



## **Analisi di Polimeri e Plastiche**

- Controllo Qualità & Analisi dei difetti di produzione



Un controllo qualità affidabile è essenziale per ottenere prodotti plastici di alta qualità attraverso l'ottimizzazione dei costi di produzione. L'ALPHA II proposto da Bruker, fornisce una soluzione basata sulla spettroscopia FT-IR per efficaci controlli di qualità di routine per le merci in ingresso, per intermedi di produzione e per i prodotti finiti. La combinazione tra l'ALPHA II o la versatile piattaforma FT-IR INVENIO ed una termobilancia permette una caratterizzazione avanzata dei materiali come le transizioni termodinamiche, le reazioni chimiche o l'analisi della stabilità termica.

Nel caso di un qualsiasi difetto di prodotto, è richiesta un'efficace analisi del problema per comprenderne l'origine. Il microscopio FT-IR LUMOS II è un indispensabile strumento per l'analisi degli errori permettendo la determinazione della composizione chimica delle strutture più piccole.

### Puoi analizzare:

- Materie Prime
- Plastiche
- Additivi
- Riempitivi
- Gomme
- Fibre tessili
- Multistrato
- Pellet
- Monomeri
- Materiali compositi
- Elastomeri
- Fibre
- Film

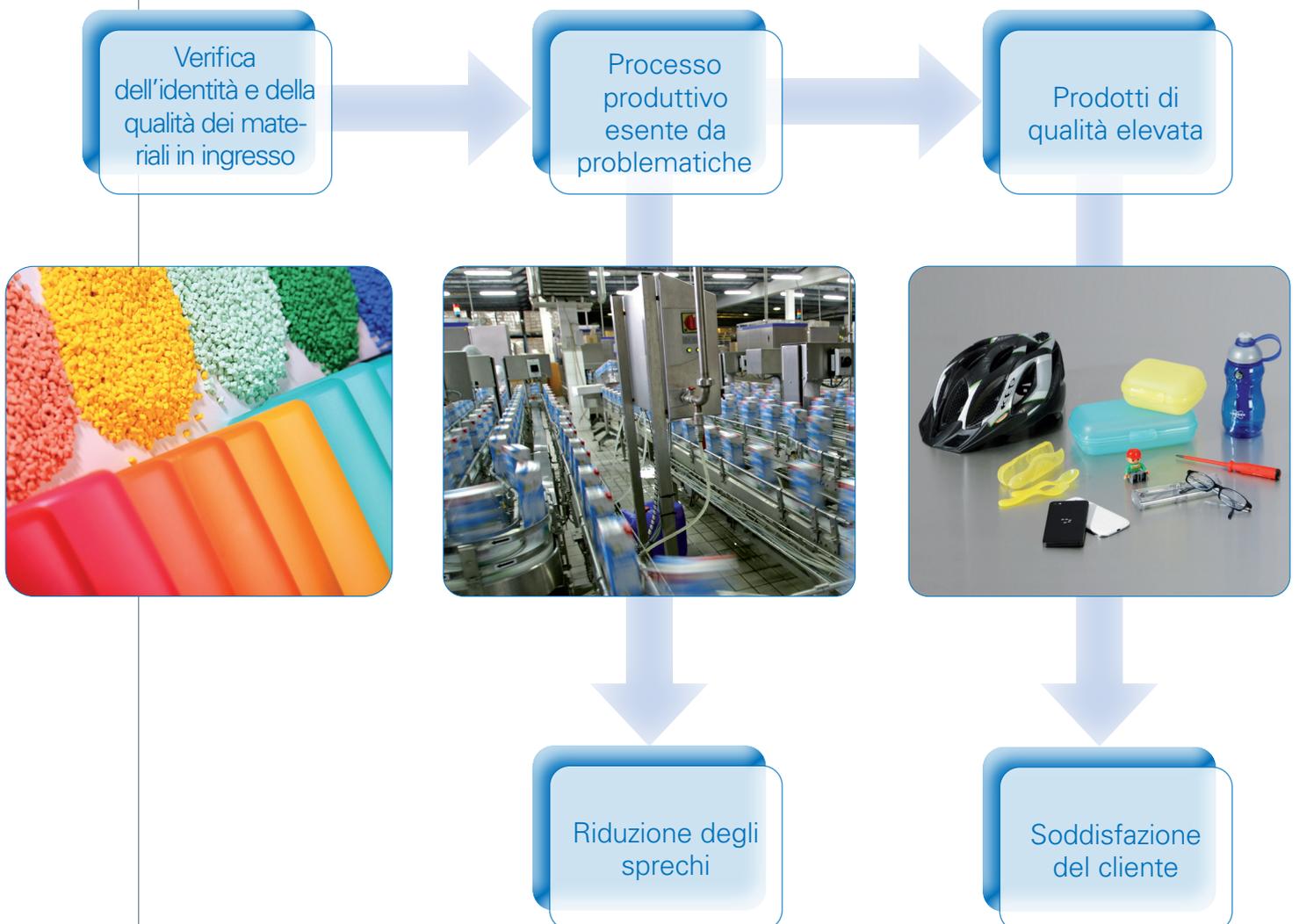
### Per conoscerne:

