

13C-NMR met magic angle spinning in katalyseonderzoek

Citation for published version (APA):

Hooff, van, J. H. C. (1981). 13C-NMR met magic angle spinning in katalyseonderzoek. *Chemisch Magazine*, (March), 131-.

Document status and date:

Gepubliceerd: 01/01/1981

Document Version:

Uitgevers PDF, ook bekend als Version of Record

Please check the document version of this publication:

- A submitted manuscript is the version of the article upon submission and before peer-review. There can be important differences between the submitted version and the official published version of record. People interested in the research are advised to contact the author for the final version of the publication, or visit the DOI to the publisher's website.
- The final author version and the galley proof are versions of the publication after peer review.
- The final published version features the final layout of the paper including the volume, issue and page numbers.

[Link to publication](#)

General rights

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain
- You may freely distribute the URL identifying the publication in the public portal.

If the publication is distributed under the terms of Article 25fa of the Dutch Copyright Act, indicated by the "Taverne" license above, please follow below link for the End User Agreement:

www.tue.nl/taverne

Take down policy

If you believe that this document breaches copyright please contact us at:

openaccess@tue.nl

providing details and we will investigate your claim.

¹³C-NMR met magic angle spinning in katalyseonderzoek

Uit enkele recente publikaties is bekend dat high-resolution ¹³C-NMR in bepaalde gevallen met succes kan worden toegepast voor het volgen van koolwaterstofreacties over zeolitische katalysatoren. Een mooi voorbeeld hiervan wordt getoond in figuur 1, waarin de ¹³C-NMR spectra staan afgebeeld die men heeft geregistreerd tijdens de omzetting van methanol over zeoliet H-ZSM-5 (1). Men ziet achtereenvolgens het spectrum van de uitgangsstof (methanol), de spectra van de tussenproducten (dimeethylether en alkenen) en de spectra van de eindproducten (aromaten en alkanen). Op

analoge wijze heeft men getracht de reactie van etheen over zeoliet H-ZSM-5 te volgen (2). Nadat etheen bij kamertemperatuur in contact wordt gebracht met bij 600 °C gedehydrateerde zeoliet H-ZSM-5 neemt men aanvankelijk het ¹³C-NMR spectrum van etheen waar. Met verloop van tijd neemt de intensiteit van dit spectrum af, om na enige tijd geheel te verdwijnen zonder dat een ander spectrum verschijnt. Dit gebeurt pas na verhitting boven 300 °C, waarna men spectra van gevormde alkenen en alkanen kan waarnemen.

Het verdwijnen van het ¹³C-NMR spectrum

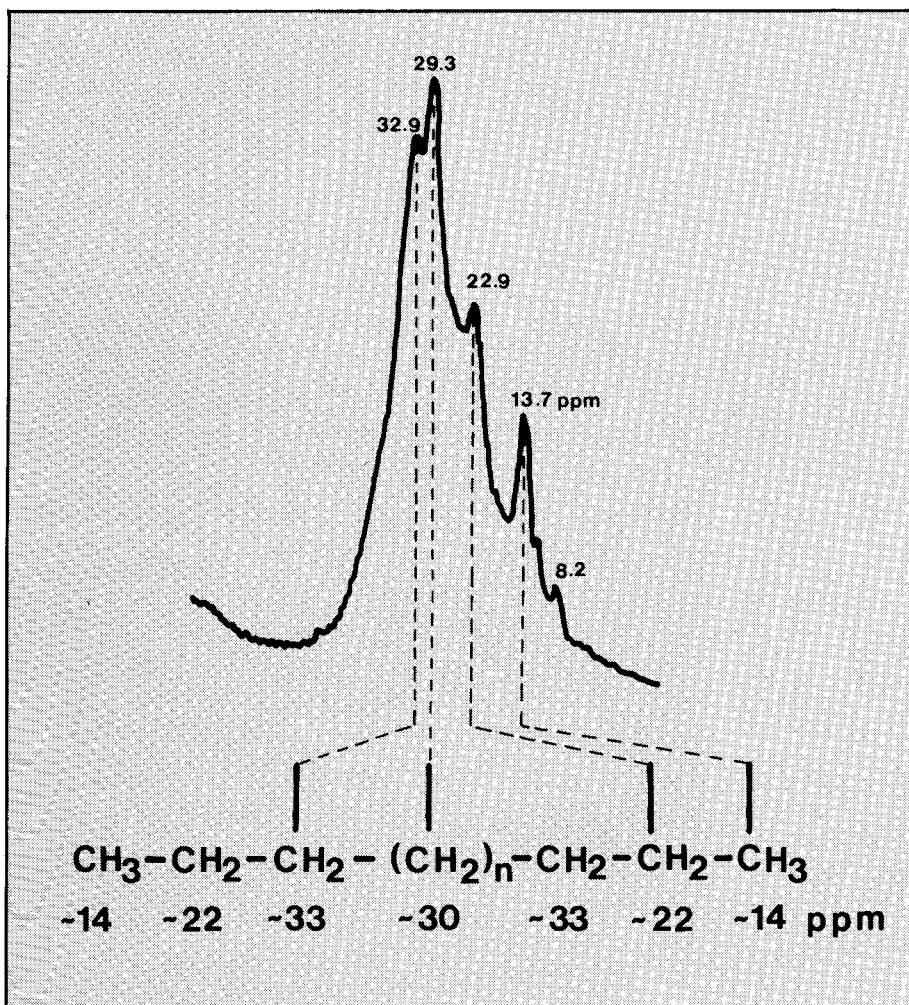
van etheen duidt erop dat onder de genoemde omstandigheden etheen wordt omgezet in reactieproducten die sterk aan het zeolietrooster zijn gebonden, zodat geen richtinguitmiddeling meer kan plaatsvinden en diensengevolge een sterke lijnverbreding optreedt. Als deze voorstelling juist is, moet door zogenaamde magic angle spinning deze lijnverbreding weer voor een belangrijk deel kunnen worden opgeheven, zodat weer wel een spectrum kan worden waargenomen.

