

CCD カメラによるケミルミネッセンスイメージング測定

April, 2009

ケミルミネッセンスイメージング装置 (CLA-IMG) の概要を図 1 に示した。検出デバイスに超高感度の背面照射フレームトランスファ CCD カメラを用いることで、フォトンレベルの発光画像を得ることが可能である。CCD カメラは空冷仕様で検出波長は 300nm~1000nm、1 ピクセルの画像分解能は約 200 μ m である。発光量は疑似色で示され、赤が一番強く、次に黄色、白、黒色という順番である。

レンズに対するピント合わせを行う目的で、サンプルと CCD カメラの距離は 17cm ほど離れている。このため光電子増倍管より物理的感度は低いが、露光時間を長くすることで可視化が可能となる。

また発光画像測定の場合、複数サンプルの同時測定が可能であり、特に酸化誘導時間 (OIT : Oxidation Induction Time) 測定のように測定時間が長い場合は、効率的に複数試料を測定することができる。

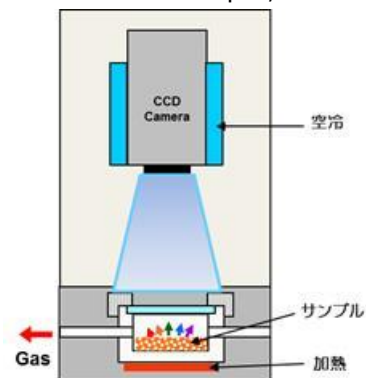


図 1 装置概要図

1. ポリプロピレン (PP) の発光画像 使用機器 : CLA-IMG、CLS-ST3

① PP にヒンダードフェノール系酸化防止剤、Irganox1010 を母材重量に対してそれぞれ、無添加、0.5%、1.0% 添加し混練したサンプルを 160 $^{\circ}$ C に加熱し、空気雰囲気下で撮影した結果を示す(図 2)。

左図が実像、右図は発光画像である。酸化防止剤を含まない PP は酸化が進み発光し始めたが、酸化防止剤を含む PP は発光しなかった。

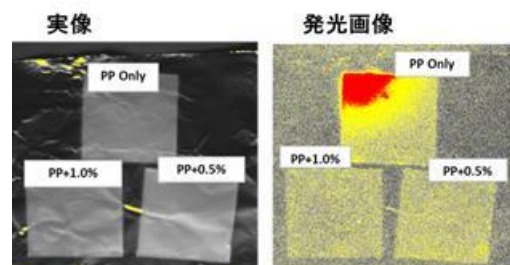


図 2 PP イメージング (左 : 実像、右 : 発光画像)

② 上記と同じ PP サンプルを用い、200 $^{\circ}$ C に加熱し酸素雰囲気下で OIT 測定を行った。左図は光電子増倍管タイプを用いた結果である(図 3)。Gain 感度は 1/10 で行った。酸化防止剤を含まない PP はすぐに酸化が進み、それに伴い発光は増加する。酸化防止剤を含む PP はその濃度に応じて OIT は長くなり、順に発光が立ち上がる現象が見られた。図 4 はこれら PP を発光画像計測装置で測定した結果である。3 つのサンプルを同じシャーレ上に置き、それぞれの発光が増加する様子を見たところ、順に発光が増加する様子が画像で見られ、視覚的に確認ができることが明らかになった。

