



Agenzia nazionale per le nuove tecnologie,  
l'energia e lo sviluppo economico sostenibile

# Scuola Odori 2021

Studio dell'utilizzo di un naso elettronico per la  
certificazione della qualità di superfici di Fibra di  
Carbonio per l'incollaggio in ambito aeronautico

[ettore.massera@enea.it](mailto:ettore.massera@enea.it)



1101 0110 1100  
0101 0010 1101  
0001 0110 1110  
1101 0010 1101  
1111 1010 0000



# Chi siamo - Il CR ENEA di Portici



**Siamo qui**

## Zooming in Portici Research Centre



**Portici Research Centre**

- **4 buildings**
- **3.700 m<sup>2</sup> laboratories**
- **400 m<sup>2</sup> clean rooms**
- **135 employees**

(80 researchers , 35 technicians, 20 admin.)

- (+ 25 non permanent)

**Inaugurazione : 1989**

# ENEA Portici laboratories

## Research personnel distribution

<b>Employees</b> (Permanent)	<b>Activity</b>
60%	Solar energy
26%	Non solar nanotech.
14%	Environment

# Sviluppo di Chemiresistori per Gas

Attività iniziata nel 1997 da G. Di Francia, L. Quercia e V. La Ferrara  
film sensibili non riscaldati

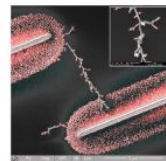


2001 - Impianto di caratterizzazione elettrica  
in atmosfera controllata  
GSCS



*NO<sub>2</sub> sensor*  
(2004-2010)

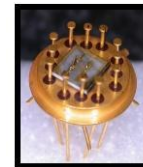
Fim sensibili basati su  
membrane polimeriche swellanti  
contenenti nanocompositi  
carboniosi



*H<sub>2</sub> sensor*

Film Sensibili basati su

- Silicio Poroso (2003-2005)
- Grafene (2011)



*VOC sensor*



Sensors array

# Laboratorio Caratterizzazione sensori di gas e polveri

3 IMPIANTI GSCS

**Carrier disponibili:** aria sintetica, azoto (disponibili entrambi selezionabili)

**Linee di Gas Analiti:** 6

**Range di umidità programmabile:** 5-95%

**Range di temperatura camera climatica:** da -10 a 50°C

**Range di alimentazione programmabile:** 0,005-100V (VC)

**Dinamica di lettura della corrente:** pA-mA

**Max current:** 10mA

**Range dei Flussi dei gas:** 5-500SCCM

**Volume della cella di test:** 40cl

**Max freq di acquisizione dati:** 1Hz

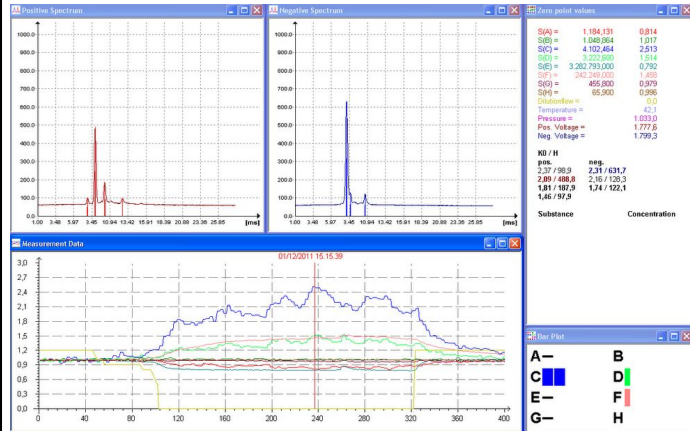
**Numero MAX di dispositivi testabili contemporaneamente:** 5

**Accessori a corredo:** Box di test per dispositivi ingombranti; Generatore e detector di Ozono; spettro

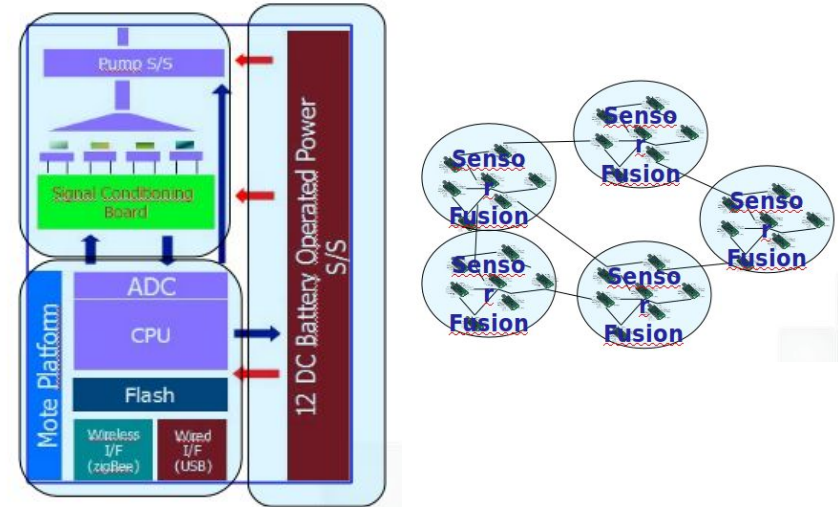


# Array di sensori di gas: centraline e nasi elettronici

array ibridi di sensori: studio progettazione e realizzazione di nasi elettronici



