

# ● 固体 NMR によるシリカの化学結合状態解析

TN319

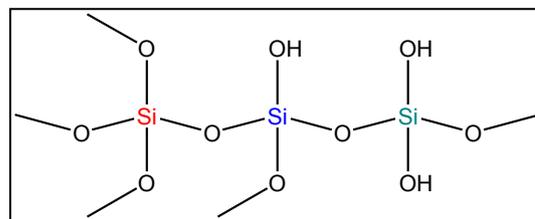
Solid-state  $^{29}\text{Si}$  NMR characterization of silica

## [概要]

固体高分解能 NMR 法は、無機化合物や有機高分子材料などを固体状態で測定し、化学構造情報の入手やダイナミクスの解析を行うことができます。近年、装置や測定技術の著しい進歩により、応用範囲や情報量が飛躍的に増大してきました。今回は基本的な例として、シリカの化学結合状態の分析例をご紹介します。

## [事例]

シリカ ( $\text{SiO}_2$ ) には、中性酸素 4 原子と結合したケイ素 ( $\text{Q}^4$ )、中性酸素 3 原子と水酸基 1 つに結合したケイ素 ( $\text{Q}^3$ ) および中性酸素 2 原子と水酸基 2 つに結合したケイ素 ( $\text{Q}^2$ ) 等が存在します。これらの状態を解析する方法として  $^{29}\text{Si}$ -固体 NMR 測定が有効です。



測定には Cross Polarization (CP) 法と Dipolar Decoupling (DD) 法があります。CP 法にはプロトン ( $^1\text{H}$ ) が近傍にないケイ素や、運動性の高い部分のケイ素のシグナルが検出されにくい特徴があります。一方、DD 法は CP 法に比べて感度が低いため測定に時間がかかりますが、すべてのケイ素のシグナルを検出ことができ、定量に適しています。

CP 法によるスペクトル (図 1) から  $\text{Q}^2$ 、 $\text{Q}^3$ 、 $\text{Q}^4$  の 3 成分が比較的短時間で検出されました。定量的には DD 法によるスペクトル (図 2) から  $\text{Q}^3$  と  $\text{Q}^4$  がおよそ 1 : 3 の比率で含まれ、 $\text{Q}^2$  は非常に少ないことがわかります。このように測定目的に合わせて測定法を選択します。

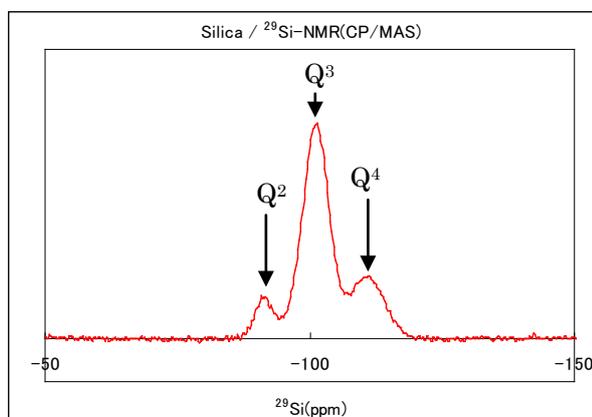


図 1. CP 法

(定性分析、測定時間 約 3 時間)

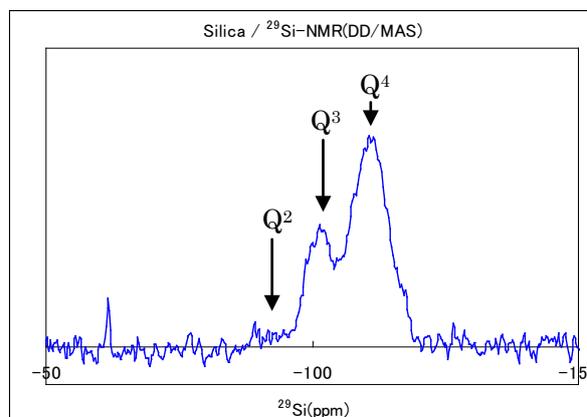


図 2. DD 法

(定量分析、測定時間 約 21 時間)