

Übung zur Vorlesung
Anorganische Chemie IV (Instrumentelle Analytik)

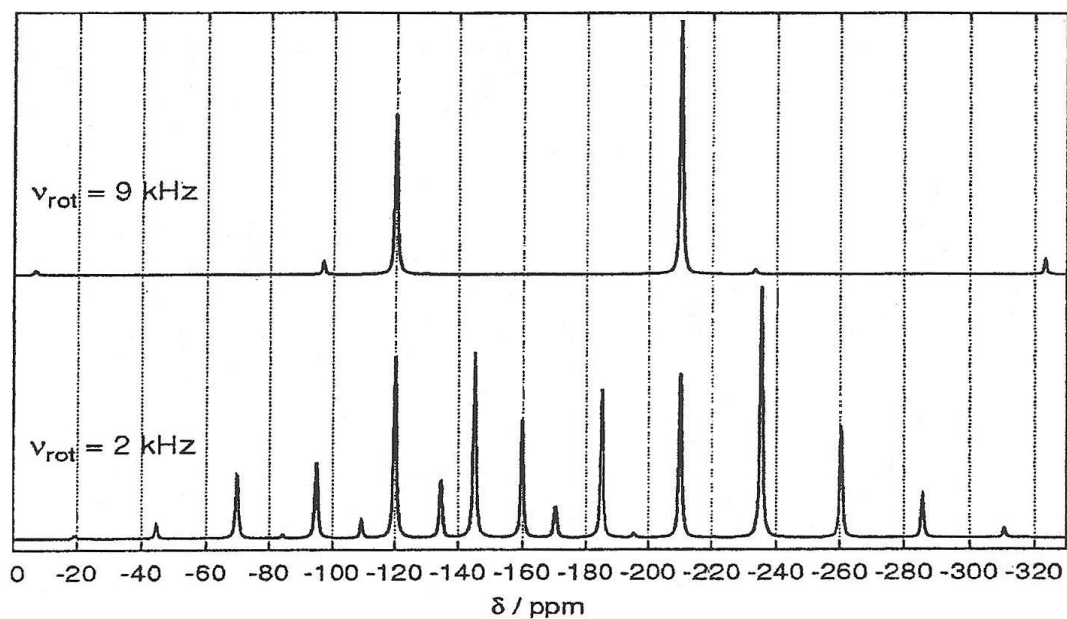
WS 19/20

Blatt 5

KW 3

Festkörper-NMR-Spektroskopie – Anwendungen

1. Ein Siliciumphosphat mit der Zusammensetzung $\text{Si}_5\text{P}_6\text{O}_{25}$ wird mit Hilfe der ^{29}Si -MAS-NMR-Spektroskopie untersucht. ^{29}Si -MAS-NMR-Spektren bei verschiedenen Rotationsfrequenzen sind in der folgenden Abbildung dargestellt.



- a) Bestimmen Sie die Lage der isotropen Resonanzen und ordnen Sie bei dem mit $\nu_{\text{rot}} = 2 \text{ kHz}$ gemessenen Spektrum die Seitenbanden zur jeweiligen isotropen Resonanz zu. Die Resonanzfrequenz beträgt 80 MHz. Geben Sie die Zahl der Seitenbanden für jede isotrope Resonanz an. Wie viele unterschiedliche Si-Spezies treten in $\text{Si}_5\text{P}_6\text{O}_{25}$ auf?
- b) Im $\text{Si}_5\text{P}_6\text{O}_{25}$ treten die Siliciumatome in tetraedrischer (zwei Äquivalente) und oktaedrischer (drei Äquivalente) Koordination auf. Um eine Zuordnung zu den Resonanzen aus Teil a) zu ermöglichen, sind die Intensitäten von ^{31}P - ^{29}Si Kreuzpolarisationsexperimenten mit variabler Kontaktzeit (Zeit während der ein Polarisationstransfer stattfindet) zu beiden Resonanzen unten abgebildet. Die Auswertung dieser sog. CP-Aufbaukurven kann in erster Näherung durch die Steigung bei kleinen Kontaktzeiten erfolgen, die ein Maß für die übertragene Polarisation pro Zeiteinheit darstellt. Die Transferrate ist dabei proportional zur Zahl der Nachbarn und indirekt proportional zum Abstand in der sechsten Potenz. Leiten Sie aus den Aufbaukurven die Koordinationspolyeder ab und ordnen Sie diese den Resonanzen aus a) zu. Begründen Sie Ihre Antwort!

