Charakterisierung von Festkörperoberflächen mit Hilfe von Sondenmolekülen

Friederike C. Jentoft
Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft, Abteilung Anorganische Chemie,
Faradayweg 4-6, 14195 Berlin, Germany, email: jentoft@fhi-berlin.mpg.de

Analytische Verfahren, die die Adsorption von Molekülen an Oberflächen untersuchen, spielen bei der Charakterisierung von Festkörperkatalysatoren eine bedeutsame Rolle. Allgemein können Adsorptionsverfahren eingesetzt werden, um Informationen über eine Materialoberfläche und deren Wechselwirkung mit der Umgebung zu gewinnen. Zu unterscheiden sind (in der Reihenfolge zunehmender Komplexität):

(i) Physisorptionsexperimente, die geometrische Eigenschaften wie die Größe der Oberfläche und Porosität des Materials erfassen.

(ii) Chemisorptionsexperimente, in denen meist ein Sondenmolekül ausgewählt und möglichst ohne weitere Reaktionen adsorbiert wird. So lassen sich selektiv Oberflächenzentren - z.B. saure/basische Zentren, Redoxzentren oder kleine Metallpartikel – abtasten. Als Beispiel wird die Adsorptionskalorimetrie vorgestellt. Koppelt man ein barometrisch-volumetrisches System mit einem Mikrokalorimeter, kann man nicht nur die Adsorptionsenthalpie für eine Kombination Sondenmolekül/Adsorptionsplatz ermitteln sondern auch die Anzahl der Adsorptionsplätze mit einer bestimmten Adsorptionsenthalpie. Ergebnisse zur Adsorption von Alkanen an pulverförmigen Säurekatalysatoren auf Zirkonoxidbasis werden diskutiert.

(iii) Untersuchungen am arbeitenden Katalysator ("in-situ"), die zunehmend an Bedeutung in der Katalyse gewinnen, da so an der Reaktion beteiligte Zentren zu identifizieren sind bzw. sich katalytisch aktive Spezies u.U. erst unter Reaktionsbedingungen bilden. In-situ-Experimente sind möglich, wenn die jeweilige Methode unter Reaktionsbedingungen (Druck, Temperatur, Gasgemische) anwendbar ist und eine entsprechende Zelle konstruiert werden kann. Als Beispiel wird die Infrarotspektroskopie vorgestellt. Vor- und Nachteile der Messung in Transmission oder in Diffuser Reflexion werden besprochen. Um eine in-situ-Zelle auf ihre reaktionstechnische Tauglichkeit zu überprüfen bzw. um Oberflächenspezies als katalytisch relevant identifizieren zu können, ist eine gleichzeitige Analyse der Gasphase unumgänglich. Ergebnisse aus Untersuchungen an Zirkonoxidpulvern werden einbezogen.