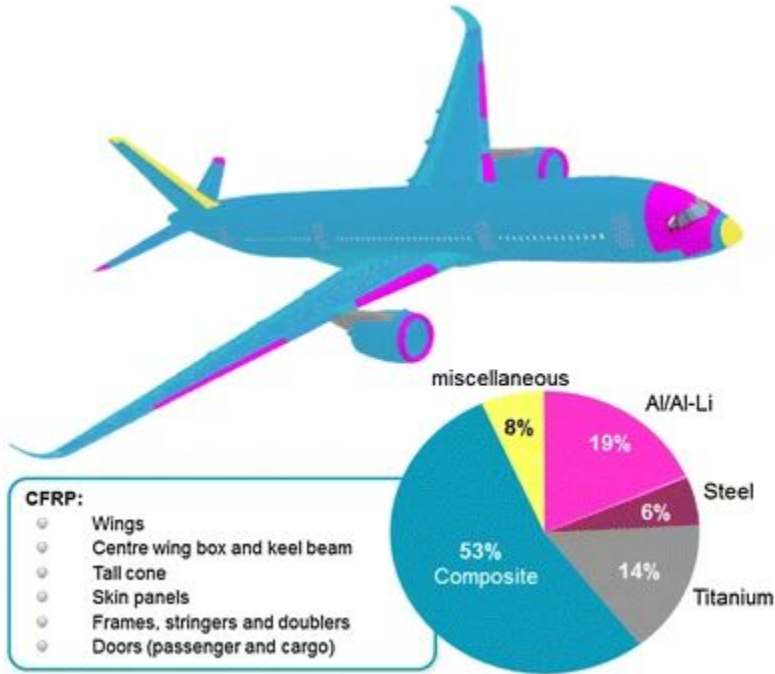
reti di sensor: sistemi sensori embedded (centraline, droni) e IOT



Obiettivo: aumentare la capacità di elaborare le informazioni sensoriali e conoscitive così da prevenire, scovare, determinare con precisione anomalie e informare i decisori.



# Descrizione dello scenario sperimentale



Contaminazione di Superfici di carbonio con

- Skydrol
- Impronte
- Release Agent
- Acqua

determinano difetti nell'incollaggio di pannelli di carbonio





# Maturati più di 10 anni di Esperienza sul tema

2010 - 2014 TRL 1-3

FP7-ENCOMB Project

panels. Benefits: Assessment of e-nose capability to detect surface contamination on flat coupons for the quality characterization of CFRP in adhesive bonding application. Relevant contaminant screening. Expertize development on relevant data processing techniques.

2015 - 2018 TRL 3-5

H2020-COMBONDT Project

Advanced development of NDT techniques for pre and post bond quality assurance of CFRP (flat, curved and realistic parts) adhesive bondings (assembly scenarios). Benefits: Confirmation of contamination detection and identification capabilities on realistic parts, TRL advancement (Lev. 5-6) of the proposed e-nose solution.

National Operative Plan (PON) Project ATIMA

2019 - oggi TRL 5-7

International Contracted Research Activities

pre bond quality assurance in adhesive bonding of CFRP panels.(maintenance use cases) Benefits: Assessment of e-nose capability to detect surface contamination on flat coupons for the quality characterization of CFRP in adhesive bonding application. Relevant contaminant screening. Expertize development on relevant data processing

surface contaminants (Artificial Handsweat, Release Agents) in composites and hybrid adhesive bonding processes for relevant aerospace stakeholders. Benefits: Expertize development, Cost Reduction and TRL Advancement (Lev. 7) development of non-contact procedures) of an Ion Mobility Spectrometer based commercial e-nose solution, ML

Development of e-nose based measurement procedures for detection, identification and quantification of relevant surface contaminants (Skydrol, Release Agents) in composites adhesive bonding processes for relevant aerospace stakeholders.

[Girolamo.difrancia@enea.it](mailto:Girolamo.difrancia@enea.it)

[saverio.devito@enea.it](mailto:saverio.devito@enea.it)

[mara.miglietta@enea.it](mailto:mara.miglietta@enea.it)

[fabrizio.formisano@enea.it](mailto:fabrizio.formisano@enea.it)

[maria.salvato@enea.it](mailto:maria.salvato@enea.it)

> 20 pubblicazioni  
scientifiche



[ettore.massera@enea.it](mailto:ettore.massera@enea.it)

