

## Ambient Pressure XPS

XPS für die in situ und operando Untersuchung funktioneller Materialien

|                                 |   |                        |               |
|---------------------------------|---|------------------------|---------------|
| <b>Programm / Ausschreibung</b> | F&E Infrastruktur, F&E Infrastruktur, F&E Infrastruktur 2. Ausschreibung  | <b>Status</b>          | abgeschlossen |
| <b>Projektstart</b>             | 01.03.2019  | <b>Projektende</b>     | 29.02.2024    |
| <b>Zeitraum</b>                 | 2019 - 2024   | <b>Projektlaufzeit</b> | 60 Monate     |
| <b>Keywords</b>                 | Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS), Oberflächen- und Grenzflächen-Analytik, Realbedingungen („pressure/temperature gap“, „operando“, „in situ“), (Elektro)katalyse, Eisphasen |                        |               |

### Projektbeschreibung

Die Forschungsplattform Material- und Nanowissenschaften setzt sich aus 30 Forschungsgruppen und etwa 100 DoktorandInnen zusammen, die in Bereichen der anorganischen, organischen und physikalischen Chemie, der angewandten Physik, Pharmazie, Mineralogie/Petrographie und in den Materialwissenschaften tätig sind. Ein zentrales Ziel der Plattform ist es, Materialien und Konzepte für die Energiewende und gegen die globale Erwärmung zu erarbeiten.

Die Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS) ist eine zentrale Analysemethode der Plattform. XPS liefert quantitative Information über die elementare Zusammensetzung und chemische Beschaffenheit von Oberflächen. Ursprünglich ist XPS eine oberflächensensitive Analysemethode, die im Ultrahochvakuum (UHV) durchgeführt werden muss, um die Streuung der Photoelektronen an Gasmolekülen sowie Oberflächenkontamination zu vermeiden. Um XPS unter Bedingungen nahe am Umgebungsdruck auf flüssige und gasförmige Phasen anzuwenden, wurde im Jahre 1985 die Methode des ambient pressure XPS (AP-XPS) begründet. AP-XPS ist technologisch herausfordernd, jedoch zentral, um ein Verständnis für die an den Grenzflächen ablaufenden Prozesse zu erlangen und diese zu optimieren. Dabei können elektrochemische in situ Messungen direkten Einblick in die Vorgänge an der fest/flüssig Grenzfläche gewähren, was für das Verständnis von Reaktionsabläufen in Brennstoffzellen und Batterien, aber auch für die Korrosion und Passivschichtbildung essentiell ist. Die fest/gas Grenzfläche ist für Festoxid Brennstoff- und Elektrolysezellen (SOFC/SOEC) relevant. Diese arbeiten bei hohen Temperaturen um 800°C im direkten Kontakt mit teilweise verkokenden und reaktiven Gasen (CO, H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> etc.) und benötigen daher optimierte katalytische und Festkörper-elektrochemische Grenzflächeneigenschaften bei hoher struktureller und chemischer Stabilität. Tieftemperatur-Reaktionen spielen für unser Verständnis von Gefrierprozessen und -schäden eine wesentliche Rolle, insbesondere aber auch für die Frage nach Reaktionen in Eisumgebungen, wie etwa im Gletschereis, auf Kometen oder im interstellaren Staub, in denen sich Aminosäuren und Moleküle des Lebens bilden können. Dies wurde unter in situ Bedingungen bisher weltweit noch nie untersucht. Somit spannen die Bedingungen, die mit AP-XPS untersucht werden sollen, einen extrem weiten Temperatur- (-269°C - 1000°C) und Druckbereich (Ultrahochvakuum bis Atmosphärendruck) auf. Aktuell sind diese Bedingungen nur äußerst eingeschränkt zugänglich. AP-XPS wird im Labormaßstab weltweit nur in wenigen Gruppen betrieben, daher ist sowohl das Gerät als auch die neuartige Kombination von wissenschaftlichen Themen

für die Forschungslandschaft in Österreich einzigartig und wird die Bildung neuer Kooperationen stimulieren. Somit werden noch nie dagewesene Einsichten und Spitzen-Forschungsprojekte möglich.

## **Abstract**

The research platform Materials- and Nanosciences (Advanced Materials) at the University of Innsbruck interconnects about 30 research groups including about 100 Ph.D. students in the fields of inorganic, organic and physical chemistry, applied physics, pharmacy, mineralogy/petrography and materials sciences. A central goal of the platform is research in the area of materials and concepts for energy conversion and storage.

A key technique used for studying all the materials employed in the research fields by the consortium is analysis by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). XPS provides quantitative information on the elemental composition and chemical specificity of surfaces. Conventional XPS is inherently a surface sensitive characterization technique and requires ultra-high vacuum (UHV) conditions to avoid electron scattering with gas molecules as well as surface contaminations. To apply XPS to liquid and gas phases under near ambient pressure conditions, the methodology of ambient pressure XPS (AP-XPS) was pioneered in 1985. AP-XPS is technologically very challenging, and yet central to gain understanding of the processes at interfaces in order to optimize them. In this context, electrochemical in situ investigations can provide direct insight in the processes at the solid/liquid interface, which is of great importance for the understanding of reaction pathways and mechanisms in fuel cells and batteries, and of corrosion and passive layer growth phenomena. The solid/gas interface is relevant to solid oxide fuel and electrolyzer cells (SOFC/SOEC). These function at temperatures as high as 800°C in direct contact with partially coking and reactive fuels (CO, H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, etc.) and therefore need optimized and solid-state-electrochemically suited interface properties coupled with high structural and chemical stability. Low-temperature reactions play a central role for our understanding of freezing-processes and -damage. Especially interesting are chemical reactions in ice-environment, such as in glacier ice, on comets or interstellar dust, where possibly even amino-acids and other molecules of life can form. Yet, this has never been investigated under in situ conditions. Thus the conditions that shall be studied with AP-XPS span an extremely large temperature (-269°C - 1000°C) and pressure range (ultrahigh vacuum to atmospheric pressure).

At the moment, these conditions are hardly available. Stand-alone laboratory AP-XPS machines are only operated by very few groups in the world. Therefore, both the instrument and the novel combination of scientific topics are unique for the scientific community in Austria and will stimulate new collaborations, which will allow for unprecedented insights and cutting-edge research projects.

## **Projektpartner**

- Universität Innsbruck