

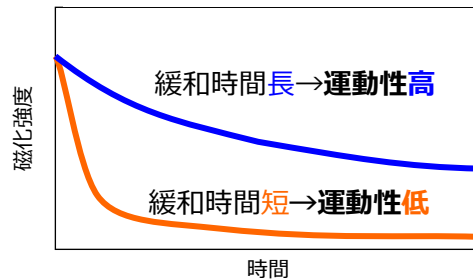
TD-NMR(パルスNMR)によるゴム材の劣化評価

1. 概要

TD-NMR（時間領域核磁気共鳴;Time DomainNuclear Magnetic Resonance)はパルスNMRとも呼ばれ、磁場中に置かれた試料の核スピンを励起させ、磁化が基底状態に戻るまでの時間(緩和時間)を解析することにより、高分子材料の架橋度や結晶状態、分散性、分子運動性を評価することができる。

本レポートでは、使用環境を模擬した条件で劣化試験を行ったゴム材の状態変化をTD-NMRによる緩和時間の観測によって評価し、材料の機械的特性評価(今回は硬さ)と考察した事例を紹介する。

TD-NMRのアウトプットイメージ



2. 事例紹介 ■ 市販ゴム材(EPDM)の劣化評価

2.1 調査の目的

対象ゴム材(EPDM)を想定する使用環境での耐性（耐酸性、耐油性）を評価する。

2.2 劣化試験評価試料の調製

使用環境を模擬した劣化試験(表1)を行い、評価試料を調製する。

表1 劣化試験条件

条件	浸漬時間	浸漬時温度
試料名		
未処理材	—	—
酸浸漬材	12時間	室温
鉱物油浸漬材		



図1 ゴム材の外観



図2 TD-NMR測定を試料管の外観

2.3 劣化評価試験

2種の評価試料と未処理材を各条件(表2)で試験を実施した。

表2 試験項目・条件

分析・試験	TD-NMR	IRHD硬さ
条件		
試験項目	^1H の緩和時間(T_2)	硬さ(5点測定)
測定温度	40℃	室温
測定形状	10×2×2mm	20×20×2mm

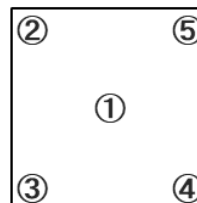


図3 IRHD試験の測定箇所

IRHD硬さ：国際ゴム硬さ
(International Rubber Hardness Degrees)



TD-NMR(パルスNMR)によるゴム材の劣化評価

2.4 試験結果

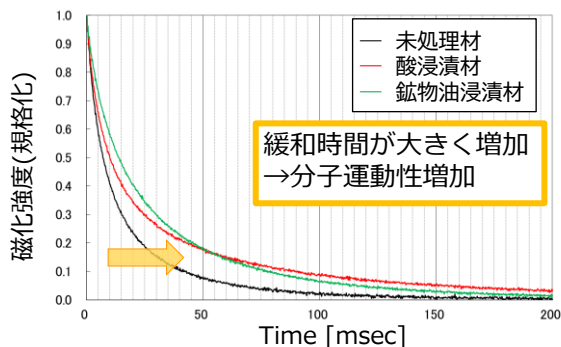


図4 TD-NMR測定結果

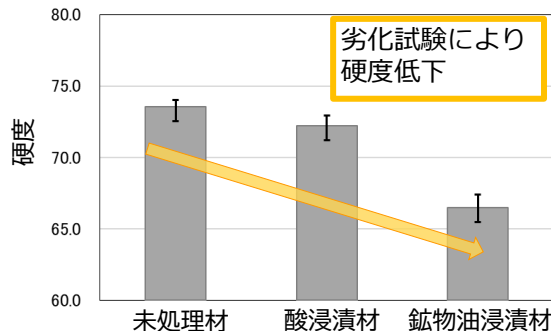


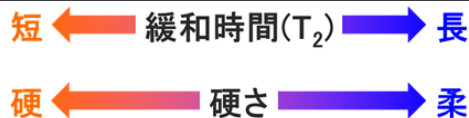
図5 IRHD試験結果(平均値：5点測定)

■ 試料「酸浸漬材」

- ・ 緩和時間(分子運動性)が「未処理材」より大きく増加し、架橋構造の緩みや可塑化の進行が推定される。
- ・ IRHD硬さは「未処理材」よりわずかに低下したのみで、極端な軟化はみられない。

■ 試料「鉬物油浸漬材」

- ・ 緩和時間が「未処理材」より増加しており、鉬物油が可塑剤のように作用し柔軟性が増したと推定される。
- ・ IRHD硬さは「未処理材」より大きく低下しており、大幅に軟化している。



2.5 まとめ

- ・ ゴム材(EPDM)は酸に対してある程度の耐性はあるが、長期、高濃度環境下では物性変化(柔軟性の増加)の可能性がある。一方、潤滑油などの油に晒される環境では大幅に柔らかくなり、形状保持や力学特性の低下が懸念される。
- ・ TD-NMRでは、IRHD試験では捉えきれない試料内部を含めた全体の平均情報を観測できた。さらに、IRHD試験では試料の表面形状(平面・平行)や厚さに制約があるが、TD-NMRではこれらに大きな制約がなく測定可能であることを確認できた。

3. TD-NMRの特徴

- ・ 試料の前処理ほぼ不要で、短時間で分子運動性を評価可能
- ・ 測定可能試料は液体、固体、ゲル状に対応可能
- ・ 材料のミクロな分子運動性から劣化や処理の影響を評価可能
- ・ 外観や寸法に現れにくい内部構造変化を早期検知可能