# Difficoltà con cui misurarsi

Geometria dei pezzi di CFRP

Contaminanti poco odorosi

ripetibilità e variabilità dei livelli di contaminazione

nessuna validazione dei livelli di contaminazione

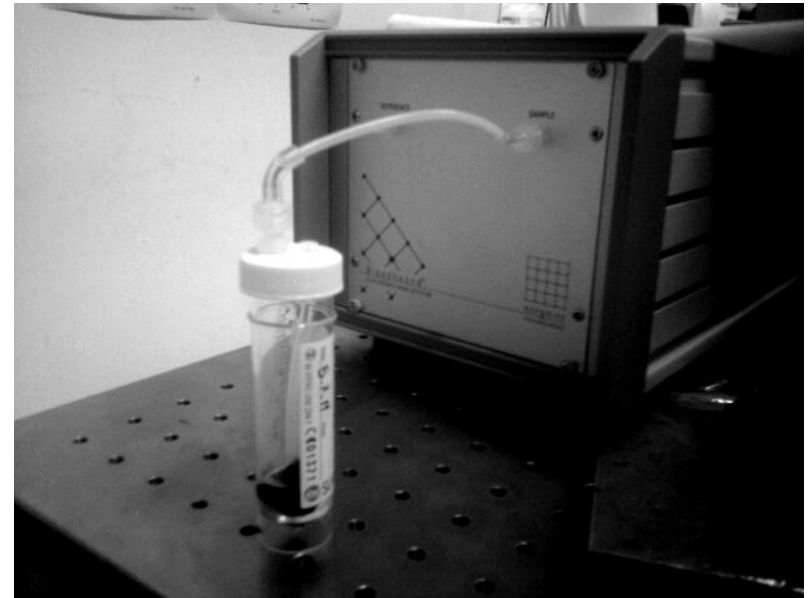
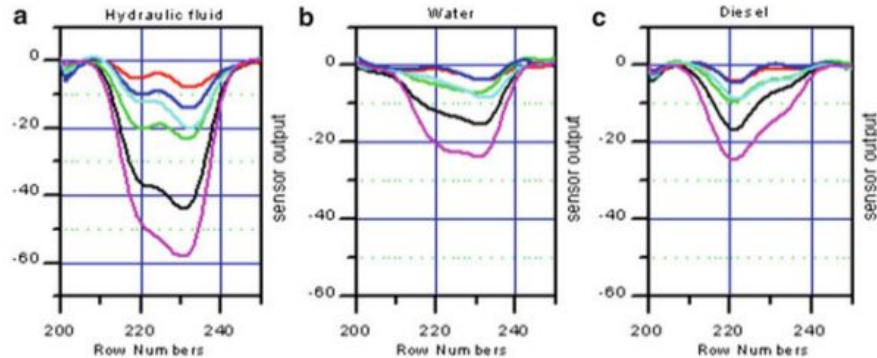
poca conoscenza dei VOC emessi dai contaminanti

riscaldamento del campione

non è possibile ripetere le misurazioni sui campioni

# Preliminary test with Bloodhound E-nose (2011)

Spazio di test in umidità satura  
test distruttivo  
misure poco stabili e ripetibili

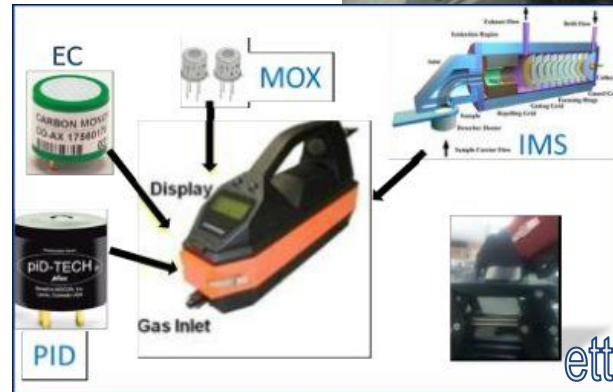


# Airsense GDA - start nov 2011

Sistema sensore dotato di matrice ibrida di sensori;

- Architettura chiusa basata su 4 tipologie di sensori di gas: IMS, PID, EC, MOX
- Analisi Multivariata su 8 segnali d'uscita del sistema sensore;
- Sistema dotato di libreria per il riconoscimento e quantificazione di componenti chimici pericolosi per la salute;
- accessorio per l'analisi di superfici riscaldate otticamente

skydrol detection - su scenario ENCOMB



# ICARO - first Surface analysis demonstrator (2012 - 2013)

Array of 6 MOX sensors and 1 PID

Open-source, portable and wireless

Simplest air filtering for Baseline

Small size sample analysis

Success with Skydrol contamination detection

Measurements at Brema IFAM





# SNIFFI - Breath analysis demonstrator (2014 - 2019)

Improvement on air filtering

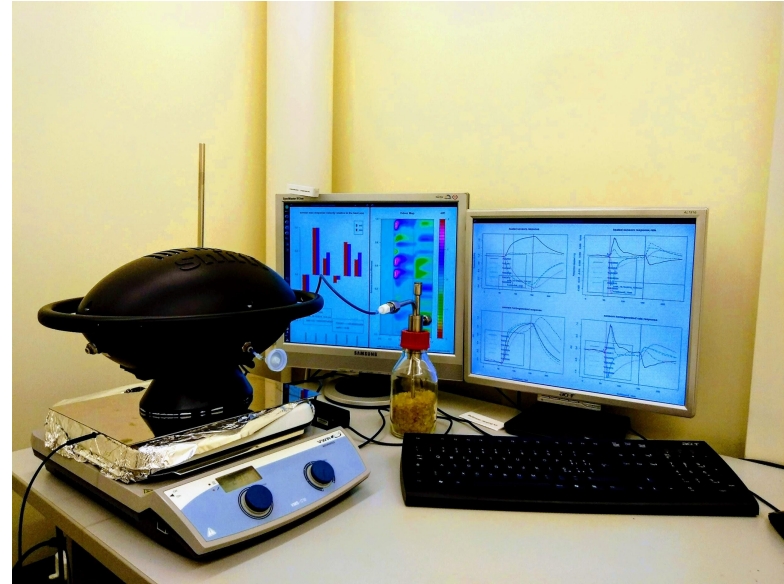
Surface analysis for large samples

Industrial Design

Hybrid sensor array: 6 mox sensor, 6 RT sensors, 1 PID

Odour Image Representation

Smelling recipe



In Collaborazione  
con:



[ettore.massera@enea.it](mailto:ettore.massera@enea.it)