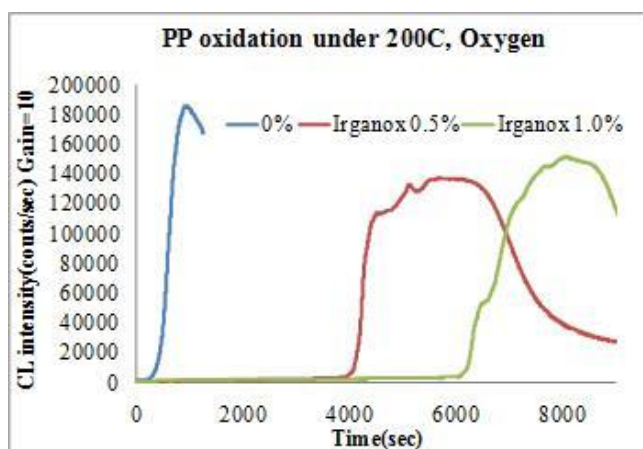


図 3 添加剤有無 PP の OIT 測定

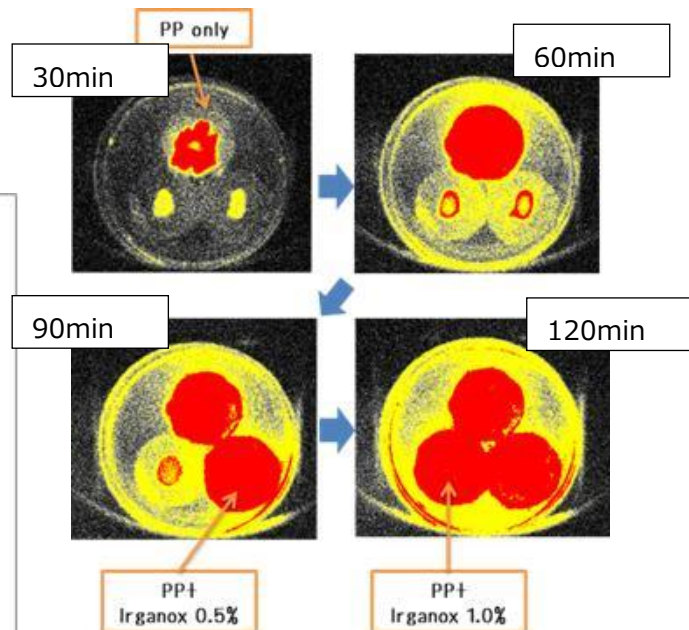


図 4 PP 発光画像 (上 : 無添加、下右 : Irganox0.5%、下左 : Irganox1%)

ケミルミネッセンスアナライザーへのお問い合わせは

東京支店 : 044-411-1263
 京都支店 : 075-353-4366
 利府事業所 : 022-356-6111

TEIHOKE 東北電子産業株式会社

本社 : 仙台市太白区向山 2-14-1 TEL022-266-1611
 web <http://www.tei-c.com> mail sales@tei-c.com

2. PC (ポリカーボネート) 発光画像 **使用機器 : CLA-IMG、CLS-ST3**

PC の新品 (VIRGIN 材) とリサイクル材の発光量の経時変化を光電子増倍管タイプと発光画像計測装置で測定した (図 5)。結果、リサイクル材は VIRGIN 材に比較して明らかに発光が高く、発光画像計測装置でも視覚的に検出された。

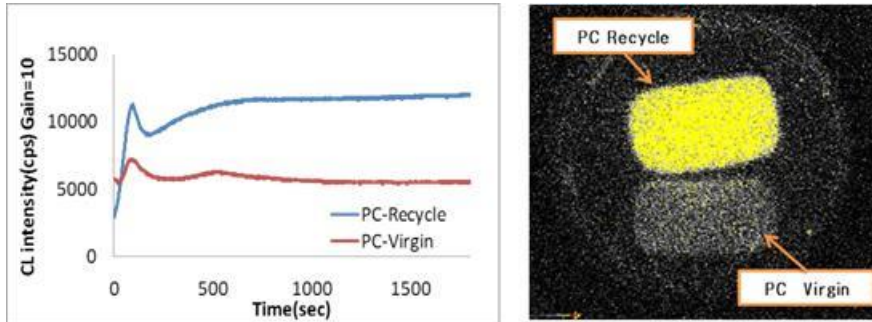


図 5 PC の発光経時変化と発光画像 (上 : リサイクル材、下 : virgin 材)

3. 電線の発光画像 **使用機器 : CLA-IMG、CLS-ST3**

新しいケーブルと同じ種類の古いケーブル (10 年相当) を 130℃ に加熱した発光画像を示した (図 6)。古いケーブルには表面に生成された過酸化物が加熱により分解さ、光っている様子が分かる。

