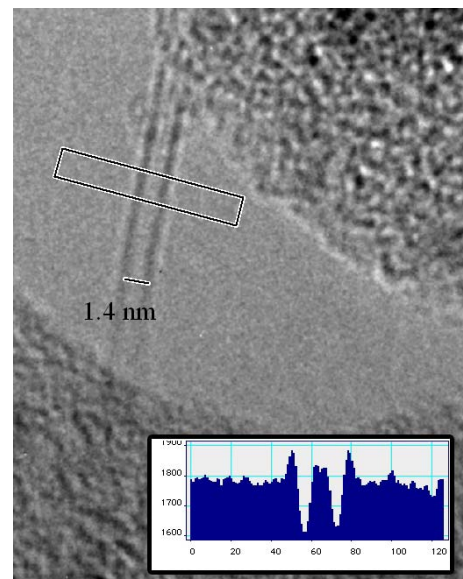
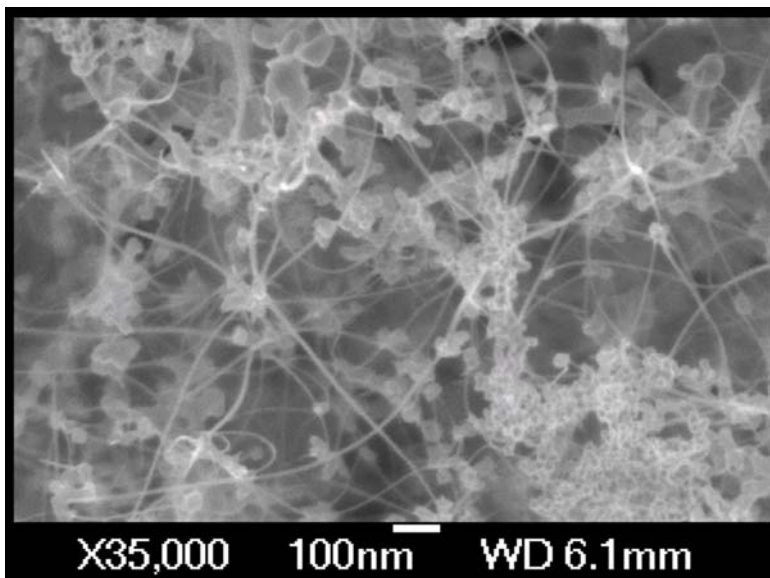


Gliederung

1. Kurzfassung
2. Einleitung
3. Anwendungen von Nanoröhrchen
4. Der erste Versuch
5. CVD-Methode
 - 5.1 Theorie
 - 5.2 Experimente
6. Singlewall-Nanotubes
 - 6.1 Theorie
 - 6.2 Bau der Kammer
 - 6.3 Experimente
 - 6.4 Kohlenstoff
 - 6.5 Weitere Versuche
7. Proben unter dem Elektronenmikroskop
8. Erster Erfolg
9. Bucky Paper
10. Dank
11. Linkliste

