

Zeitschrift: Archives des sciences [1948-1980]
Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève
Band: 12 (1959)
Heft: 8: Colloque Ampère : Maxwell-Ampère conference

Artikel: NMR of water sorbed on Al₂O₃
Autor: Winkler, Horst
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-739113>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 22.01.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

NMR of water sorbed on Al_2O_3

by Horst WINKLER

Physikalisches Institut der Universität Leipzig

Résumé.

La communication porte sur les mesures des temps de relaxation T_1 et T_2 de l'eau adsorbée par Al_2O_3 à la température ambiante et à la fréquence de 16 MHz; les mesures s'étendent depuis la teneur d'eau maximum de l'adsorbant jusqu'à une couche quasi monomoléculaire d'eau. Les deux temps ont été mesurés d'après les méthodes de Hahn et Carr-Purcell. Les résultats expérimentaux peuvent être expliqués en admettant les points suivants:

- 1) Lorsque la teneur en eau diminue, ce sont d'abord les macropores, puis les micropores de l'adsorbant qui se vident;
- 2) Durant la mesure, l'eau d'une espèce de pores ne pénètre pas dans l'autre espèce;
- 3) L'eau qui est adsorbée dans le voisinage immédiat de la surface de Al_2O_3 a une mobilité très réduite alors que les molécules d'eau se trouvant au-dessus ont la même liberté de mouvement que dans l'eau normale; l'échange des molécules H_2O entre les deux régions s'effectue si rapidement qu'il s'introduit un temps de relaxation moyen.

T_1 est plus grand que T_2 d'un facteur 3 à 10, ce qui s'explique de la manière suivante: T_2 de la première couche mono-moléculaire est déterminé par la diminution de mobilité des molécules de H_2O alors que le temps T_1 correspondant est déterminé par les impuretés para-magnétiques (Fe) de l'adsorbant. L'allure de la relation du temps de relaxation en fonction de la teneur en eau permet de déterminer le volume des micropores de l'adsorbant; pour les deux oxydes d'aluminium utilisés, ces résultats sont en accord à 10 ou 15% près avec les résultats obtenus par d'autres méthodes.

We have investigated the nuclear magnetic relaxation times T_1 and T_2 of water sorbed on alumina at room temperature and at about 16 Mcps starting from maximum water content to about one monomolecular layer [1]. Both relaxation times were measured by the pulse methods of Hahn and of Carr-Purcell (cf. e.g. [2]).

The results can be explained as follows: 1) If the pores of the adsorbent are filled with water, a H_2O molecule in the first layer on the alumina

will be strongly restricted in its mobility. In some distance from the wall of the pore, the water molecules are as mobile as in normal water. Therefore, the relaxation times of these two regions of the liquid are different from one another. If the lifetimes of the H_2O molecules in the regions are very small compared to the corresponding relaxation times, there exists a mean relaxation time (cf. [4]). The latter depends among other things on the water content of the two regions. 2) The alumina contains micro- and macropores. At a big water content of the sample, both kinds of pores are filled. Now we suppose the lifetimes of the water molecules in the micropores and in the macropores to be much greater than the corresponding relaxation times. Then the measurement of e.g. T_2 according to Carr-Purcell ought to result in the superposition of two exponentially decreasing curves which we indeed see on the screen of the oscilloscope. With decreasing water content of the sample, the macropores are emptied first, afterwards the micropores. From the experimental straight lines representing the relaxation times of the macropores as a function of water content, we can compute the volume of the micropores, according to the coarse theory pointed out above. Volumes of the micropores of two different Al_2O_3 (per gramm of adsorbent) determined in that way agree with the values measured by other methods within 10 to 20 percent.

A special part in our considerations play the relaxation times of the first monomolecular layer, T_{11} and T_{21} , the magnitudes of which are for instance: $T_{11} \approx 4$ ms, $T_{21} \approx 0,4$ ms. From T_{21} we derive a correlation time $\tau_c \approx 10^{-7}$ sec. For normal water $\tau_c = 0,35 \cdot 10^{-11}$ sec [3], in ice of nearly 0°C , τ_c is greater by a factor of about 10^6 [5]. The value of T_{11} corresponding to $\tau_c \approx 10^{-7}$ sec would be greater by one order of magnitude than our experimental value of T_{11} and ought to be frequency dependent, which we could not find experimentally. Therefore, the hindered motion of the adsorbed molecules cannot be the only reason for T_{11} . We suppose T_{11} to be caused by paramagnetic impurities of the adsorbent (it contains 0,01 to 0,1 percent (in weight) of iron). Then τ_c has to be substituted by the paramagnetic spin-lattice relaxation time ρ . The requirements on ρ to get T_{11} independent of the resonance field H_0 can be fulfilled [6], [8]. Especially, the situation in the first layer can be similar to that in ionic crystals containing paramagnetic impurities. This can be deduced from measurements by Bloembergen [7].

A more detailed paper will be published elsewhere.

1. WINKLER, H., *Kolloid-Z.*, *161*, 127-129, 1958.
 2. PFEIFER, H., H. WINKLER, G. EBERT, *Ann. Phys.*, *6*, 20, 322-330, 1957.
 3. LÖSCHE, A., *Kerninduktion*. Berlin, 1957.
 4. ZIMMERMANN, J. R., W. E. BRITTIN, *J. phys. Chem.*, *61*, 1328-1333, 1957.
 5. BLOEMBERGEN, N., Thesis. Leiden, 1948.
 6. SITNIKOW, K. P., *J. exp. theor. Phys. UdSSR*, *34*, 1090-1092, 1958.
 7. BLOEMBERGEN, N., *Physica*, *15*, 386-426, 1949.
 8. ——— *J. chem. Phys.*, *27*, 572-573, 1957.
-