

## Charakterisierung von Katalysatoren mittels SEM

G. Weinberg  
Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft  
Faradayweg 4-6  
D-14195 Berlin-Dahlem

Zur genaueren Untersuchung von Katalysatoren ist es neben anderem auch wichtig, die Morphologie ihrer Oberfläche, ihre Elementzusammensetzung und –verteilung zu kennen. Ein weiterer interessanter Punkt ist die Kristallorientierung ihrer Oberflächen. Diese Informationen sind sowohl für neu entwickelte Katalysatoren notwendig wie auch für frische und gebrauchte Katalysatoren, um evtl. Veränderungen zwischen ‘vorher – nachher‘ aufzuzeigen. Das SEM (Scanning Elektronen Mikroskop) mit EDX (Elektronen Dispersive Röntgenanalyse) ist für alle diese Charakterisierungen ein geeignetes Instrument. Untersuchungen mit dem SEM erfordern außerdem einen relativ geringen Aufwand an Probenpräparation.

Eine Anzahl unterschiedlicher Signale wird durch die Wechselwirkung von Elektronenstrahl und Probe erzeugt: u. a. SE (Sekundär-Elektronen), BSE (Rückstreu- (Back Scattered) Elektronen), Röntgenquanten. Diese Signale sind die Grundlage für die verschiedenen Operationsmodi bei SEM Untersuchungen. Die Probentiefe, in der die Wechselwirkung stattfindet, ist abhängig von der Anregungsspannung (1 kV – 30 kV) und der Dichte des Probenmaterials. Sie variiert vom Nanometer- bis in den Mikrometerbereich. Das EBSP (Elektronen Back Scattering Pattern) gibt Informationen über die Kristallorientierung der Probenoberflächen, aber nur bis zu einer Probentiefe von 10 nm.

Die Charakterisierung wird an den folgenden zwei Beispielen gezeigt:

Abb. 1a und 1b zeigen eine sulfatierte  $ZrO_2$ -Schicht auf einem Si-Einkristall. Der Si-Einkristall wird gereinigt, oxidiert und mit einem sog. SAM (self assembled monolayer) belegt, der das Aufwachsen der  $ZrO_2$ -Schicht ermöglicht. Diese Schicht wird aus einer wässrigen Zirkon(IV)sulfatlösung abgeschieden. Während des Schichtwachstums bilden sich in der flüssigen Phase größere Partikel, die in die Schicht eingebaut werden bzw. an ihrer Oberfläche haften und Defekte hervorrufen. In Abb. 1a ist eine  $ZrO_2$ -Schicht mit diesen Partikeln zu sehen. Abb. 1b zeigt den gleichen Bereich nach dem Waschen mit Wasser. Hier sind Defekte an den Orten zu erkennen, an denen die Partikel abgewaschen wurden [publ. in 1,2].

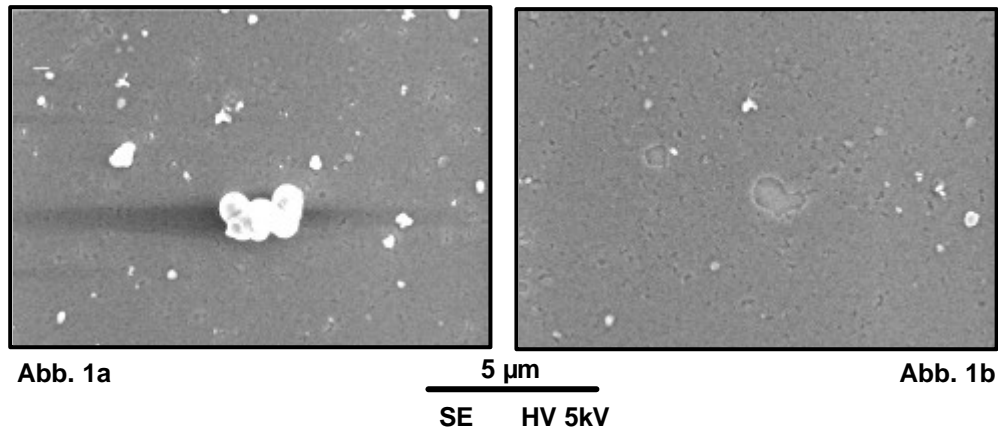
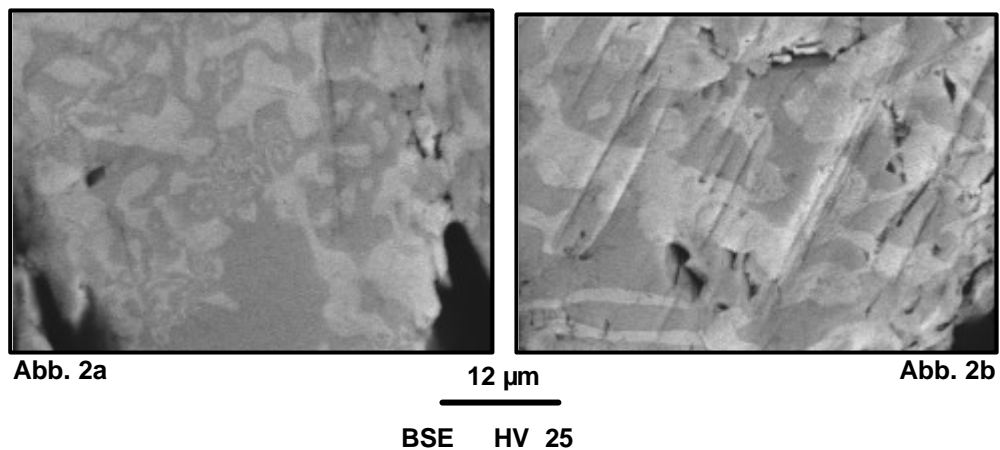


Abb. 2a zeigt die BSE-Abbildung einer  $Zr_{57}V_{36}Fe_7$  Legierung. Zr-reiche Gebiete (hell) sind umgeben von V-reichen Gebieten (dunkel) und Fe befindet sich in den V-reichen Gebieten, wie aus EDX-Spektren zu ersehen ist. Die Grenzen der verschiedenen Phasen sind nicht scharf, sondern die Phasen scheinen ineinander überzugehen.

In Abb. 2b ist die BSE-Abbildung der gleichen Legierung zu sehen, nachdem sie bei 837 K einer He-Atmosphäre ausgesetzt war. Hier sind ebenfalls die Zr-reichen Gebiete (hell) von V-reichen Gebieten umgeben (dunkel), Fe findet sich auch hier nur in den V-reichen Gebieten (EDX-Messungen). Aber die Homogenitätsbereiche der Phasen haben zugenommen, die Phasengrenzen sind schärfer geworden, d. h. die Phasen sind deutlicher voneinander getrennt [publ. in 3].



Literatur:

- [1] A. Fischer, F.C. Jentoft, G. Weinberg, R. Schlögl, T.P. Niesen, J. Bill, F. Aldinger, M.R. De Guire, M. Rühle, J. Mater. Res. **14**, 9 (1999) 3725-3733.
- [2] F.C. Jentoft, A. Fischer, G. Weinberg, U. Wild, R. Schlögl, Stud. Surf. Sci. Catal. **130** (2000) 209-214.
- [3] M.M. Günter, D. Herein, R. Schumacher, G. Weinberg, R. Schlögl, J. Vac. Sci. Technol. A16 (1998) 3526-3535