1 Kurzfassung

Die erst 1991 entdeckten Kohlenstoff-Nanoröhrchen haben in Forschung und Industrie aufgrund ihrer besonderen Eigenschaften für viel Aufsehen gesorgt. Auch wir waren von den nur ein bis zwei Nanometer breiten Röhren schnell fasziniert und wollten es schaffen, diese auch bei uns in der Schule zu erzeugen. Dazu probierten wir verschiedene Möglichkeiten aus, wie z.B. eine einfache Konstruktion aus Haushaltsgegenständen in der wir mit Hilfe eines Lichtbogens zum Erfolg kommen wollten. Da uns hier die Ergebnisse aber nicht überzeugen konnten, erprobten wir auch eine chemische Methode in einer selbstgebauten CVD-Kammer. In diesem mit Acetylen gefüllten Glasbehälter ließen wir unsere ersten Nanotubes auf einem Siliziumbruchstück wachsen. Unsere Proben untersuchten wir mit einem Rasterelektronenmikroskop der RWTH Aachen. Ein Nachteil war allerdings, dass das von uns verwendete Gas eine große Gefahrenquelle darstellte. Außerdem war auf diesem Weg nur die Herstellung von den für uns weniger interessanten Multiwall-Nanoröhrchen möglich. Deswegen überlegten wir uns eine Möglichkeit um auch Singlewall-Carbon-Nanotubes zu erzeugen. Hierzu entwickelten und bauten wir eine neue Versuchskammer, in der wir in einer Schutzgasatmosphäre mittels eines Schweißgeräts einen Lichtbogen zündeten. Nachdem wir die Probleme beim Bau gelöst hatten, mussten wir uns aber noch mit einem bisher unbeachteten, aber sehr wichtigen Aspekt beschäftigen: unserem Kohlenstoff. Zuerst verwendeten wir nur die Graphitelektroden aus der Lichtbogenlampe der Schule. Später probierten wir in unserer Kammer andere aus Kohlenstoff bestehende Materialien aus und stellten fest, dass sich nur reine Graphitstäbe eigneten. Zum Herstellen von einwandigen Nanoröhrchen mussten wir diesen jetzt noch Katalysatoren hinzufügen. Dazu verwendeten wir ein Nickel-Yttrium-Gemisch. Nach vielen Fehlversuchen schafften wir es, in unserer Lichtbogenkammer ein Kohlenstoffgewebe zu erzeugen. Mittlerweile konnten wir mittels hochauflösender transmissionselektronenmikroskopischer Aufnahmen beweisen, dass dieses aus Singlewall-Nanotubes besteht. Weitere Testreihen, in denen wir z.B. den Druck und das Mischungsverhältnis unserer Katalysatoren variierten, ließen uns unsere Versuche weiter optimieren. Zurzeit arbeiten wir daran, aus unseren Proben „Bucky Papers“ herzustellen, die uns einen Nachweis unserer Singlewall-Nanotubes mit schulischen Mitteln ermöglichen würden. Erste Versuche mit unseren Prototypen lassen uns hoffen, dass wir praktische Anwendungen wie künstliche Muskeln oder Gassensoren in naher Zukunft verwirklichen können.



2 Einleitung

Ein Forschungsthema, mit dem sich aktuell viele Studien beschäftigen, ist die Nanowelt. In diesem Bereich, der noch einmal um den Faktor 1000 kleiner als die heutige Mikroelektronik ist, muss man interdisziplinär zusammenarbeiten, da physikalische Gesetze, chemische Stoffeigenschaften und biologische Prinzipien zu berücksichtigen sind. Zusätzlich deuten sich viele Anwendungen in der Miniaturisierung von technischen Bauelementen an. Hier hat in den letzten Jahren eine neue Kohlenstoff-Modifikation, das sogenannten Nanoröhrchen, für viel Interesse gesorgt. Nanoröhrchen können, bei einem Durchmesser von nur ein bis zwei Nanometern, bis zu mehrere Mikrometer lang werden und sind damit die kleinsten bekannten röhrenförmigen Gebilde. In der Natur können zum Beispiel Lipide ähnliche Röhren bilden. Künstliche Nanoröhrchen wurden 1991 in Japan entdeckt und aufgrund ihrer außergewöhnlichen Eigenschaften sind sie mittlerweile zu einem der zukunftsträchtigsten Themen in der Materialforschung geworden. Heute ist es sogar möglich, sie aus verschiedenen Stoffen oder Stoffmischungen herzustellen. Wir haben uns bei unserem Projekt aber für Kohlenstoff-Nanoröhrchen entschieden.

Lange Zeit gab es vom Kohlenstoff nur zwei bekannte Modifikationen: Graphit und Diamant. Eine dritte, die Fullerene, wurde erst im Jahr 1985 entdeckt. Fullerene sind Kohlenstoffverbindungen von mindestens 60 Atomen (C_{60}), die sich in 5er und 6er Ringen zusammenschließen und eine Kugel formen. Aber trotz des hohen entgegengebrachten Interesses schafften die Fullerene es bisher nicht über den Status der Grundlagenforschung hinauszukommen. Hier scheinen es die Nanoröhrchen aufgrund ihrer herausragenden, praktisch nutzbaren Eigenschaften leichter zu haben.