# COMBO nose (2017 - 2018) - <https://cordis.europa.eu/project/id/636494>

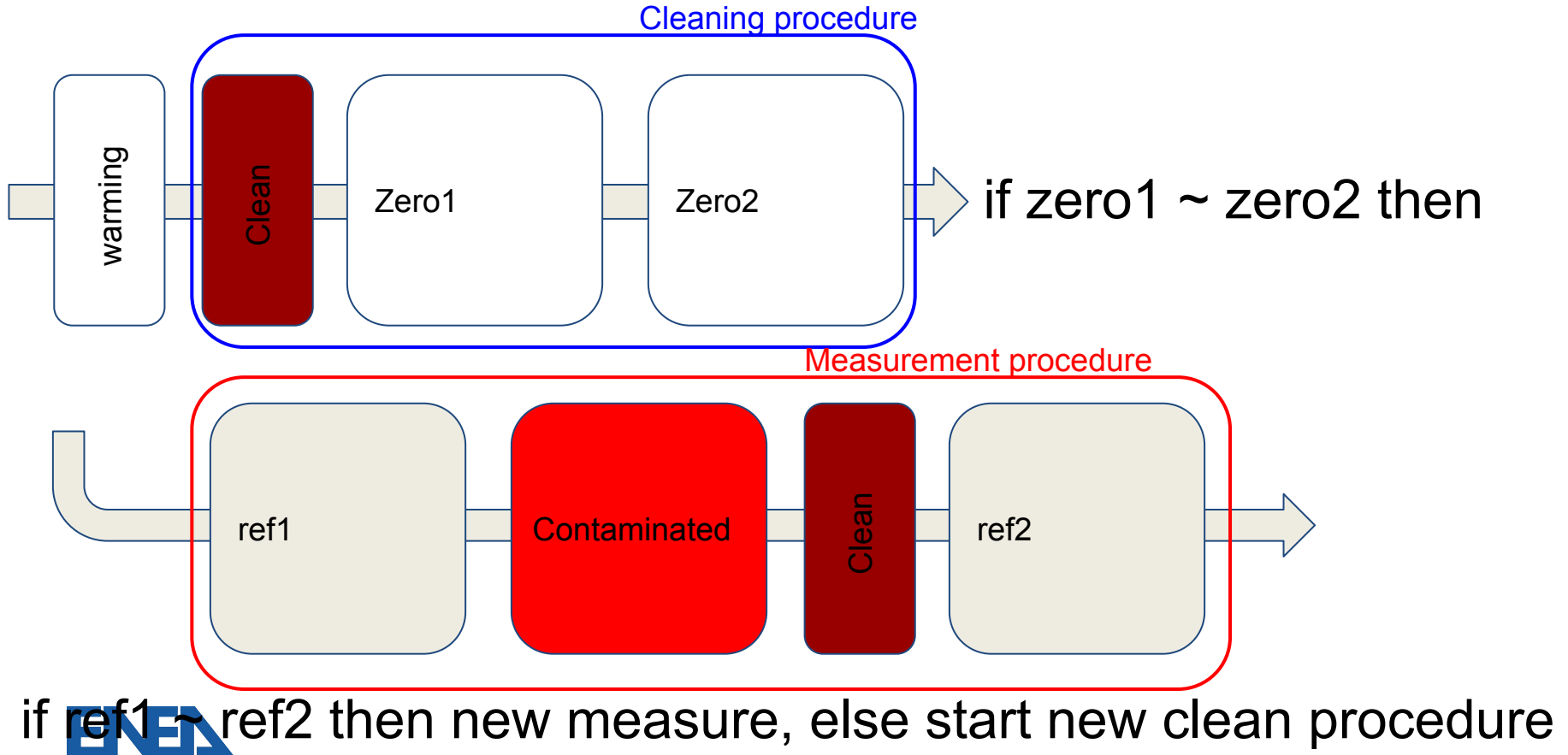
- Better Air Isolation from environment
- Improvement on the surface heating
- Sensors features visualization
- Measurement strategy to reduce array in dataset with **sensor drift and nose contamination**



Vito SD, Miglietta ML, Massera E, Fattoruso G, Formisano F, Polichetti T, Salvato M, Alfano B, Esposito E, Francia GD. Electronic Noses for Composites Surface Contamination Detection in Aerospace Industry. Sensors. 2017; 17(4):754. <https://doi.org/10.3390/s17040754>



# Costruzione del dataset: Measurement steps



# Esecuzione misura - Primo Approccio

Necessità di uno “spazio di testa”

FLUSH: sensors in filtered air - no recording

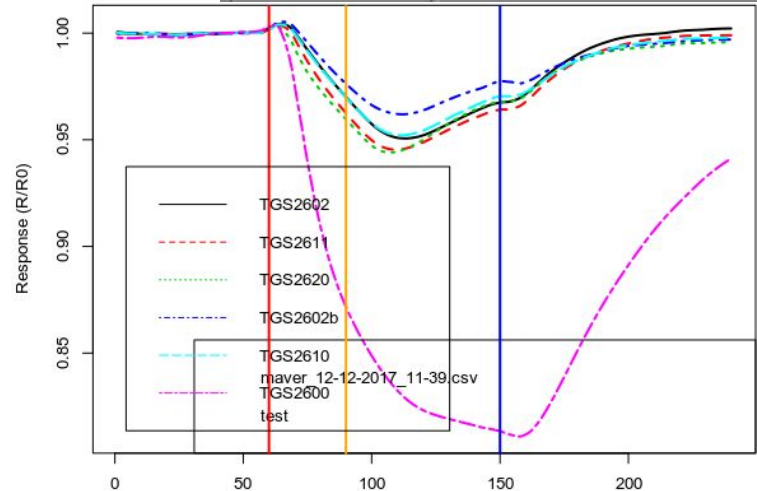
BASE: sensors in filtered air - recording

