

天然ゴムの劣化、銀ナノインクの分散状態の安定性の評価

—パルス NMR (TD-NMR) の応用例のご紹介—

構造化学研究部

木村 一雄

要 旨 パルス NMR (TD-NMR, Time Domain NMR) は、構造解析を目的とした高分解能 NMR と異なり、緩和時間を取得することに特化した手法である。NMR で得られる緩和時間の特徴として、試料の状態 (固体材料の硬さ、液体試料の分子運動など) に非常に敏感であることが挙げられる。今回はこの特徴を生かしたゴム材料の評価、およびインク材料の分散性評価を試みた例を紹介する。

1. はじめに

NMR 法 (核磁気共鳴分光法) は、静磁場に置かれた原子核の核スピンの共鳴現象を観測する手法である。強力な磁場の下で、パルス状のラジオ波を照射して核磁気共鳴を起こさせ、その応答を観測する。パルス NMR では、ラジオ波に対する系全体の時間領域の応答を観測する。時間領域の応答からは、緩和時間に関する情報が得られるため、パルス NMR では、緩和時間の違いを指標にして、定性・定量分析を行うことができる。

緩和現象は、励起された磁化が、時間の経過とともに元の熱平衡状態に戻る現象である。緩和時間は、緩和現象の速さを表すパラメータである。励起された磁化 (横磁化) が、熱平衡状態 (縦磁化) へと復帰する過程をスピン-格子緩和と呼び、その速さは縦緩和時間 T_1 で表される。一方、静磁場に垂直な平面内での磁化が、時間とともに零に近づき平衡へと復帰する過程をスピン-スピン緩和と呼び、その速さは横緩和時間 T_2 で表される。緩和時間は、分子運動性に大きく影響をうけるため、緩和時間の違いから、試料の結晶/非晶、架橋状態の評価、固体-液体間の相互作用の評価が可能である。図 1 に分子運動性と T_1 および T_2 との関係を示す。

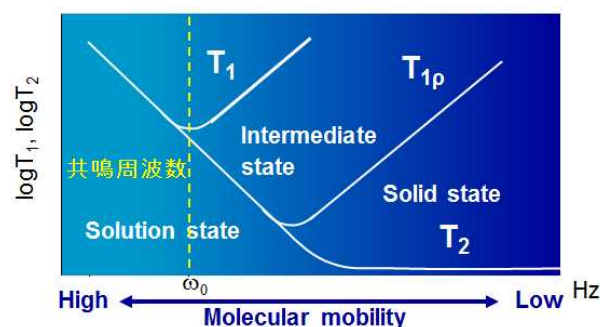


図 1 緩和時間と分子運動性の関係

2. 天然ゴムの劣化評価

パルス NMR では、劣化によるゴムの架橋構造の変化等に起因する分子運動性への影響を、緩和時間の変化として捉えることができる。ここでは、天然ゴムの劣化評価にパルス NMR を用いた例を示す。劣化品は、長期放置品であり、変色し少し脆くかつ表面が若干べたつく状態であった。



図 2 試料の外観