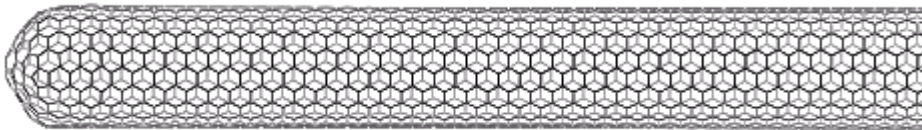


Abb. 2.1: Struktur eines Kohlenstoff-Nanoröhrchens

Bei den Carbon-Nanotubes gibt es zwei verschiedene Arten, die sich im Aufbau unterscheiden: Multiwall- und Singlewall-Nanotubes. Wie der Name schon sagt, bestehen die Wände der Multiwall-Nanotubes aus mehreren Schichten, während die Singlewall-Nanotubes nur eine einzelne Wand haben. Diese Wände sind einzelne Graphitschichten, die spiralförmig zu einer Röhre aufgerollt sind. Diese einwandigen Nanoröhrchen können, je nach Richtung des Aufrollvektors, entweder elektrisch leitfähig sein oder nicht.

Unsere bisherigen Recherchen hatten uns neugierig gemacht. Jetzt wollten wir es schaffen auch bei uns an der Schule solche Nanotubes zu erzeugen.

3 Anwendungen von Nanoröhrchen

Insbesondere die Carbon-Nanotubes haben uns fasziniert, da es hier sehr weitreichende Verwendungsmöglichkeiten gibt. Bisher wurden zwar nur in wenigen Bereichen praktische Anwendungen realisiert, aber vieles deutet auf eine Revolution in der Materialforschung hin. So sind die Röhren, da sie technisch eindimensional sind, quasi ballistische Leiter und leiten sowohl Strom als auch Wärme ideal. Ein weiterer interessanter Punkt ist ihre hohe Stabilität bei geringem Gewicht. Verglichen mit Stahl wiegen sie nur 1/6 und sind ca. 500mal zugfester. Dabei richten sie sich sogar nach einer Verbiegung von 120° wieder in ihre ursprüngliche Position und „heilen“ kleinere Schäden in ihrem Gefüge selbst.

Zurzeit versuchen Forscher dieses neue Wundermaterial in Geräte zu integrieren. Dies wird wahrscheinlich als erstes in LCD-Displays, wo die Feldemitter ersetzt werden, passieren. Große Firmen wie IBM arbeiten im Moment daran ganze Stromkreise aus Nanoröhrchen zu bauen und wollen es so schaffen, die fast ausgereizte Silizium-Technologie zu ersetzen. So hat Infineon vor kurzer Zeit den ersten Prototypen eines leistungsfähigen Transistors vorgestellt. Andere Institute setzen so genannte „Bucky Papers“ zusammen, die sich durch zufügen von Elektronen strecken, und bauen mit ihnen neuartige „künstliche Muskeln“ (Aktuatoren). Doch auch andere Ideen, wie z.B. neuartige Detektoren für verschieden Gase scheinen mit Nanoröhrchen realisierbar zu sein.

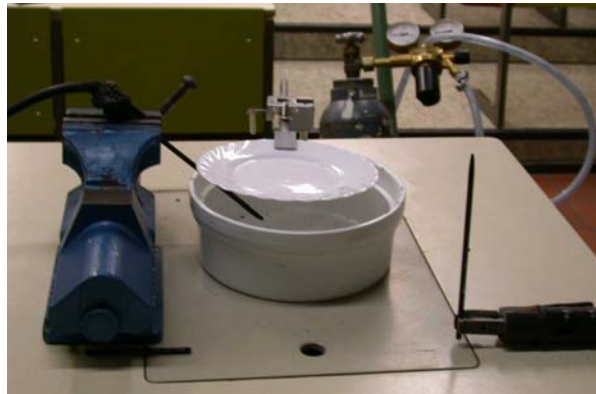
4 Der erste Versuch

Zur Herstellung von Kohlenstoff-Nanoröhren gibt es drei verschiedene Möglichkeiten:

- 1.) die CVD-Methode
- 2.) die Laser-Methode
- 3.) die Lichtbogen-Methode

Nach langen Recherchen entschlossen wir uns dazu die Nanoröhren mit Hilfe eines Lichtbogens herzustellen. Der Vorteil dieser Methode lag darin, dass wir den Versuchsaufbau auf für uns verfügbare Materialien reduzieren konnten und nicht, wie bei den anderen Techniken, ein starker Laser oder ein großer Ofen nötig war. Mit einer Porzellanschüssel, einem Porzellanteller und einem Schweißgerät wollten wir unsere ersten Nanoröhrchen erzeugen. An das Schweißgerät schlossen wir Graphitstäbe, die wir aus der Lichtbogenlampe unserer Schule hatten, an und benutzten diese als Elektroden.