- Qualità
- Quantità
- Contaminazioni
- Cause di difetti
- Disidratazione
- Decomposizione
- Reazioni solido-gas
- Identificazione
- Composizione
- Particelle
- Inclusioni
- Emissione di gas
- Invecchiamento

# • Controllo qualità per l'efficienza dei costi

Le plastiche sono usate in un'infinità di prodotti come parti d'automobile, materiali da imballo, utilizzi domestici, apparecchiature elettriche o tessili. Molte delle plastiche attuali sono sistemi complessi multi componente prodotte da vari composti come differenti polimeri, riempitivi e additivi. La selezione sistematica e la miscelazione di questi costituenti in miscele appropriate generano materiali con proprietà ottimizzate.

Dato che un prodotto ad alta qualità a basso prezzo è un requisito basilare nell'industria moderna, un controllo qualità affidabile è indispensabile. Uno stadio determinante per un processo di produzione esente da problemi e senza sprechi è legato alla corretta identificazione delle materie prime in ingresso. Successivamente è necessario controllare la corretta composizione del prodotto plastico finale per garantire le appropriate caratteristiche del prodotto.



# ● Identificazione rapida e facile

## Impronta chimica del campione

Utilizzando lo spettrometro infrarosso a trasformata di Fourier (FT-IR) della Bruker ALPHA II (Fig. 1) è possibile verificare in meno di un minuto l'identità e la corretta composizione di qualsiasi prodotto plastico o materia prima.

Lo spettro IR di qualsiasi campione riflette la sua composizione molecolare - proprio come un'impronta digitale chimica (fig. 2). Sia le componenti chimiche organiche che inorganiche contribuiscono allo spettro. Il metodo IR quindi, è particolarmente adatto all'identificazione sia di composti puri che di materiali complessi. Inoltre è anche possibile la quantificazione di componenti singoli all'interno del materiale analizzato.

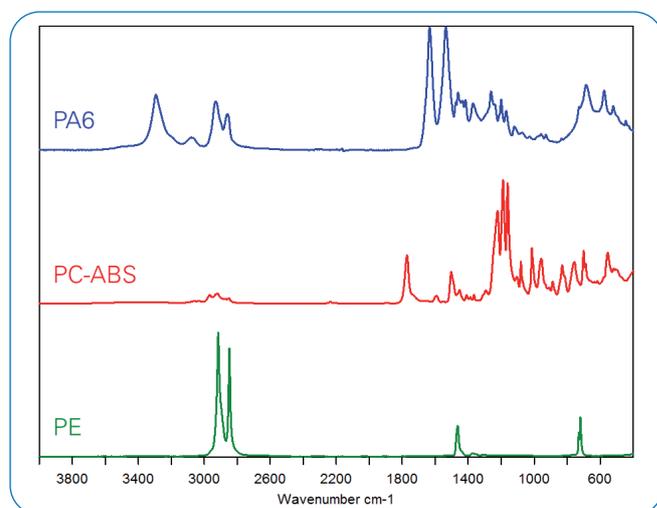


Fig. 2: Lo spettro IR è un'impronta digitale chimica che permette l'identificazione dei polimeri.

## Analisi semplice e veloce

L'interfaccia di misura di un ALPHA II è un cristallo ATR in diamante. La sua robustezza chimica e meccanica permette sia l'analisi di campioni liquidi reattivi che di plastiche molto dure come i policarbonati. La tecnica ATR (Riflettanza Totale Attenuata) è molto semplice e veloce da utilizzare visto che virtualmente non richiede preparazione del campione. Non importa se l'analisi debba essere eseguita su pellet, film, parti in plastica, polveri o liquidi: per acquisire uno spettro IR il campione deve semplicemente essere portato a contatto con il cristallo ATR. Dopo la misura il campione è identificato grazie all'automatico confronto del suo spettro verso i dati spettrali dei materiali di riferimento.



Fig. 1: Misurazione di un cucchiaino di plastica utilizzando l'ALPHA II con interfaccia di misurazione ATR.

## Pronto per le richieste del QC

L'ALPHA II è un sistema molto compatto con un piccolo ingombro (formato A4) e un peso leggero (<7 kg). Essendo non sensibile alle vibrazioni può essere collocato ovunque e spostato facilmente in luoghi rilevanti. La possibilità di far funzionare l'ALPHA II con un pc touch panel integrato e alimentato da una batteria permettono il suo utilizzo anche al di fuori del laboratorio, ad esempio nel magazzino o vicino ai siti di produzione.

