

## Charakterisierung chemisch abgeschiedener nanokristalliner Zirkonoxidfilme mit Rasterkraft- und Rasterelektronenmikroskopie (AFM & SEM)

*A. Fischer, F.C. Jentoft, G. Weinberg, R. Schlögl*

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

Sulfatierte Zirkonoxide sind interessante Isomerisierungs-katalysatoren [1], deren Wirkungsweise aber unverstanden ist. Wir entwickeln ein leitfähiges und idealerweise strukturell geordnetes Modellsystem, um die Charakterisierung saurer Oberflächenzentren (mit z.B. TDS, PES) zu erleichtern. Mit Hilfe von einem self-assembled monolayer, einer organisierten Schicht langkettiger Tensidmoleküle, lassen sich auf Substraten wie Silicium aus wäßriger Lösung dünne sulfathaltige Filme abscheiden, die überwiegend aus nanokristallinem  $ZrO_2$  bestehen [2].

Der Einfluß von Abscheidedauer und -temperatur sowie des nachfolgenden Waschens und Calcinerens auf die Qualität von  $ZrO_2$ -Filmen wurde mit SEM und AFM untersucht. Abscheidung aus HCl-saurer 4mM  $Zr(SO_4)_2$ -Lösung bei 343K führt zu einem raschen Filmwachstum innerhalb weniger Stunden, jedoch bilden sich Partikel ( $\geq 200nm$ ) in der flüssigen Phase, die in die Filme inkorporiert werden und zu Defekten führen. Diese Filme sind gekennzeichnet durch eine lose oberste Schicht von schlieren- und knochenartigem Aussehen (Licht-mikroskop), die beim Waschen mit  $H_2O$  entfernt wird. Darunter befindet sich eine haftende Schicht mit einer Rauigkeit von  $R_{rms}=3,2nm$  (AFM). Bei 323K bleiben die Abscheidelösungen klar, und durchgehende Filme von 5-10 nm Dicke werden erst nach etwa 24 h erhalten. Diese Filme sind bereits im ungewaschenen Zustand glatt ( $R_{rms}=1,3nm$ ) und weitgehend defektfrei. Calcinieren bei 773K führt mitunter zur Reißbildung, aber immer zu glatteren Filmoberflächen.

[1] X. Song, A. Sayari, Catal. Rev. - Sci. Engr. **38** (1996) 329.

[2] M. Agarwal, M.R. De Guire, A.H. Heuer, J. Am. Ceram. Soc. **80** (1997) 2967.