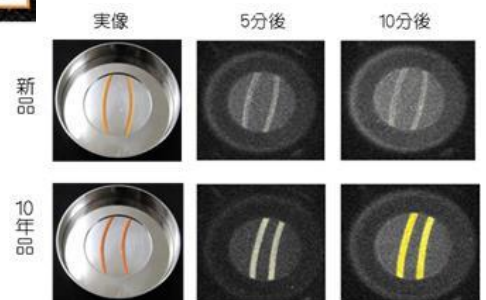


図 6 電線の発光画像

4. 多検体試料室による同時測定 **使用機器 : CLA-IMG、CLS-MS**

撮影した発光画像は、範囲を選択することで局所部を数値化することが可能である。例えば加熱と雰囲気置換が可能なマルチ試料室 (CLS-MS) を使用することで最大 6 個のサンプル (Maxφ20mm) を同時に測定することができる。

図 7 は同じ PP を 6 個設置し酸素雰囲気下で 160℃ に加熱したデータである。画像中の緑で選択された範囲がそれぞれ発光量の各サンプル数値データとなる。図 8 のように、サンプル毎の経時変化をグラフ表示することも可能となる。

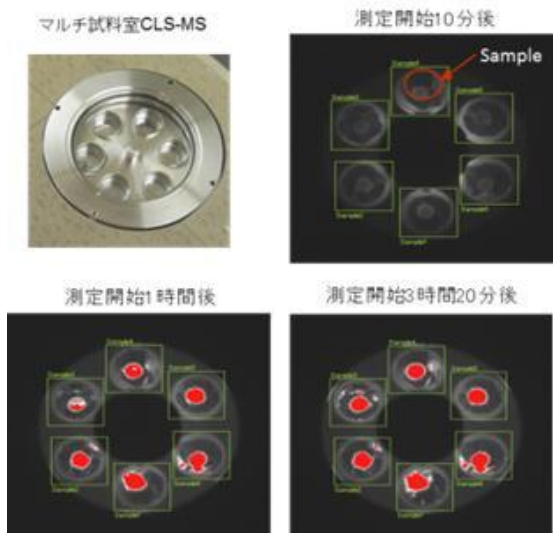


図 7 同じ PP6 個を同時測定した発光画像。左上 : 試料室実像、右上 : 測定 10 分後、左下 : 1 時間後、右下 : 3 時間 20 分後

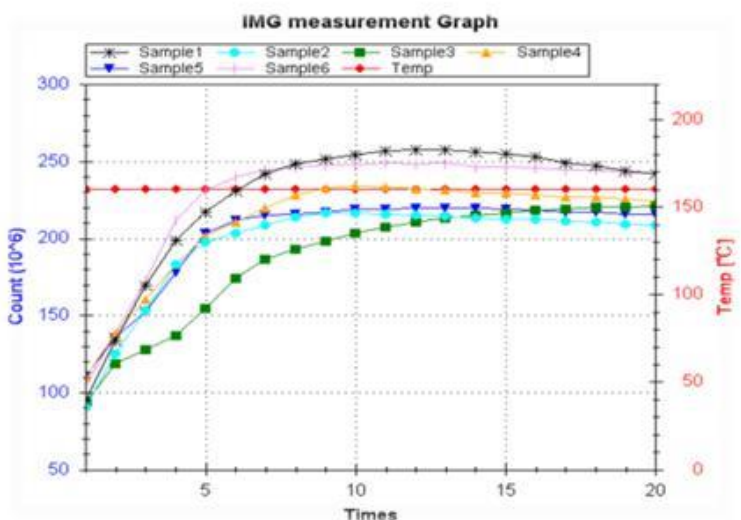


図 8 図 7 の 6 検体それぞれの発光経時変化

ケミルミネッセンスアナライザーへのお問い合わせは

東京支店 : 044-411-1263
 京都支店 : 075-353-4366
 利府事業所 : 022-356-6111

TECHOKU 東北電子産業株式会社

本社 : 仙台市太白区向山 2-14-1 TEL022-266-1611
 web <http://www.tei-c.com> mail sales@tei-c.com