Tutti i componenti hardware sono continuamente monitorati per verificarne la corretta funzionalità. Le procedure di test dello strumento completamente automatizzate per la qualificazione operativa e delle prestazioni (OQ/PQ) vengono eseguite per garantire il funzionamento permanente dello strumento entro le specifiche. Inoltre il software OPUS è pienamente conforme alle normative cGMP.

## Vantaggi dell'IR

Per la maggior parte dei campioni l'analisi FT-IR è eseguita senza preparazione del campione e senza il bisogno di qualsiasi consumabile. I tempi di misura sono generalmente inferiori al minuto. Perciò, la spettroscopia FT-IR ti permette di risparmiare tempo e costi quando paragonata ai metodi classici di analisi chimica via umida. Gli spettrometri proposti da Bruker sono progettati per essere usati molti anni. I nostri strumenti IR utilizzano componenti ottici moderni di elevata qualità caratterizzati da una durabilità molto elevata. Se consideriamo anche un basso consumo energetico, queste caratteristiche straordinarie producono un costo di esercizio veramente basso.

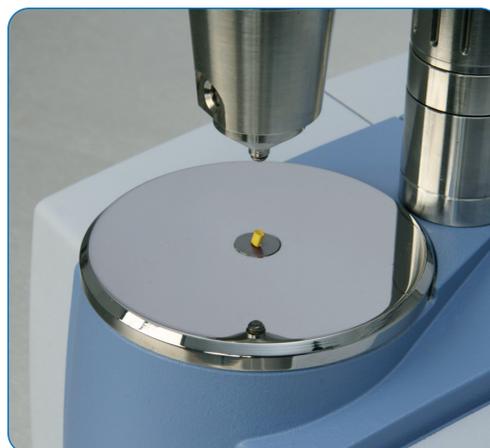
## ● Flusso di lavoro intuitivo

L'interfaccia utente dell'ALPHA II permette anche agli operatori non qualificati di verificare l'identità di un campione noto o di identificare campioni sconosciuti. Guidato dal software, l'utente esegue la misurazione, la valutazione ed ottiene un report in pochi passi:

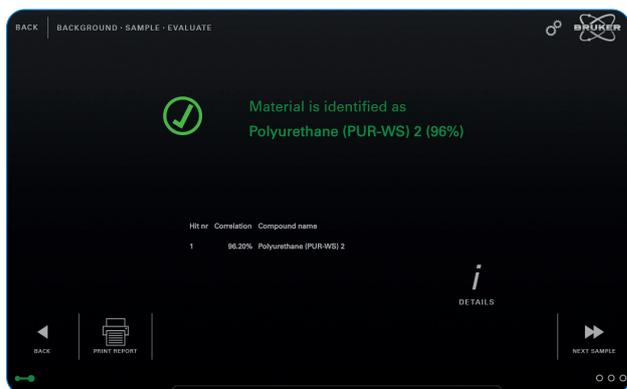
**1** Misurare il background con il canale ATR vuoto. Inserire le informazioni del campione.



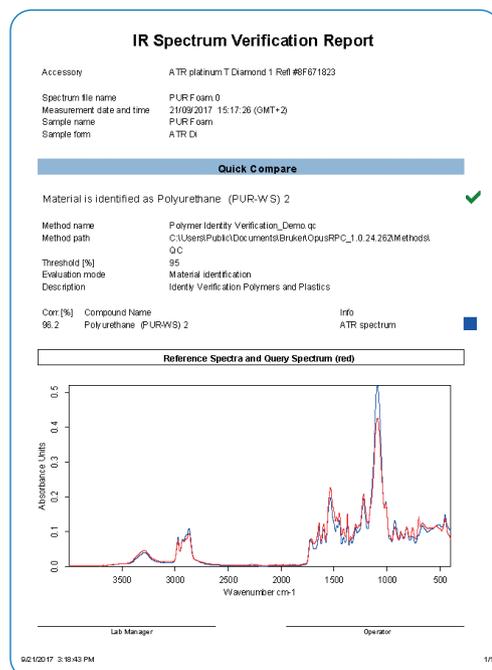
**2** Posizionare il campione sul cristallo ATR e applicare la pressione tramite l'apposito clamp. Fra partire la misura con un singolo click.



**3** Verificare l'identità del campione misurato tramite un confronto automatico tra lo spettro del campione e quello dei riferimenti.



**4** Generare un report di analisi con un solo click prima di procedere col campione successivo.



## ● Analisi dei difetti di produzione

Il mancato riconoscimento di materiali plastici e polimerici è spesso causato da una distribuzione disomogenea dei componenti usati all'interno del materiale polimerico. E' anche possibile che particelle, fibre o inclusioni possano essere la ragione per questo mancato riconoscimento. Nel caso di materiali compositi strati difettosi o uno strato fatto con un materiale sbagliato avrà un impatto negativo sulle proprietà del prodotto. Visto che spesso questi difetti sono estremamente piccoli, sono spesso difficili e, a volte, addirittura impossibili da analizzare con una misura macroscopica. Tuttavia, un'efficace analisi di mancato riconoscimento comprende l'analisi chimica della regione difettosa del campione. Il microscopio FT-IR LUMOS II (fig. 3) è un potente strumento per l'analisi dei mancati riconoscimenti: permette di ottenere spettri IR ovunque sul campione con un'elevata risoluzione laterale e perciò di rilevare la composizione chimica di questa area particolare del campione.