Metingen verricht door E. M. Menger en W. S. Veeman van de Katholieke Universiteit Nijmegen en door D. Claque en G. Hays van het Koninklijke/Shell Laboratorium Amsterdam hebben dit vermoeden bevestigd. In beide gevallen werd een goed opgelost ¹³C-NMR spectrum verkregen zoals in figuur 2 is afgebeeld (3). In de figuur is tevens aangegeven dat het spectrum kan worden geïnterpreteerd door aan te nemen dat de uitgangsstof etheen in de zeoliet is omgezet in lineaire polymeren met ketens van 8 tot 10 C-atomen.

Dit voorbeeld toont aan dat deze techniek nieuwe mogelijkheden biedt voor het bestuderen van sterk aan de katalysator gebonden reactie-intermediären bij heterogeen katalytische reacties.

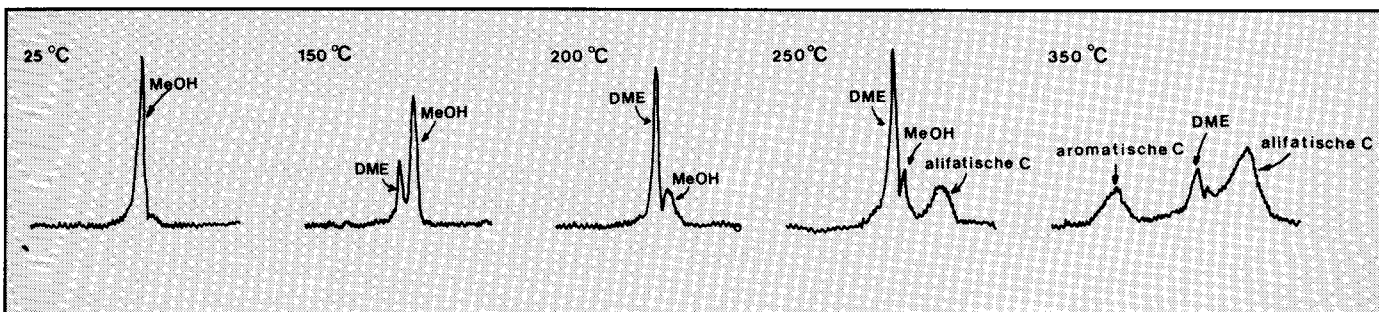
J. H. C. van Hooff

1. E. G. Derouane, P. Dejaifve, J. B. Nagy, J. H. C. van Hooff, B. P. Spekman, J. C. Vedrine en C. Naccache, *J. Catal.* **53** 40 (1978).
2. E. G. Derouane, J. B. Nagy, J. P. Gilson en Z. Gabellia, 7th Intern. Congress on Catalysis, Tokyo, 1980.
3. J. P. Wolthuizen, J. P. van den Berg, J. H. C. van Hooff, B. Imelik et al. (ed.), *Catalysis by zeolites*. Elsevier, Amsterdam, 1980, 85-92.



¹³C-NMR SPECTRUM opgenomen met MAS. (Figuur 2)

¹³C-NMR SPECTRA geregistreerd tijdens de omzetting van methanol over zeoliet H-ZSM-5(1). (Figuur 1)



Snelle spoortrein geïsoleerd met 'Kapton'

Tractiemotoren die werden ontwikkeld voor bedrijfssnelheden tot 300 km per uur zullen binnenkort ingezet worden in de snelste trein ter wereld, de TGV (très grande vitesse), die de 409 km van Parijs naar Lyon binnen twee uur aflegt.

De motoren zijn gebaseerd op 'Kapton' polyimide film, een isolatiemateriaal dat tegen hoge temperaturen bestand is. Dit materiaal is toegepast met het oog op de verbetering van de verhouding vermogen/gegewicht. Door de isolatiewikkeling van de geleider van 'Kapton' polyimide film te maken in plaats van van conventionele materialen, kwam men tot de ontdekking dat het