LAMPADA: air sampling injection while the sample is heated by the lamp

SAMPLING: air sampling injection without sample heating

RESTORE: sensors in filtered air - recording

FLUSH	100
BASE	60
LAMPADA	30
SAMPLING	60
RESTORE	270



# Primo Approccio: Andamento temporale e Mashup output sensori

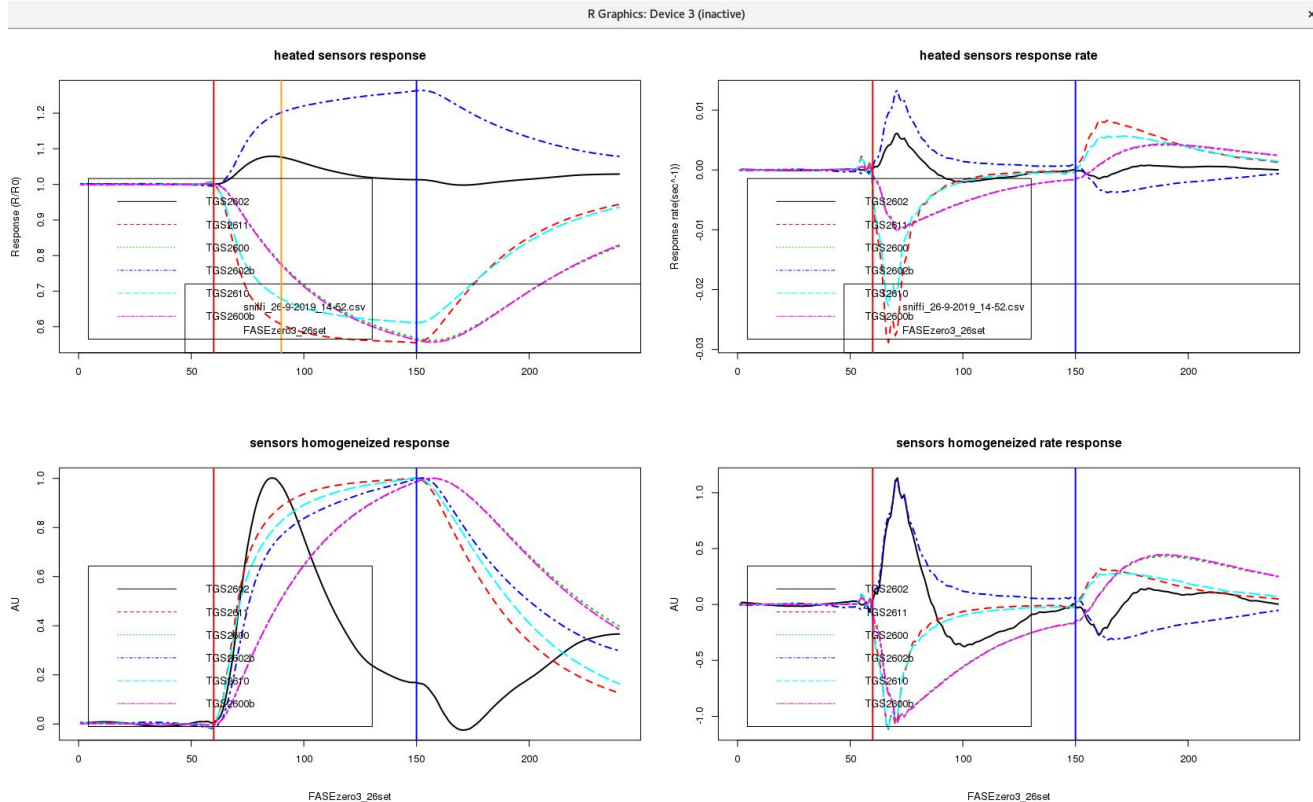
Setpoint 65°C (+5°C)

Room Temp set to 21°C  
(-1° C)

