

Untersuchung nanokristalliner Zirkonoxidschichten mit Photoelektronenspektroskopie

F.C. Jentoft, A. Fischer, U. Wild, R. Schlögl

Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft
Abteilung Anorganische Chemie
Faradayweg 4-6, 14195 Berlin, Germany

Nanokristalline Zirkonoxidschichten können naßchemisch auf einem mit einer organischen Monoschicht bedeckten Siliciumsubstrat abgeschieden werden [1,2]. Die Schichten dienen als Modellsystem für sulfatiertes ZrO_2 , einem vielversprechenden Katalysator für die Alkanisomerisierung [3].

Aus wäßriger, HCl-saurer Zirkonsulfatlösung (4mmol) bei 323K über 24h abgeschiedene, ~13nm dicke Schichten wurden im Inertgasstrom getrocknet und in eine UHV-Apparatur mit Präparations- und benachbarter Meßkammer überführt. Als Referenz für die Bindungsenergie (BE) wurde das $Zr3d_{5/2}$ Signal bei 182,2 eV verwendet.

Frisch präparierte Filme hatten einen hohen Kohlenstoffgehalt aufgrund von Kontaminationen und Beiträgen von der organischen Monoschicht. Die Signale des Siliciumsubstrats waren kaum sichtbar. Das O1s Signal bestand aus zwei Spezies bei 529,7 eV (12-20% Intensität, oxidischer Sauerstoff) und 531,4 eV (80-88%, Sulfatsauerstoff und "OH").

Nach einer Behandlung bei 773K in einer 1:4 $O_2:N_2$ Mischung (1 atm) war die Oberfläche weitgehend kohlenstofffrei. Der Anteil der oxidischen Sauerstoffspezies (BE = 530,0 eV) am Gesamtsauerstoff nahm auf 33-66% zu, und das Verhältnis von oxidischem Sauerstoff zu Zirkon nahm ebenfalls zu; übereinstimmend mit voranschreitender Kristallisation von ZrO_2 beim Tempern [1]. Das $S2p_{3/2}$ Signal lag mit BE = 168,8 eV im Sulfatbereich.

In Adsorptionsexperimenten (*n*-Butan, NH_3) und bei thermischer Belastung zeigten sich die sulfathaltigen Zirkonoxidfilme stabil und damit als taugliche Modellsysteme.

- [1] M. Agarwal, M.R. De Guire, A.H. Heuer, J. Am. Ceram. Soc. **80** (1997) 2967.
- [2] A.D. Polli, Th. Wagner, A. Fischer, F.C. Jentoft, R. Schlögl, M. Rühle, in Vorbereitung.
- [3] M. Hino, S. Kobayashi, K. Arata, J. Am. Chem. Soc. **101** (1979) 6439.