Abb. 4.1:
Unser erster
Versuchsaufbau



Damit sich die Kohlenstoffatome, die im Lichtbogen vom Graphitstab gelöst werden, miteinander verbinden und so Nanoröhren formen können, ließen wir in die Schüssel Argon strömen. Das Argon sollte als Schutzatmosphäre dienen, damit der Kohlenstoff nicht oxidiert.

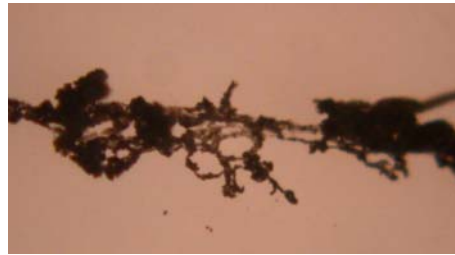
Nach mehreren Versuchen erhielten wir auch schon recht ansehnliche Ergebnisse:

Abb. 4.2: Kohlenstoff-Fäden
auf unserem Porzellanteller -
Hatten wir schon Nano-
röhrchen erzeugt?



Da wir keinen Katalysator verwendet haben, sollten sich Multiwall-Nanotubes bilden. Die Rückstände, die sich an unserem Teller nach einigen Versuchen abgesetzt hatten, konnten sogar schon solche enthalten.

Abb. 4.3: Mit einem Lichtmikroskop vergrößerte Ablagerungen auf unserem Porzellanteller



Allerdings konnten wir bisher nur sehr geringe Mengen Ruß herstellen und der Versuch war nur selten reproduzierbar. Deshalb recherchierten wir weiter und suchten nach einer neuen Möglichkeit, mit der wir Nanoröhren einfach herstellen konnten.

5 CVD-Methode

5.1 Theorie

Nach unserem ersten Versuch kamen wir zu dem Schluss, dass es vielleicht hilfreich wäre sich einmal eine fertige Apparatur zur Nanoröhrensynthese anzuschauen. Deswegen fuhr Meike zum Max-Planck-Institut für Festkörperphysik in Stuttgart, wo Nanotubes hergestellt werden.

In Stuttgart angekommen, konnte Meike die Apparaturen angucken und sie sogar in Betrieb nehmen. Unser Interesse galt hier besonders der CVD-Methode. Diese basiert darauf, dass ein Substrat, beispielsweise Silizium, mit einem Katalysator (Metalle wie Nickel, Eisen oder Kobalt) bestückt wird. Dieses Substrat kommt nun in einen Ofen, der auf 690-900°C erhitzt wird und durch den ein kohlenstoffhaltiges Gas, z.B. Acetylen, strömt. Durch die Hitze wird dieses Gas in seine atomaren Bestandteile zersetzt, d.h., es entsteht auch atomarer Kohlenstoff. Dieser Kohlenstoff setzt sich nun an den Katalysatorteilen fest und Nanoröhren wachsen. Wie genau dieses Wachsen funktioniert ist noch nicht bekannt. Entweder die Kohlenstoffatome setzen sich auf den Katalysator und wachsen darauf zu Nanoröhren (Root Growth), oder sie schieben sich unter den Katalysator und wachsen unter ihm (Tip Growth).

Der Bau eines solchen Ofens erschien uns aber als zu kompliziert und aufwendig für unsere Schulversuche.

Glücklicherweise lernte Meike am Max-Planck-Institut zufällig jemanden kennen, der diese Methode vereinfacht hat. Anstatt einen ganzen Ofen zu bauen, bestand Herrn Kaempgens Apparatur aus einer einfachen Kuppel mit Boden. In diesem Boden waren Anschlüsse für Gas und eine kleine Halterung, auf die die Substrate gelegt wurden. Nur diese Halterung wurde nun aufgeheizt.



