



รายงานการวิจัย

การเตรียมและวิเคราะห์ลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ของ
แพลลาเดียม-นิกเกิลบนตัวรองรับจากโลหะคลัสเตอร์ซึ่งประกอบด้วยธาตุ
โลหะหลายอะตอม

**Preparation and Characterization of Supported Palladium-Nickel
Catalysts from a High-Nuclearity Metal Cluster Precursor**

คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

อาจารย์ ดร. จตุพร วิทยาคุณ
สาขาวิชาเคมี สำนักวิชาวิทยาศาสตร์

ผู้ร่วมวิจัย

1. นางสาวจรรุพันธ์ วงศ์วิวัฒนา
2. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2543

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

บทคัดย่อภาษาไทย

งานวิจัยนี้ได้นำเอาคลัสเตอร์ $[PPh_4][Pd_{13}Ni_{13}(CO)_{34}]$ มาใช้ได้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงพื้นที่แทนเกลือของธาตุโลหะซึ่งเป็นวิธีดั้งเดิม โดยการจุ่มเคลือบบนตัวรองรับซิลิกา โดยศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์เพื่อกำจัดลิแกนด์คาร์บอนิลและไอออนบวก $[PPh_4]^+$ นอกจากนี้ยังมีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาจากเกลือแพลลาเดียมและนิกเกิลอะซีเตตเพื่อใช้เป็นเป็นตัวเปรียบเทียบ หลังจากนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะถูกนำมาวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมีด้วยเทคนิคต่าง ๆ ได้แก่ การวิเคราะห์สถานะของอนุภาคโลหะด้วย Powder X-Ray Diffraction (XRD) การวิเคราะห์ผิวหน้าด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) การหาพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนด้วย BET Surface Area และหาปริมาณของโลหะบนซิลิกาด้วยเทคนิค X-Ray Fluorescence (XRF) หลังจากนั้นจึงนำไปศึกษาการเกิดรีดักชันด้วยก๊าซไฮโดรเจน ด้วยเทคนิค Temperature Programmed Reduction (TPR) แล้วเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากการผสมเกลือของโลหะแพลลาเดียมและนิกเกิลด้วยวิธีการเดียวกัน ผลการศึกษาพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาจากคลัสเตอร์มีคุณสมบัติที่ดีกว่าคือมีการกระจายตัวของอนุภาคโลหะดีกว่าและขนาดของอนุภาคโลหะเล็ก และการใช้อุณหภูมิเพียง $400^{\circ}C$ ก็สามารถกำจัดลิแกนด์คาร์บอนิลและไอออนบวกของคลัสเตอร์ได้ และจาก TPR พบว่าแพลลาเดียมจับอยู่กับนิกเกิลและช่วยให้อุณหภูมิในการรีดิวซ์ของนิกเกิลต่ำลง และโลหะที่เตรียมจากคลัสเตอร์มีการกระจายตัวดีบนผิวหน้าของตัวรองรับ และอนุภาคโลหะมีขนาดเล็ก

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ

In this research cluster $[\text{PPh}_4]_4[\text{Pd}_{13}\text{Ni}_{13}(\text{CO})_{34}]$ was utilized as a precursor for heterogeneous catalyst preparation in which the solution of cluster was deposited on silica by impregnation technique. The efficiency of calcination temperature to remove carbonyl ligands and $[\text{PPh}_4]^+$ cation was investigated. In addition, catalysts will be prepared from a mixture of palladium and nickel acetate to use for property comparison. Both chemical and physical properties of the resulting catalyst materials were investigated by many techniques including Powder X-Ray Diffraction (XRD) for metal phase determination; Scanning Electron Microscopy (SEM) for catalyst surface exploration; BET Surface Area Analysis for surface area and pore volume determination; and X-Ray Fluorescence (XRF) for metal loading confirmation. The reduction temperature of catalysts from both preparations were also studied by Temperature Programmed Reduction (TPR) technique compared to the single metal catalyst reference. It was found that catalysts prepared from clusters have desired properties including small metal particles with good metal dispersion. Calcination temperature of 400°C is enough to remove carbonyl ligands and phosphonium cation. In addition, TPR results indicated that palladium was still intact with nickel and lower the reduction temperature of nickel. The catalysts prepared from cluster have good metal dispersion with small metal particles.