

PROPERTIES STUDY OF Mo-SBA-1 CATALYST AND ITS ACTIVITY



Suparb Tamuang

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University
in Academic Partnership with
The University of Michigan, The University of Oklahoma,
and Case Western Reserve University

2008

511990

Thesis Title: Properties Study of Mo-SBA-1 Catalyst and Its Activity
By: Miss Suparb Tamuang
Program: Polymer Science
Thesis Advisors: Assoc. Prof. Sujitra Wongkasemjit
Prof. Toyoko Imae

Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfilment of the requirements for the Degree of Master of Science.

..... *Nantaya Yanumet* College Director
(Assoc. Prof. Nantaya Yanumet)

Thesis Committee:

..... *Sujitra Wongkasemjit*
(Assoc. Prof. Sujitra Wongkasemjit)

..... *Toyoko Imae*
(Prof. Toyoko Imae)

..... *Anuvat Sirivat*
(Assoc. Prof. Anuvat Sirivat)

..... *B. Ksapabutr*
(Asst. Prof. Bussarin Ksapabutr)

บทคัดย่อ

สุภาพ ตาเมือง : การศึกษาคุณสมบัติ และความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ โมลิบดีนัม – เอสบีเอ -1 (Properties Study of Mo-SBA-1 and Its Activity) อ. ที่ปรึกษา : รศ.ดร. สุจิตรา วงศ์เกษมจิตต์ และ ศ.โทโยโกะ อีมาเอะ 29 หน้า

การสังเคราะห์ โมลิบดีนัม-เอสบีเอ-1 ประสบผลสำเร็จเป็นอย่างดี โดยผ่านกระบวนการ โซล-เจล ที่อุณหภูมิห้อง ในสภาวะกรดเจือจาง โดยใช้ โซลาเทรนและโมลิบดีนัมไกลโคเลตเป็น สารตั้งต้น เฮกซะเดคซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์เป็นแม่แบบในการสังเคราะห์ ผล การศึกษาโครงสร้างของ โมลิบดีนัม-เอสบีเอ-1 โดยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (เอ็กซ์อาร์ดี) แสดงถึงลักษณะของลูกบาศก์ 3 มิติ ที่มีกลุ่มสเปซ เป็น $pm3n$ ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของวัสดุ เอส บีเอ-1 จากการใช้เทคนิคคิฟฟิวซ์รีเฟร็กแทนซ์อัลตราไวโอเลตวิซิเบิลพบว่า อะตอมของ โมลิบดีนัม สามารถเข้าไปในโครงสร้างของ เอสบีเอ-1 ได้มากที่สุด 5 เปอร์เซ็นต์ โดยไม่มี โมลิบดีนัมส่วนเกินที่ไม่สามารถเข้าสู่โครงสร้างของ เอสบีเอ-1 ได้ นอกจากนี้ ได้ทำการศึกษา ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งนี้ โดยศึกษาปฏิกิริยาออกซิเดชันของสไตรีนมอนอ เมอร์พบว่า โมลิบดีนัม-เอสบีเอ-1 สามารถเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันนี้ได้ดี โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้มี เพียง สไตรีนออกไซด์ และ เบนซาลดีไฮด์เท่านั้น

ABSTRACT

4972031063: Polymer Science Program
Suparb Tamuang: Properties study of Mo-SBA-1 Catalyst and Its
Activity.
Thesis Advisors: Assoc. Prof Sujitra Wongkasemjit and
Prof. Toyoko Imae 29 pp.
Keywords: Sol-Gel process/ Mesoporous silica/ SBA-1

Mo-SBA-1 was successfully synthesized via sol-gel process using silatrane and molybdenum glycolate precursors as silica and molybdenum sources, respectively, and hexadecyltrimethylammonium bromide (C₁₆TMAB) as template. Room temperature and dilute acidic were the optimum conditions for the synthesis. The X-ray diffraction (XRD) result showed the characteristics of a three-dimensional cubic structure, *Pm3n* space group. The incorporation of the molybdenum species into the SBA-1 framework was indicated by the diffuse reflectance ultraviolet-visible (DRUV) result. We found that 5 mol% of molybdenum could be introduced into the SBA-1 without any extra-framework species. The activity of the synthesized Mo-SBA-1 catalyst was investigated via epoxidation reaction of styrene monomers, and it showed high activity. The products of this reaction were only styrene oxide and benzaldehyde.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work would not have been successful without the assistance of the following fundings for the financial supports; the Postgraduates Education and Research Programs in Petroleum and Petrochemical Technology (ADB) Fund; the Ratchadapisake Sompote Fund, Chulalongkorn University; the Thailand Research Fund (TRF); the Development and Promotion of Science and Technology Talents Project (DPST).

Finally, I would like to take this opportunity to thank my advisors, Ph.D. students, all my friends and staffs for their friendly assistance, cheerfulness, suggestion, and encouragement. I had the most enjoyable time working with all of them. The acknowledgement would not be complete without saying how much I appreciate the warm support I have received from my family. My special thanks go to them for their love, care, and understanding.

TABLE OF CONTENTS

	PAGE
Title Page	i
Abstract (in English)	ii
Abstract (in Thai)	iii
Acknowledgements	iv
Table of Contents	v
List of Tables	vii
List of Figures	viii

CHAPTER

I	INTRODUCTION	1
II	LITERATURE REVIEW	3
III	EXPERIMENTAL	6
	3.1 Materials and Equipment	6
	3.2 Methodology	6
	3.2.1 Preparation of silatrane precursor	6
	3.2.2 Synthesis of mesoporous SBA-1	7
	3.2.3 Synthesis of Molybdenum Glycolate	7
	3.2.4 Synthesis of Mo-SBA-1	7
	3.2.5 Epoxidation Reaction of Styrene	8
IV	RESULTS AND DISCUSSION	9
	4.1 Characterization of precursors	
	4.1.1 Characterization of silatrane precursor	9
	4.1.2 Characterization of molybdenum glycolate precursor	10
	4.2 Characterization of Mo-SBA-1 Catalysts	11
	4.3 Activity study of Mo-SBA-1 catalyst	17

CHAPTER		PAGE
V	CONCLUSIONS AND RECOMMENDATIONS	23
	REFERENCES	24
	APPENDIX	27
	CURRICULUM VITAE	29

LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
4.1	Average pore diameter, pore volume and surface area of various calcined sample	18

LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
4.1	The structure of silatrane	9
4.2	TGA result of silatrane precursor	9
4.3	FTIR result of silatrane precursor	10
4.4	The structure of molybdenum glycolate precursor	10
4.5	TGA result of molybdenum glycolate precursor	11
4.6	FTIR result for molybdenum glycolate	11
4.7	XRD pattern for the various calcined SBA-1 samples	12
4.8	DRUV spectra for the various calcined SBA-1 sample	13
4.9	FTIR spectra of the synthesized Mo-BBA-1 materials	14
4.10	SEM image for the synthesized SBA-1 material and the model of SBA-1 particle with the plane index	15
4.11	SEM image for various calcined SBA-1 samples	16
4.12	Nitrogen adsorption/desorption isotherm for the various calcined SBA-1 samples	17
4.13	Pore size distribution for the various calcined SBA-1 samples	17
4.14	Effect of molybdenum content on epoxidation of styrene	19
4.15	Effect of reaction temperature on epoxidation of styrene	20
4.16	Effect of reaction time on epoxidation of styrene	21
4.17	Effect of catalyst used on epoxidation of styrene	21