Abb. 5.1.1: CVD-Kammer in Stuttgart

Wir fanden dies eine sehr gute Idee und entwarfen unsere eigene kleine Kammer:

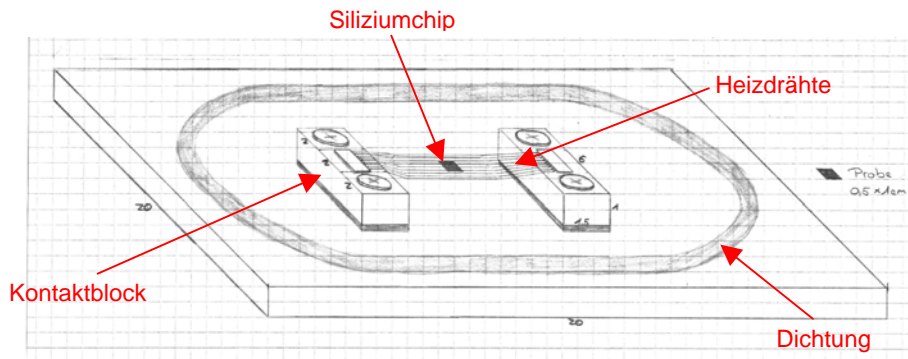


Abb. 5.1.2: Zeichnung des Bodens unserer CVD-Kammer

Die Zeichnung setzte Benedikt mit Hilfe einer Vaku-
umglocke als Deckel und einer Plexiglasplatte als
Boden um. Der Vorteil des Plexiglases lag darin, dass
im Gegensatz zu einem Metallboden eine besondere
Isolierung der Heizdrähte nicht nötig war. Darauf
setzte er zwei Aluminiumprofile und spannte mittels
2mm großen Löchern einen Chrom-Nickel-Draht zwi-
schen ihnen auf. Mit der richtigen Dichtmatte ver-
sehen konnten nun die Alublöcke mit Schrauben am
Plexiglas befestigt und die Stromkabel direkt an den
Schrauben angeschlossen werden. Zusätzlich musste
noch ein Stutzen für den Anschluss der Vakuum-
pumpe und des benötigten Gases eingebaut werden.
Hier kamen uns die handwerklichen Fähigkeiten von
Benedikt zugute, der alle handwerkliche Arbeit an
unserem Projekt selbst durchführen konnte.



Abb. 5.1.3: Unsere CVD-
Kammer

5.2 Experimente

Nachdem unsere CVD-Kammer fertig war, wollten wir diese auch sofort in Betrieb
nehmen. Hierzu brauchten wir nur noch das schon erwähnte kohlenstoffhaltige
Gas. Acetylen erschien uns hier am besten geeignet, da dieses beim autogenen
Schweißen verwendet wird und daher einfach zu besorgen war. Doch während wir
unseren Versuch aufbauten, zeigte uns unser Lehrer das Sicherheitsdatenblatt für
Acetylen. Nachdem wir uns die Blätter durchgelesen hatten, waren wir nicht mehr
so sicher, ob wir die Kammer wirklich in Betrieb nehmen sollten.

Acetylen ist ein chemisch instabiles Gas. Es explodiert sogar ohne Luft beim Erwär-
men oder bei hohem Druck, d.h., dass es sich bei diesen beiden Vorgängen schnell
in Kohlenstoff und Wasserstoff zersetzt, was einer Explosion ähnlich ist. Zusätzlich
bildet es mit Luft ein sehr explosionsfreudiges Gemisch. Mit Kupfer, Silber und
Quecksilber bildet es explosionsfähige Acetylide. Außerdem besteht Explosionsge-
fahr beim Umfüllen von Acetylen. Bei unvollkommenen Verbrennungen kann Koh-
lenmonoxid entstehen und bei Ausströmung des Gases besteht Erstickungsgefahr.

Dies erschien uns doch zu gefährlich und so entschlossen wir uns, das Experiment
erst einmal in einer kleineren Kammer auszuprobieren.

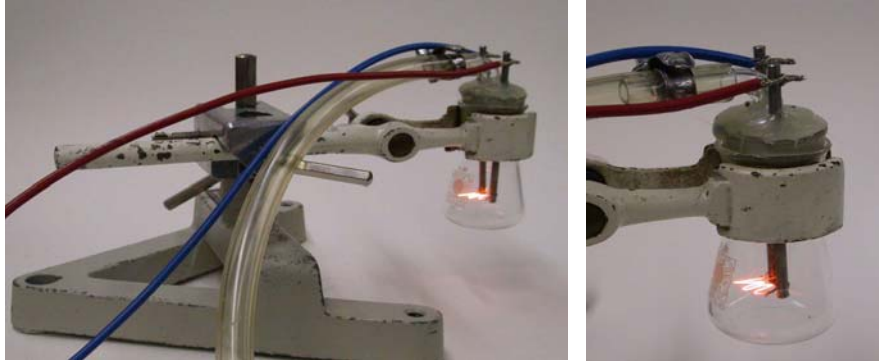


Abb. 5.2.1: Unsere neue, ungefährlichere CVD-Kammer

Für unsere neue Kammer verwendeten wir einen wesentlich kleineren Glasbehälter. An diesen schlossen wir wieder die Vakuumpumpe und das Acetylen an. Zum Erhitzen des Substrats verwendeten wir wieder einen Chrom-Nickel-Draht, den wir zwischen zwei Eisenschrauben spannten.