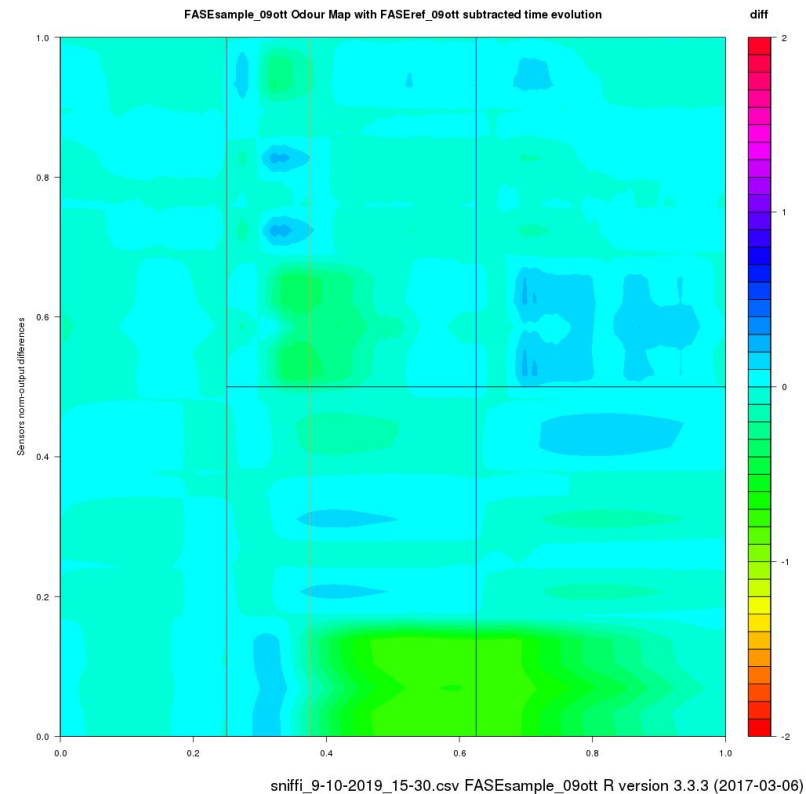
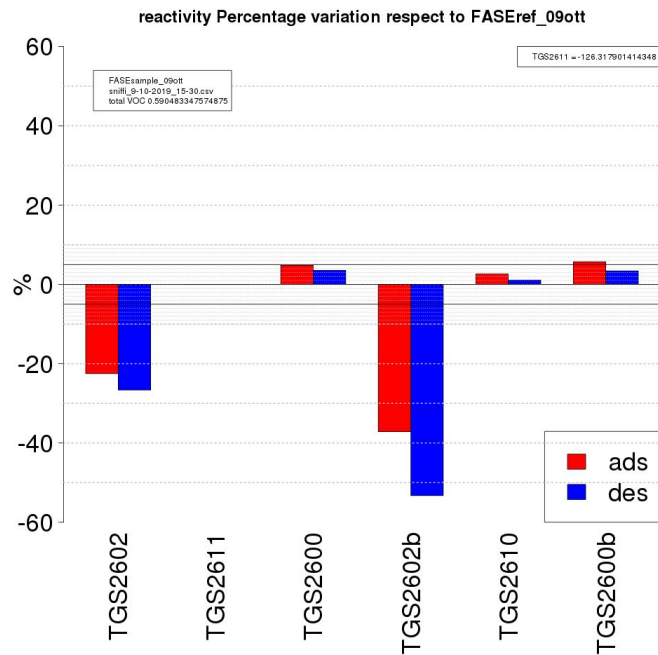
dried filtered air with  
silica gel

Pattern more stable

filtered air odor level  
lowest respect to the  
unfiltered one



# Primo Approccio: Fingerprint del confronto tra odori



Risultato: riconoscimento di contaminazioni  
dello scenario ComboNDT

# Ritorno all'IMS (2019 - oggi)

- tentativo di utilizzo di una proboscide non riscaldata
- Camera climatizzata con filtri a Carbone per il controllo degli odori ambientali
- Hotplate per il riscaldamento dei campioni
- fornitura dei campioni contaminati sigillati



# Esecuzione misura - nuovo Approccio

## **vantaggi:**

Architettura della misura senza spazio di testa

Nessuna ricetta

rapidità nella rivelazione

possibile quantificazione (ci stiamo lavorando)

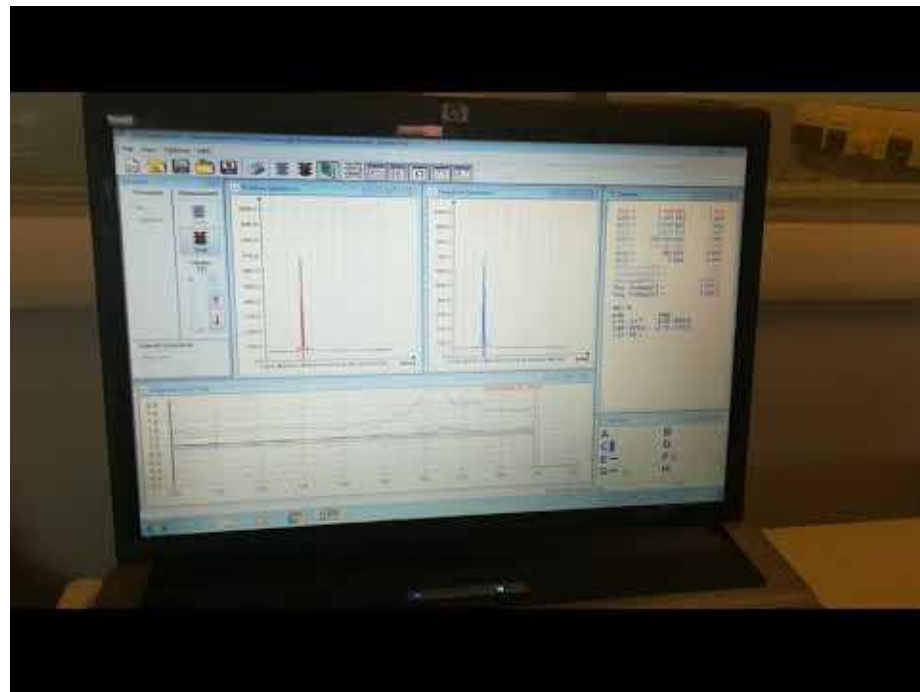
## **criticità:**

anche il campione non contaminato deve

“odorare”

operatore addestrato alla misura

l'Ambiente non può essere troppo ricco di odori



<https://youtu.be/pTR1GYWhALM>

# Measurement Procedure

- Warm up e-nose and Hot-Plate at least one hour before
- ZeroCal procedure Before each measurement

**START** in [ZeroCal check] up to t= 30 sec >>>>>>>>>

>>> [Baseline] at least 2 min >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>