Fig. 3: Microscopio FT-IR LUMOS II

Grazie alle eccezionali prestazioni dell'ATR, il LUMOS II permette l'analisi della maggior parte dei campioni senza nessuna preparazione.

Fig. 4: Esempio di Analisi di un prodotto difettoso con LUMOS II: Un lotto di pellet di polietilene contenente delle inclusioni marroni indesiderate.

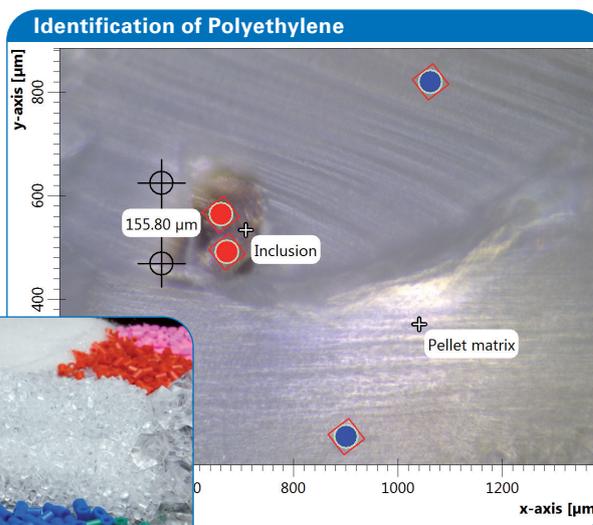


Fig. 5: L'immagine microscopica di un pellet di polietilene con inclusione marrone è mostrata insieme alle posizioni dell'analisi IR.

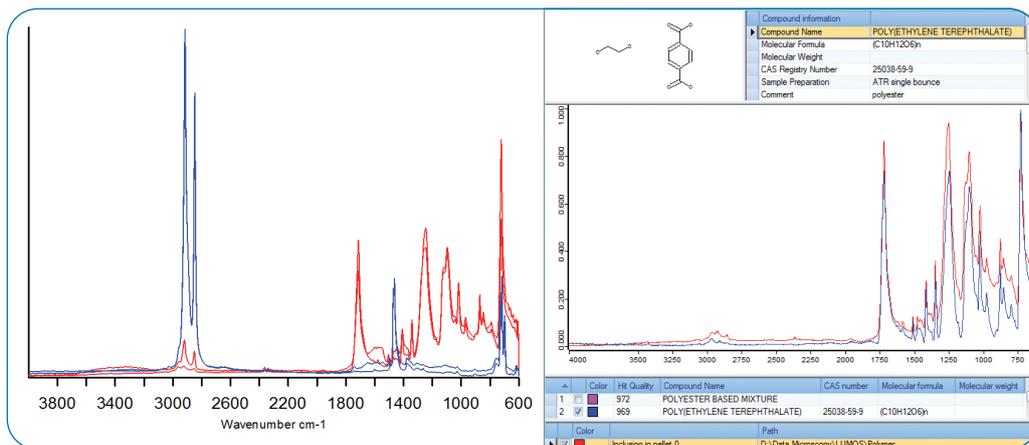


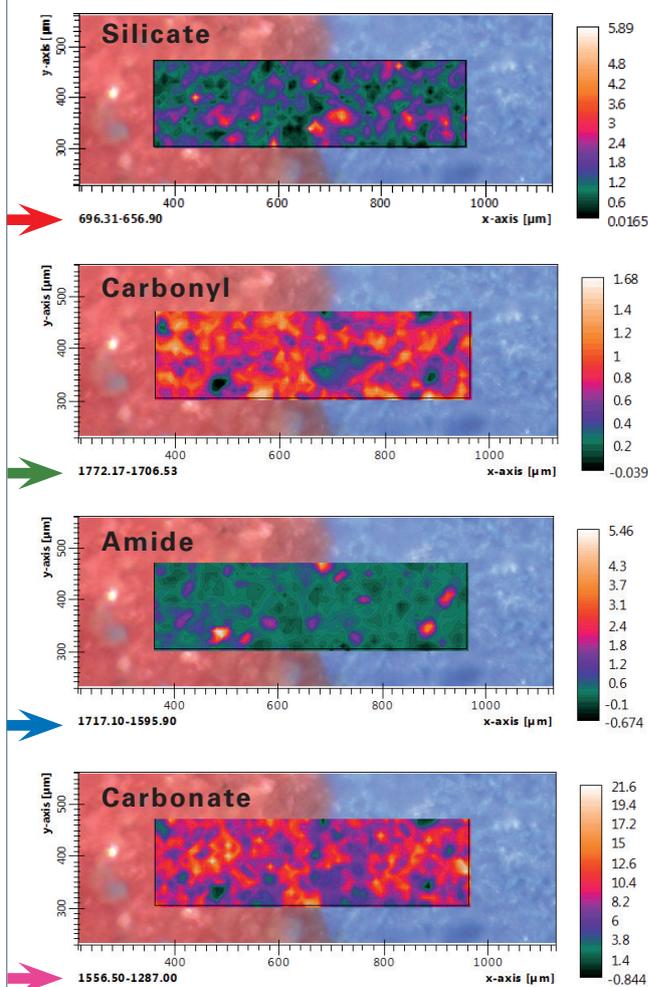
Fig. 6: Gli spettri IR mostrano caratteristiche chiaramente diverse sulla matrice PE pellet (spettri blu) e sull'inclusione sconosciuta (spettri rossi). La ricerca in una libreria spettrale identifica l'inclusione come un poliestere (PET).

