

# マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書

## ARIM User's Report

[Release : 2024.07.25] [Update : 2024.05.25]

### 課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	23NM0052
利用課題名 Title	Borosilicateガラス中のMo-95 NMRによる構造解析
利用した実施機関 Support Institute	物質・材料研究機構 / NIMS
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	外部利用/External Use
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	マテリアルの高度循環のための技術/Advanced materials recycling technologies
キーワード Keywords	核磁気共鳴/ Nuclear magnetic resonance,資源循環技術/ Resource circulation technology

### 利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名（課題申請者） User Name (Project Applicant)	安東 真理子
所属名 Affiliation	東北大学 工学研究科・工学部
共同利用者氏名 Names of Collaborators in Other Institutes Than Hub and Spoke Institutes	助永 壮平
ARIM実施機関支援担当者 Names of Collaborators in The Hub and Spoke Institutes	大木 忍
利用形態 Support Type	機器利用/Equipment Utilization,機器利用/Equipment Utilization

### 利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	NM-103 : 800MHzナローボア固体高分解能NMRシステム
---------------------------------	-----------------------------------

### 報告書データ / Report

<p>概要（目的・用途・実施内容） Abstract (Aim, Use Applications and Contents)</p>	<p>ガラス固化体として使われるガラス材料の一つであるボロシリケートは、その熔融状態におけるMoO<sub>2</sub>の溶解量によって、性能が変化する。MoO<sub>2</sub>はガラス中でマトリックスとしての役割を担っているため、その添加量に伴う局所構造解析を行うことは重要である。本研究では2022年度に引き続き、マトリックスの添加量に伴うMoの配位数変化を固体NMRによって調べることを目的とした。2022年度は測定条件、解析方法の精査を行い、配位数の違うMo種を定量的に解析できることが分かった。2023年度はより詳細な解析を行うため、Moの配位数が分かっている一連の標準試料の測定を行った。</p>
<p>実験 Experimental</p>	<p>本測定では、Moが6配位を取っているMoO<sub>3</sub>、Moが4配位を取っているNa<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>・2H<sub>2</sub>Oの測定を行った。その結果、2022年度に行った2元系のホウ化ナトリウムガラスに酸化モリブデン0-19mol%添加した試料についてのMo-95NMR結果についての各信号の同定が明確となった。測定は低周波核の為、回転同期をさせたOldfield-echoを用いて行った。また、pulse-delayについてはMoO<sub>3</sub>が180secと長く、Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>・2H<sub>2</sub>Oは120secであった。pulse-delayが予想以上に長く、2試料に関してはMoO<sub>3</sub>が積算回数1363回、Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>・2H<sub>2</sub>Oが1247回と前回測定とのホウ化ナトリウムガラスよりも少なくなったが、解析には十分なS/Nが得られた。</p>
<p>結果と考察 Results and Discussion</p>	<p>測定結果から、酸化モリブデンとNa<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>・2H<sub>2</sub>Oの四極子特有の線形が得られ、信号の位置が特定された。これをもとに、2元系ホウ化ナトリウムガラスに酸化モリブデン0-19mol%添加した試料についてのMo-95NMR結果についての各信号の同定を行った。各組成におけるスペクトルのピーク分離から、4配位と6配位、2種のMoが存在することが分かった。4配位のMoは、Siベースで低Mo添加(&lt;2mol%)において主要なMo種であることが過去の研究から報告されている。一方、高Mo添加においては6配位の存在率が増えていっていることが分かり、XASの測定からその結合価は4配位のMoよりも小さいことが分かった。固体NMRの結果と合わせて、高Mo添加におけるMo-O-Moの安定化が非常に重要であることが本実験結果から明らかとなった。</p>
<p>図・表・数式 Figures, Tables and Equations</p>	
<p>その他・特記事項（参考文献・謝辞等） Remarks(References and Acknowledgements)</p>	

### 成果発表・成果利用 / Publication and Patents

<p>DOI（論文・プロシーディング） DOI (Publication and Proceedings)</p>	
<p>口頭発表、ポスター発表および、その他の論文[1] Oral Presentations etc.</p>	<p>Glass&amp;Optical Materials Division 2023 proceedings Change in local structure near molybdenum cations with variation of MoO<sub>3</sub> content in a sodium borate glass</p>
<p>特許出願件数 Number of Patent Applications</p>	<p>0件</p>
<p>特許登録件数 Number of Registered Patents</p>	<p>0件</p>