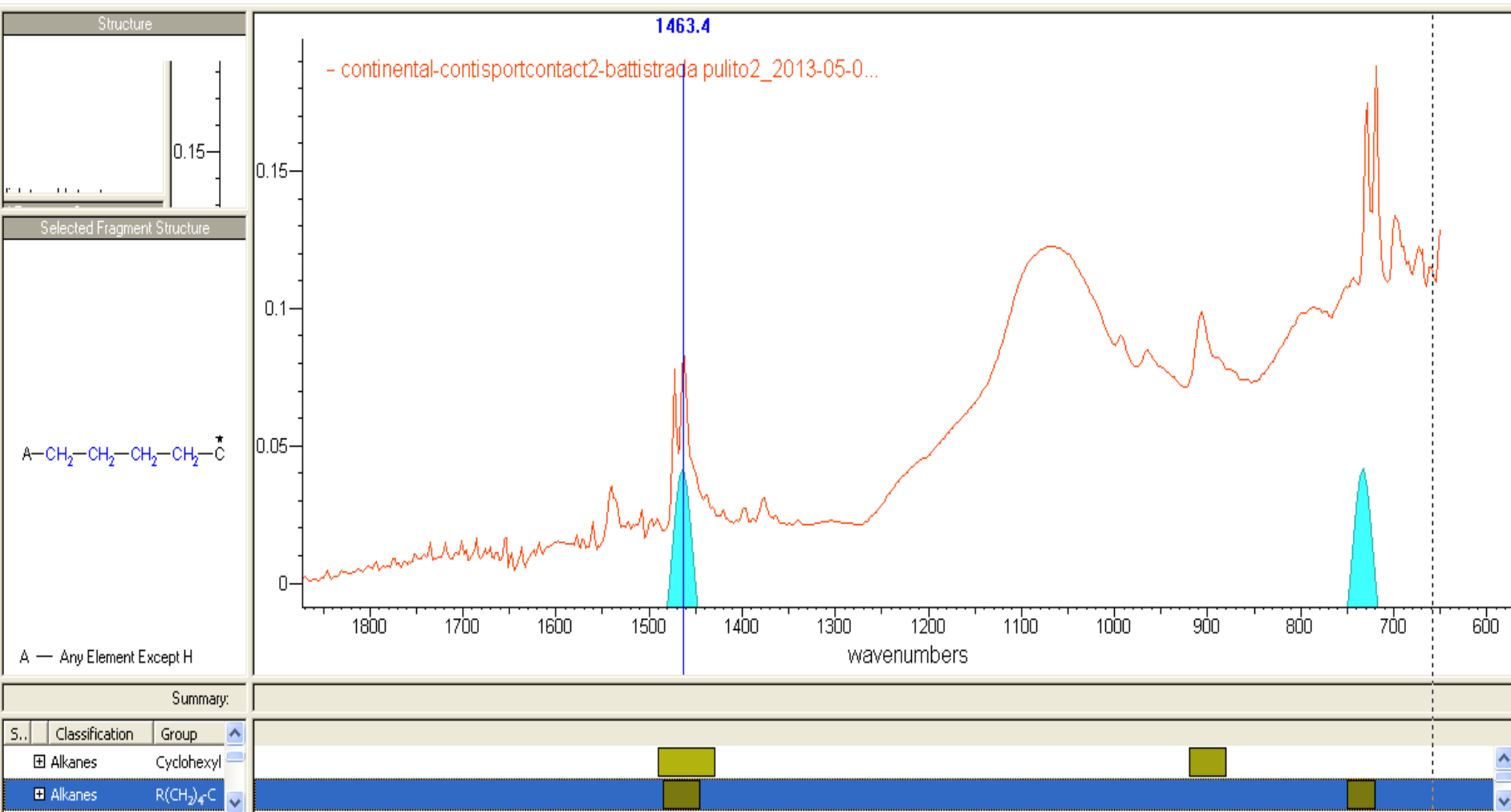
Il pneumatico sportivo ha una carica di silice inferiore al pneumatico invernale

Studio dello spettro IR di un Pneumatico – Altre Bande significative



Alcheni (solitamente stirene butadiene)

Studio dello spettro IR di un Pneumatico – Altre Bande significative



Catene Alchiliche

Degradazione UV di un polimero

Utilità della misura

La radiazione UV è la principale fonte di degradazione di un polimero e a sua volta rappresenta la principale causa di danneggiamento di un pannello fotovoltaico