# • Evitare i difetti di prodotto

Il mancato riconoscimento di materiali plastici e polimerici è il più delle volte superato da un buon disegno del prodotto, una corretta selezione dei materiali e un appropriato processo produttivo. Nella fase di sviluppo del prodotto vengono considerate molte variabili che possono influenzare le proprietà della plastica, questo percorso è necessario per garantire un'elevata qualità del prodotto finale.

## La microscopia FT-IR resa facile

Il LUMOS II è un sistema compatto stand-alone con un'automazione totale di tutte le componenti hardware. Il software intuitivo del LUMOS II guida l'operatore passo passo attraverso il processo di acquisizione dei dati. Ad ogni passo, l'interfaccia utente fornisce solo le funzioni che risultano appropriate per procedere. Nonostante il LUMOS II sia disegnato per essere utilizzato da personale non esperto per applicazioni routinarie, la sua sensibilità eccezionale lo rende anche estremamente adatto per applicazioni molto complesse.



## Campionamento semplice

Il LUMOS II ha molto spazio per il campione e c'è una grande distanza di lavoro. Grazie al tavolino portacampioni, il posizionamento del campione è molto comodo.

L'ampio campo visivo e l'alta qualità visiva facilitano la ricerca della regione di interesse sul campione.

Il LUMOS II genera preziose informazioni sulla qualità del prodotto:

misurazioni con una risoluzione locale nell'ordine del micrometro permettono di caratterizzare la composizione dei materiali plastici. Le misure di mappatura sul campione rivelano la distribuzione dei singoli componenti, ad esempio il polimero di base, le cariche e i plastificanti. L'impatto delle variazioni delle condizioni di lavorazione sull'omogeneità del materiale può quindi essere determinato. Eventi di autocontaminazione (ad esempio dovuti a granuli parzialmente fusi) sono facilmente rilevabili.

Inoltre, il LUMOS II è uno strumento utile nel reverse engineering in quanto fornisce informazioni sulla composizione di prodotti che sono già sul mercato.

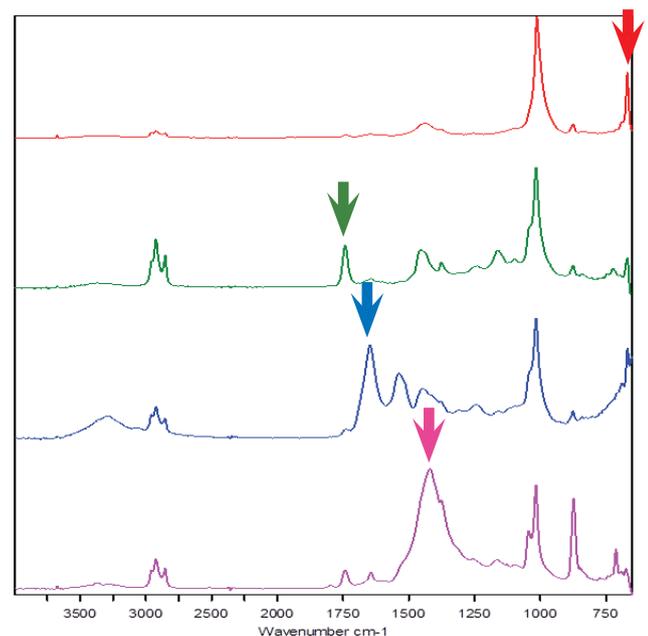
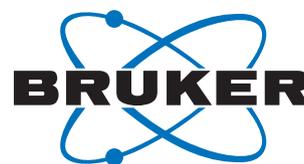


Fig. 7: Analisi microscopica di una gomma da cancellare. Le immagini chimiche sopra l'immagine visiva del campione mostrano la distribuzione degli individuali componenti organici e inorganici. La concentrazione è indicata dal codice colore (bianco/arancione=alto; nero=basso). Le immagini chimiche sono generate dall'integrazione di bande spettrali che sono specifiche per un certo componente di interesse (vedi indicazioni sugli spettri dei campioni selezionati).

