

## 【技術資料】ゼオライト - 固体 $^{27}\text{Al}$ NMR による構造解析

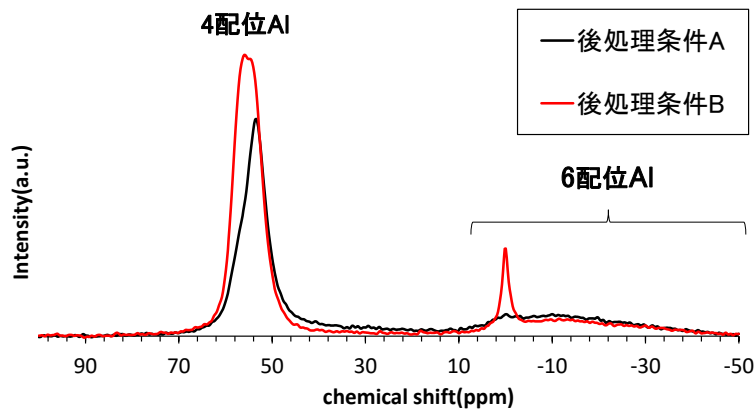
### 概要

固体核磁気共鳴法(固体 NMR)は、固体試料を非破壊でそのまま測定でき、材料の化学構造や分子の運動性を解析することが可能です。ここでは、固体  $^{27}\text{Al}$  NMR によるゼオライト構造の解析事例を紹介します。

### 分析事例

ゼオライトは骨格中に細孔を有する結晶性アルミノケイ酸塩であり、吸着材や各種触媒として幅広く利用されています。その骨格は  $\text{TO}_4$  (T=Si または Al) を基本単位とした四面体構造で、その機能を解析する際には、骨格の Al 状態の把握が重要となります。

ここでは、後処理条件の異なるゼオライトについて、Al 状態を  $^{27}\text{Al}$  MAS NMR 測定により調べました【図 1】。



【図 1】ゼオライトの  $^{27}\text{Al}$  MAS NMR スペクトル

配位数の異なる Al 成分が異なる化学シフトに観測され、ゼオライト骨格中の 4 配位 Al ピーク ( $\text{AlO}_4$ )、ゼオライト骨格外の 6 配位 Al ピークが観測されました。6 配位 Al の構造としては、 $\text{AlO}^+$ 、 $\text{Al}(\text{OH})^{2+}$ 、 $\text{AlOOH}$  等が提案されています。<sup>1)</sup>

4 配位 Al ピークを試料間比較すると、条件 B のゼオライトでピーク面積が大きく、ゼオライト骨格中の Al 量が多い傾向でした。ゼオライトでは、合成後の後処理時に骨格から Al 原子が脱離(脱アルミニウム)することが知られており、後処理条件の違いが脱アルミニウムの程度に影響したと考えられます。

一方、6 配位 Al ピークを比較すると、条件 B のシャープなピークが条件 A では観測されませんでした。条件 A の後処理によって、対称性の高い 6 配位 Al 成分がブロードな非晶質成分に変化したと考えられます。

### 参考文献

- 1) R. D. Shannon, K. H. Gardner, R. H. Staley, G. Bergeret, P. Gallezot, A. Auroux, *J. Phys. Chem.*, **89**, 4778(1985).

適用分野：固体 NMR、構造解析

キーワード：セラミックス・ゼオライト、その他無機製品