>>> [Sample warm-up] 1 min before >>>>>>>>>>>>>>>

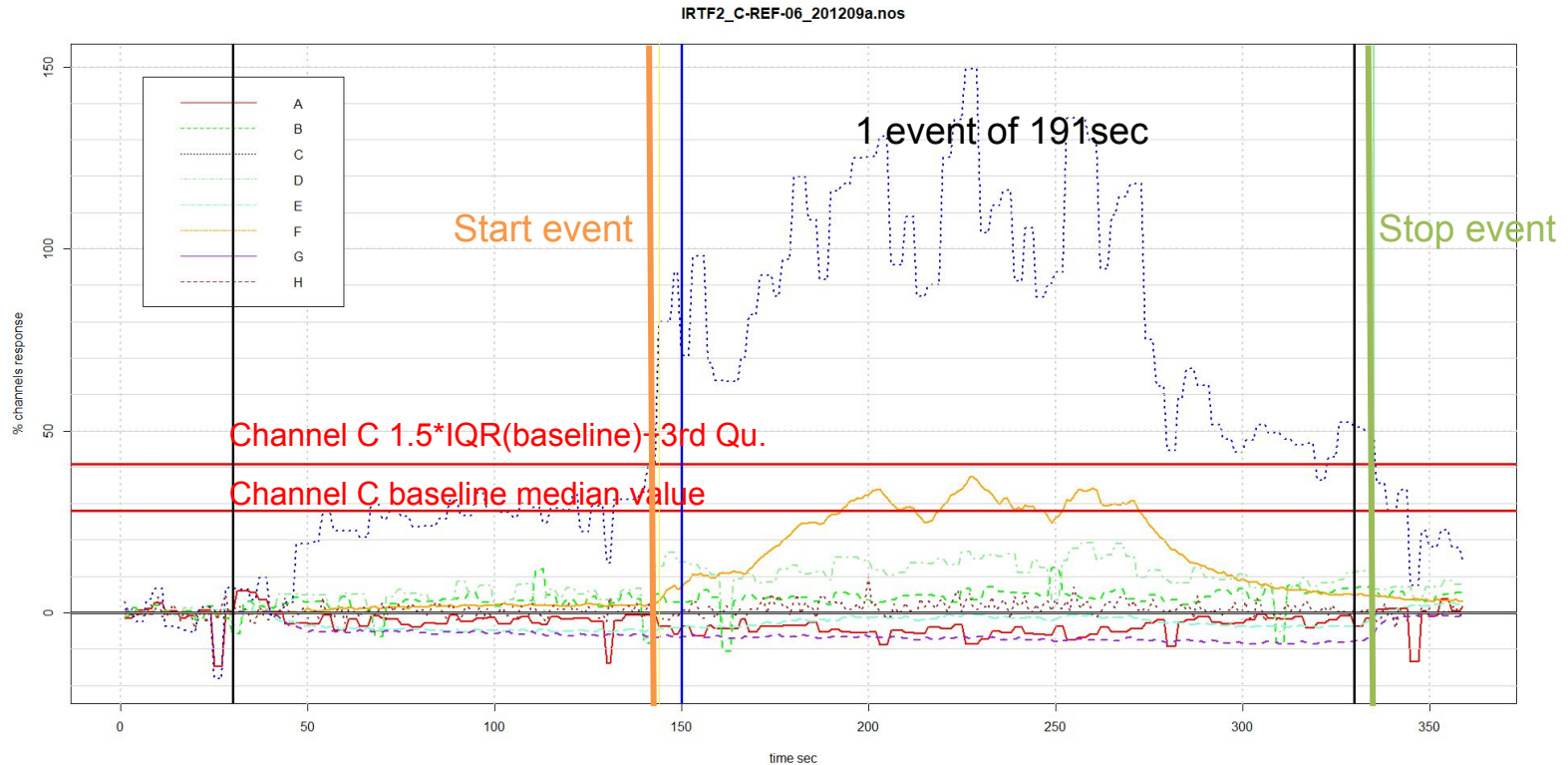
>>> [Adsorbing Phase] at least 2 min >>>>>>>>>>>>>>>

>>> [Desorbing Phase] at least 1 min >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>