## • L'eccellenza incontra l'integrità

La strumentazione migliore per l'analisi TG-IR nasce dalla stretta collaborazione tra NETZSCH - che fornisce le termobalance e Bruker - che fornisce gli spettrometri FT-IR. Le parti di interfaccia come la cella a gas, la transfer line o il SW sono adattate l'una con l'altra per garantire una procedura di misurazione impeccabile con la massima precisione e affidabilità.

**NETZSCH**



**L'analisi termica combina metodi gravimetrici termici con dati IR dei gas rilasciati per fornire informazioni cruciali sui processi chimici. In questo modo si ottengono una conoscenza dettagliata delle transizioni termodinamiche, della stabilità termica, dei processi di decomposizione e delle reazioni chimiche.**

### **Strumentazione: Completa integrazione con ALPHA II**

La serie PERSEUS® (Fig. 8) offre un livello di integrazione molto alto, tanto che non è necessaria nessuna transfer line. Questo permette di avere un sistema combinato con un piccolo ingombro, il più piccolo cammino della cella a gas e la massima facilità d'uso. L'ALPHA II integrato nel sistema PERSEUS® può essere scollegato e utilizzato per misure FT-IR indipendenti.



Figura 8: PERSEUS® TG 209 F1

### **Strumentazione: Piena flessibilità con INVENIO**

Varie termobalance con celle a gas interne o esterne possono essere accoppiate a uno spettrometro FT-IR INVENIO (Fig. 9) tramite una transfer line. Questa combinazione offre la massima flessibilità e le massime prestazioni per l'analisi TG-IR.

Oltre a effettuare misure termogravimetriche, lo spettrometro INVENIO permette anche di effettuare misure FT-IR indipendenti. Aggiungendo vari accessori o moduli esterni come i microscopi sono disponibili diversi metodi di misurazione. I nostri spettrometri possono anche essere combinati con strumenti di misurazione termogravimetrica di fornitori terzi.



# • Caratterizzazione avanzata dei materiali con analisi TG-IR

## Flusso di lavoro con il SW Proteus di controllo del dispositivo a punto singolo

Le misure gravimetriche e IR sono definite e condotte esclusivamente tramite il software NETZSCH Proteus®. L'utente deve solo inserire i parametri di misura desiderati, avviare la misura e i dispositivi saranno pronti per l'inserimento dei parametri.

La raccolta dei dati online è simultanea per garantire una precisa correlazione di tempo e temperatura tra tutti i segnali dei due strumenti accoppiati per la valutazione. L'utente gestisce i due pacchetti software da un unico computer con accesso a tutte le funzioni SW sia di OPUS che di Proteus® SW per la valutazione dei dati e la visualizzazione dei risultati.

## Analisi Termica

L'analisi combinata di termogravimetria (TG) e spettroscopia FT-IR fornisce tutte le informazioni per l'identificazione chimica della decomposizione o del degassamento dei polimeri in un ampio intervallo di temperature. Le proprietà TG sono registrate simultaneamente agli spettri IR mentre si aumenta la temperatura del campione di polimero.

## Analisi del campione: EVA

La Fig. 10 mostra i dati TG (curva nera) insieme agli spettri IR a varie temperature per un campione di etilene-vinilacetato (EVA). Come si vede dai dati TG la decomposizione avviene in due fasi a partire da circa 300°C. Tagliare gli spettri ai valori di perdita di massa più elevati e confrontarli con le librerie di polimeri permette di identificare la sostanza degassata - in questo caso troviamo l'acido acetico a 350°C e la struttura del polimero stesso a 470°C.

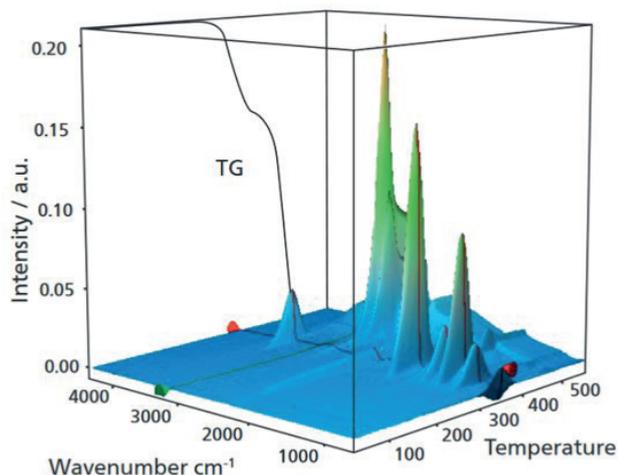


Figura 10: Grafico 3D dei dati TG (curva nera) insieme agli spettri IR alle rispettive temperature presi da una misurazione di etilene-vinil acetato (EVA).