Auf diesen Draht legt man nun, genau wie bei unserer alten Kammer, die Probe und erhitzt sie während sich Acetylen in der Kammer befindet.

Bevor wir nun aber mit den Versuchen anfangen konnten, mussten wir unsere Proben fertig stellen. Wir wollten Eisen als Katalysator auf der Oberfläche eines Siliziumbruchstücks benutzen.



Abb. 5.2.2: Siliziumstück auf rotierender Streichholzsachtel

Dies war aber nicht so einfach wie wir uns das am Anfang vorgestellt hatten.

Um Eisen auf die Oberfläche des Siliziumstückes zu bekommen, überlegten wir uns zwei Wege:

Beim ersten benutzten wir Eisennitrat und tröpfelten dieses auf das Siliziumstück. Damit sich die eisenhaltige Lösung auch gleichmäßig verteilt, bauten wir einen Magnetrührer so um, dass der Magnetstab des Rührers eine Streichholzsachtel drehte. Hierauf befestigten wir das Siliziumstück. Wenn man nun einen Tropfen Eisennitrat auf das rotierende Stück fallen lässt, wird dieser

von der Zentrifugalkraft nach außen geschleudert und verteilt sich damit gleichmäßig auf dem Silizium. Diesen Vorgang wiederholten wir bis die Oberfläche gut mit Eisen überzogen war und die Kohlenstoffatome viele Ansatzpunkte zum Wachsen hatten.

Bei der zweiten Methode wollten wir mit Hilfe unserer alten Kammer Eisen aufdampfen. Anstelle des Chrom-Nickel-Drahtes spannten wir nun einen Eisendraht ein. Auf einem der Blöcke befestigten wir ein Stück Kupferblech so, dass sich ein auf der Unterseite befestigter Siliziumchip genau über dem gespannten Draht befindet. Unter Vakuum erhitzen wir den Eisendraht so stark, dass er verdampfte und sich die Eisenatome am Silizium niederschlagen konnten.

Eine der fertigen Proben legten wir jetzt auf den Draht in unserer kleinen Kammer.

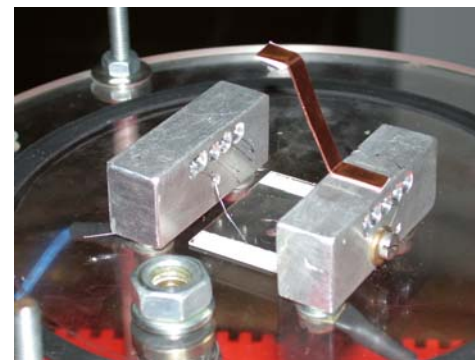
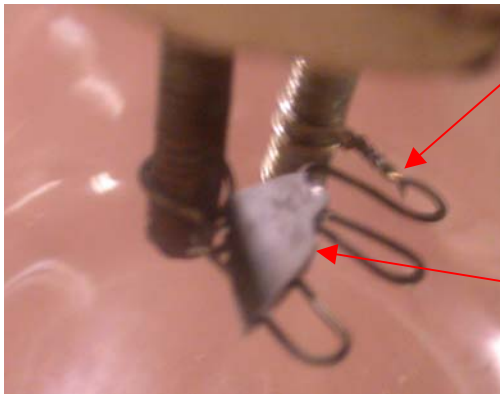


Abb. 5.2.3: Vorrichtung zum Aufdampfen von Eisen auf unserem Siliziumstück



Chrom-Nickel-Draht

Abb. 5.2.4: Unser Siliziumstück auf dem
Chrom-Nickel Draht in unserer kleinen
CVD-Kammer