>>> [Poisoning Indicator] at least 30 sec in FA >>> **STOP**

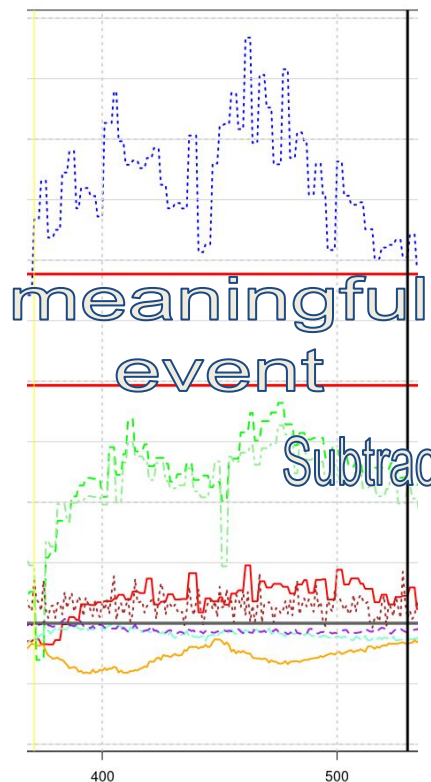


# Visualizzazione temporale della misura

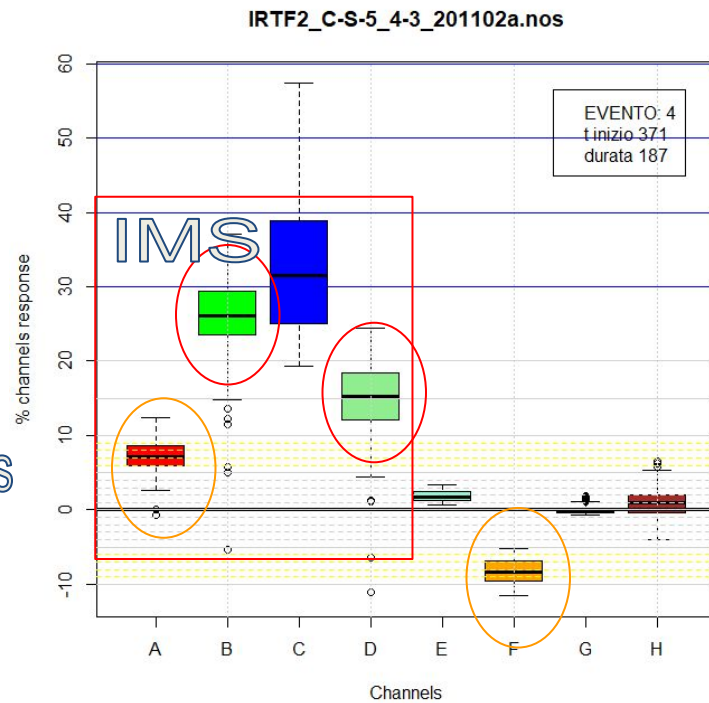
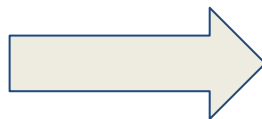


# Nuovo Approccio: Fingerprint dell'odore

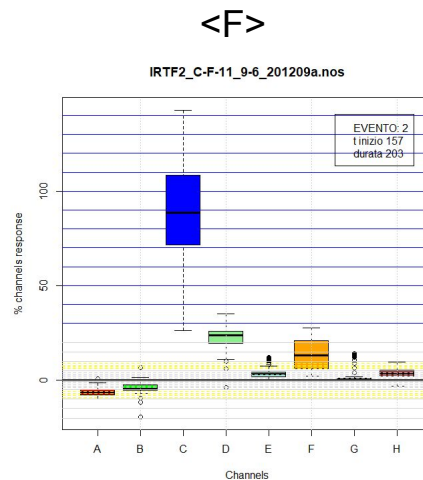
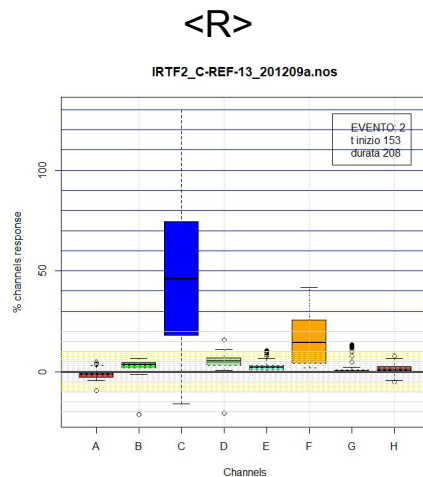
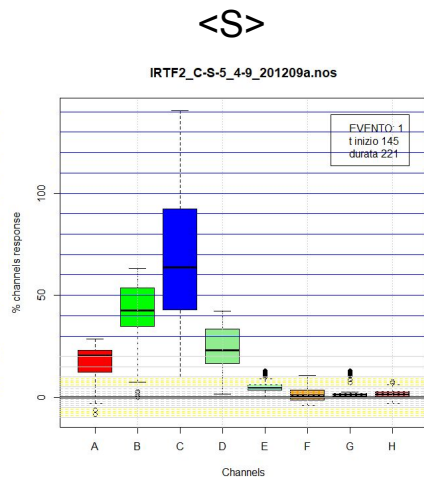
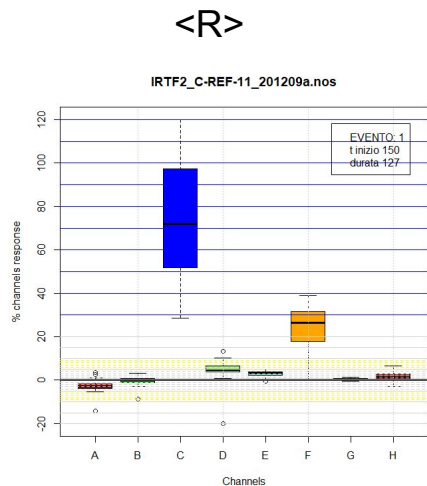
## Boxplot Pattern



Subtracting Baseline values



# Esempi di Fingerprint dopo la sottrazione dell'environment



REFERENCE: F ↑

Hand Sweat: B > D ↑

REFERENCE: F ↑

FREKOTE: D > F ↑

# Risultati

- Semplificazione del set-up e delle procedure sperimentali
- velocità della misura
- Scelta della tipologia di sensori adatta allo scopo
- Misura contactless
- Capacità di distinguere i contaminanti
- riproducibilità delle misure anche dopo diversi mesi

# Sviluppi Futuri

- Partecipazione a progetti di ricerca per arrivare a TRL7:
- perfezionamento degli algoritmi di riconoscimento e di quantificazione
- studio di soluzioni innovative per il riscaldamento delle superfici
- applicazione del naso ad un braccio robotico per l'automazione delle misure
- proposta alla Air Sense di progettazione di un naso ottimizzato per lo scenario applicativo:

Grazie per l'attenzione!



1101 0110 1100  
0101 0010 1101  
0001 0110 1110  
1101 0010 1101  
1111 1010 0000