Figura 9: INVENIO con cella a gas esterna accoppiata a STA 449 F1 Jupiter®

# • Applicazioni specifiche

## Differenziazione delle Poliammidi

Le poliammidi sono polimeri termoplastici costituiti da monomeri legati da un legame ammidico. Il gruppo delle poliammidi include molti differenti polimeri con differenti proprietà chimiche e fisiche. Nonostante un'elevata similarità nella loro struttura chimica la spettroscopia IR permette di differenziare tra diverse poliammidi come PA6, PA6.6, PA10 e PA12.

## Quantificazione di riempitivi, additivi e miscele

La determinazione della corretta composizione è un'attività essenziale del controllo qualità. Lo spettro IR permette di quantificare ogni singolo componente (Fig. 11). È possibile anche la quantificazione dei riempitivi inorganici con la spettroscopia FT-IR se l'analisi viene estesa al FIR, ad esempio con il pacchetto opzionale BRUKER FM.

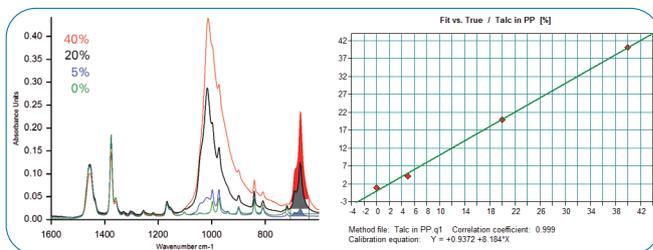


Figura 11: Quantificazione del talco nel polipropilene.

## Determinazione del grado di polimerizzazione

Il processo di indurimento ha un impatto decisivo sulle proprietà di una vernice. La spettroscopia FT-IR rileva il grado di polimerizzazione nelle vernici e nei rivestimenti in modo affidabile, quantitativo e in circa un minuto (vedi Fig. 12).

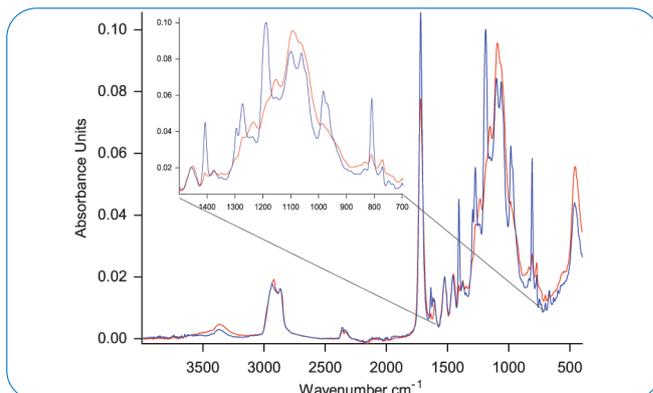


Figura 12: Spettri IR di una vernice acrilica prima (blu) e dopo l'indurimento (rosso).

## Analisi dei materiali polimerici composti

La creazione di composti polimerici da materie prime disponibili in commercio permette di definire una varietà di proprietà del prodotto. Quindi, il controllo della qualità è fondamentale con questi materiali complessi, poiché l'incollaggio dei polimeri può dare origine a difetti, inclusioni, contaminazioni e disomogeneità del prodotto. La microanalisi IR è ideale per identificare i costituenti (vedi Fig. 13) e rilevare le debolezze del materiale.

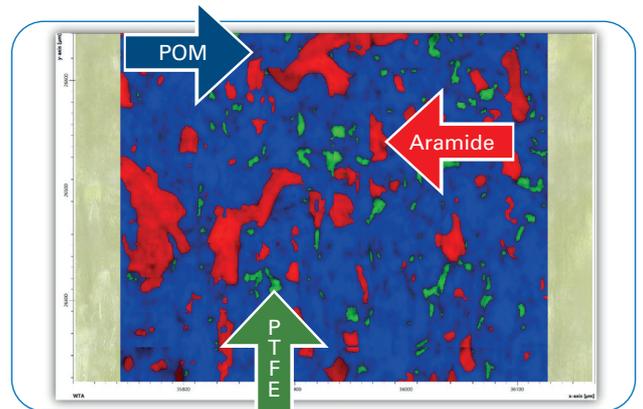


Figura 13: Immagine Micro-FT-IR di un materiale composito polimerico con rilevazione chimica di POM, Aramide e PTFE.

## Analisi di imballi multistrato

Materiali per imballo multi strato sono spesso richiesti per il mantenimento dell'integrità del prodotto, per esempio di prodotti alimentari o farmaceutici. La progettazione e la produzione di film polimerici sottendono un processo normalmente molto complesso e costoso che può influenzare sia la percezione che l'effettiva qualità del prodotto. La microanalisi IR fornisce visione profonda della struttura di questi polimeri laminati sia per il controllo qualità che per l'analisi della ricerca di difetti (vedi fig. 14).