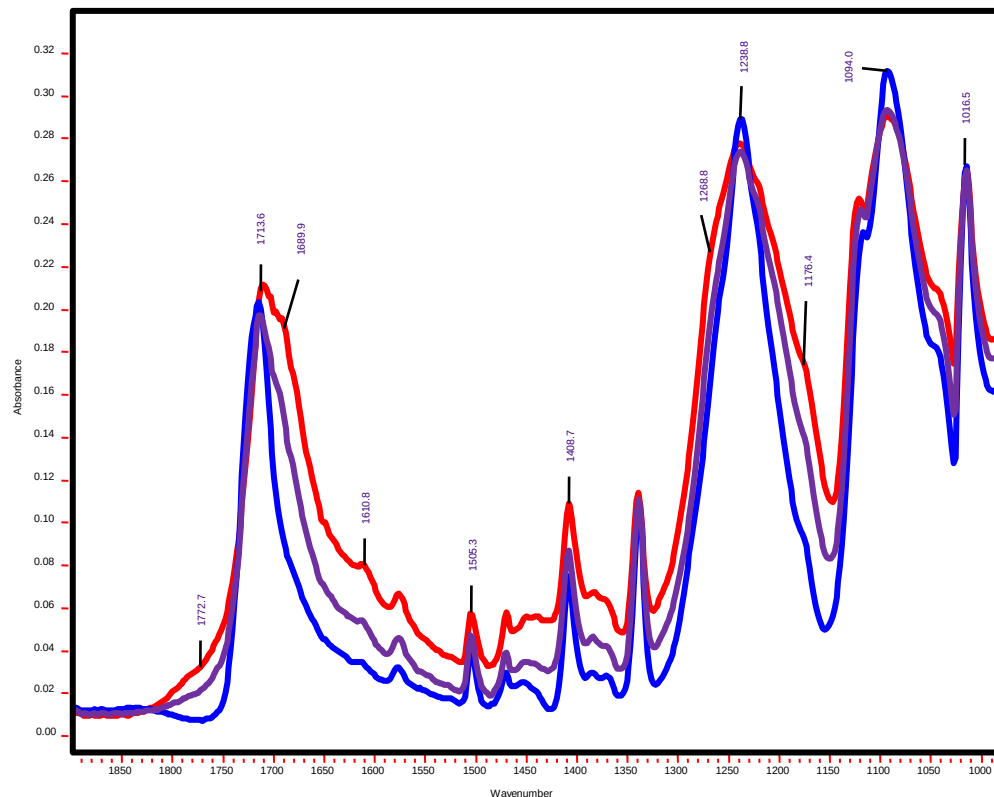
Vantaggio di un FT-IR handheld

- Misura in campo
- Identificazione precoce del danno
- Possibilità di effettuare la misura su vari punti del pannello fotovoltaico

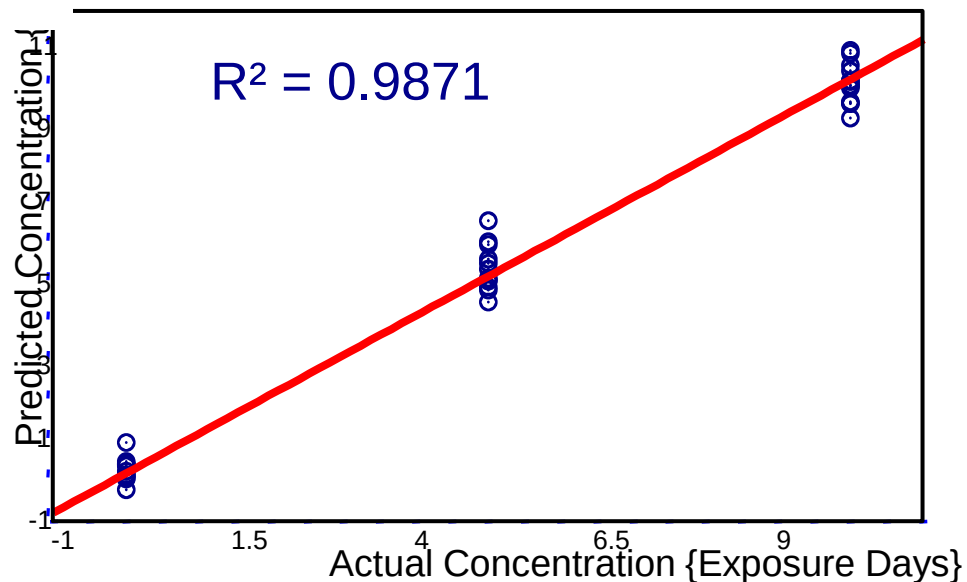


Danneggiamento UV del PET

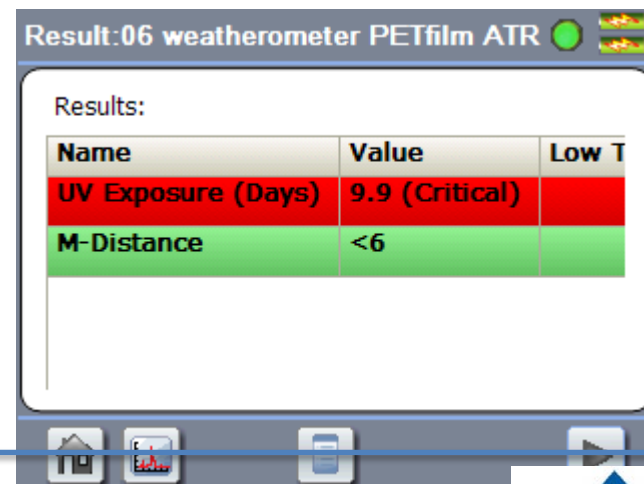
- Compositi a base PET
 - Esposizione costante agli UV
 - Misurato da 0 - 5 - 10 giorni
- Cambiamenti osservati
 - Acidi carbossilici a 1772 cm^{-1}
 - Acido Benzoico a 1690 cm^{-1}
- Normativa ISO 10640



Danneggiamento UV del PET



- Calibrazione PLS sviluppata
- Predizione dell'esatto tempo di esposizione



Controllo qualità: Ovunque e quando serve con un FT-IRHandheld



**Elimina costi e tempo
di spostamento del
campione**

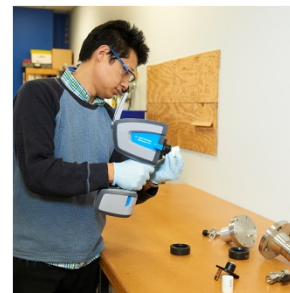


**Rapido screening e
selezione dei campioni**

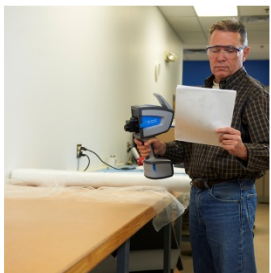
**Riduce il tempo di
attesa dei risultati**



**Garantisce un controllo
non distruttivo sui
prodotti finiti**



**Decisioni immediate
direttamente in
produzione**



Agilent Technologies