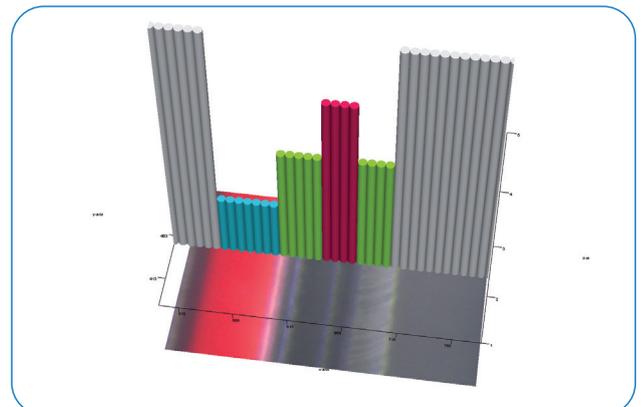


Figura 14: Identificazione degli strati codificati a colori e analisi dello spessore di una sezione trasversale di una pellicola da imballaggi

## Rilevamento e controllo dei gas di scarico

Le condizioni ambientali esterne come la temperatura elevata o la presenza di altre sostanze chimiche possono portare al degassamento dei polimeri.

Mentre il degassamento regolato viene utilizzato per ottenere le proprietà finali del prodotto, il degassamento non intenzionale dei polimeri può deteriorare le proprietà del prodotto o addirittura comportare rischi per la salute.

L'analisi TGA-FT-IR è stata applicata (vedi Fig. 15) per saperne di più sul comportamento del degassamento.

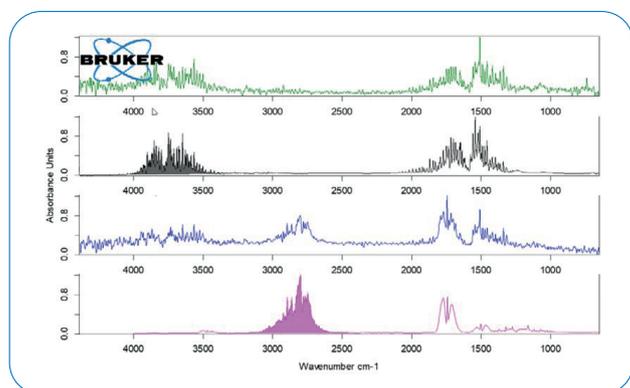


Figura 15: Spettri IR presi a 210°C di due tipi di poliossimetilene durante l'analisi TGA-FT-IR (curve verdi e blu) insieme agli spettri di libreria della sostanza pericolosa formaldeide (rosa) e dell'acqua (nero).



# • **Analisi di Polimeri e Plastiche**

## Con i nostri Spettrometri FT-IR (micro)



### **ALPHA II**

Un sistema da banco piccolo e compatto che può essere installato ovunque nel vostro laboratorio o anche in produzione. Si basa sulla facilità d'uso, la robustezza e l'affidabilità. Da utilizzare per:

- **Controllo qualità**
- **Servizi di analisi**
- **Insegnamento**



### **LUMOS II**

Il nostro microscopio FT-IR (imaging) più veloce. Fornisce la massima sensibilità per le applicazioni IR e l'automazione completa fino alla valutazione. Da utilizzare per:

- **Controllo qualità**
- **Analisi dei difetti di produzione**
- **Sviluppo prodotti**



### **INVENIO**

La nostra piattaforma FT-IR universale. Con le sue prestazioni e la sua versatilità, copre gli ambiti di ricerca e sviluppo del prodotto così come applicazioni QC/QA ad alta produttività. Da utilizzare per

- **Ricerca**
- **Sviluppo prodotti**
- **QC/QA avanzato**

### **Esperti di spettroscopia**

Con decenni di esperienza nella spettroscopia di polimeri e materie plastiche supportiamo i clienti in:

- **Controllo qualità e Assicurazione Qualità**
- **Analisi dei difetti di produzione**
- **Sviluppo dei processi**
- **Scienze applicate e Ricerca**

**Guarda il nostro video che mostra come l'FT-IR può aiutare nella produzione di prodotti polimerici:**



[www.bruker.com/optics](http://www.bruker.com/optics) • **Bruker Scientific LLC**

Billerica, MA · USA  
Phone +1 (978) 439-9899  
info.bopt.us@bruker.com

**Bruker Optics GmbH & Co. KG**

Ettlingen · Germany  
Phone +49 (7243) 504-2000  
info.bopt.de@bruker.com

**Bruker Italia S.r.l.**

Milano · Italia  
Phone +39 (02) 70636370  
info.bopt.it@bruker.com