Siliziumbruchstück

Um dem Acetylen keinen Reaktionspartner zu bieten spülten wir unsere Kammer mehrfach mit Argon bevor wir eine C_2H_2 -Atmosphäre mit 300mbar erzeugten. Zur Sicherheit hatten wir unseren Versuchsaufbau unter den Abzug in der Biologie gestellt und verließen jetzt samt den Gasflaschen den Raum. Aus sicherer Entfernung zündeten wir vom Flur aus den Versuch. Nach einigen Minuten schalteten wir den Strom wieder ab und betraten den Raum. Die Kammer war trotz unserer Befürchtungen ganz geblieben und es war sogar eine leichte schwarze Färbung auf der Probe zu erkennen, wie wir es uns erhofft hatten. Diesen Versuch wiederholten wir nun mit der anderen Probe.

6 Singlewall-Nanotubes

6.1 Theorie

In den bisherigen Versuchen mit unserer CVD-Kammer haben wir versucht Multiwall-Nanotubes zu erzeugen. Aber trotz unseres neuen Verfahrens zur Herstellung blieb das Problem, dass wir unsere bisher erzeugten Proben nur unter einem Elektronenmikroskop hätten untersuchen können. Zwischenzeitlich hatten wir zwar daran gedacht unsere Nanoröhrchen mittels einer Spannungsmessung nachzuweisen, aber damit hätten wir zwar die Existenz von Kohlenstoff, aber nicht dessen Modifikation beweisen können.

Also setzten wir uns als neues Ziel Singlewall-Nanotubes zu erzeugen. Hier fiel uns ein Beweis wahrscheinlich leichter, da über diese wesentlich mehr bekannt ist. Nur leider ist es mit der CVD-Methode nicht möglich solche einwandigen Röhrchen zu erzeugen, weshalb wir wieder umsteigen mussten. Darüber waren wir aber eigentlich nicht unglücklich, da sogar bei unserer kleinen Kammer noch ein relativ hohes Restrisiko bestand und die Ausbeute sehr gering war.

Auch die Laser-Methode war für uns nicht geeignet, da uns das hierzu benötigte Material (zwei starke Laser) nicht zur Verfügung stand. Also kehrten wir wieder zu unserem ersten Lichtbogen-Versuch zurück.

Um Singlewall-Nanotubes zu erzeugen mussten wir unserem Kohlenstoff jetzt noch einen Katalysator zufügen. Allerdings eignete sich unser alter Versuchsaufbau nicht besonders gut für unsere weiteren Experimente, da er doch noch recht unzuverlässig war. Wir mussten eine neue Kammer bauen in der es möglich war einen Unterdruck und eine reine Schutzgasatmosphäre zu erzeugen. Auch hier wollten wir den Lichtbogen über ein Elektroschweißgerät, das Graphitstäbe als Elektroden benutzt, herstellen.

6.2 Bau der Kammer

Auf der Suche nach einer neuen Kammer probierten wir einige Gefäße aus, fanden aber kein geeignetes. Entweder hielten sie dem Unterdruck oder der enormen Hitze nicht stand. Wir brauchten ein massives Rohr, am besten aus Stahl. Aber eine Anfertigung wäre sehr teuer gewesen. Da wir wussten, dass solche oft für Versuchsaufbauten in Universitätslabors verwendet werden, fragten wir an der Universität in Bonn an. Diese konnten uns tatsächlich ein altes, bei ihnen ausrangiertes Stahlrohr zur Verfügung stellen. Für dieses fertigte Benedikt auf der Drehbank für jede Seite einen 4mm dicken Aluminiumdeckel.

Jetzt blieb nur noch das Problem unsere Graphitstäbe während des Versuchs nachzuführen um den Lichtbogen aufrecht zu erhalten. Diese mussten zusätzlich von den Aluminiumplatten (1) isoliert und luftdicht sein. Der Bau dieser Komponente gestaltete sich als sehr schwierig. Trotzdem schaffte es Benedikt eine Lösung zu finden. Dazu drehte er zuerst ein 4cm großes Loch zentral aus den Seitenplatten und presste einen Kunststoffzylinder (2) ein. In die Mitte des Zylinders drehte er eine Führung für die 16mm großen Stangen (3), an deren Spitzen sich die Graphitelektroden (4) befinden sollten. Zum Abdichten wurde jetzt in eine eingefräste Nut noch ein O-Ring (5) eingesetzt und die Konstruktion mit einer Aluminiumplatte (6) zusammengepresst.

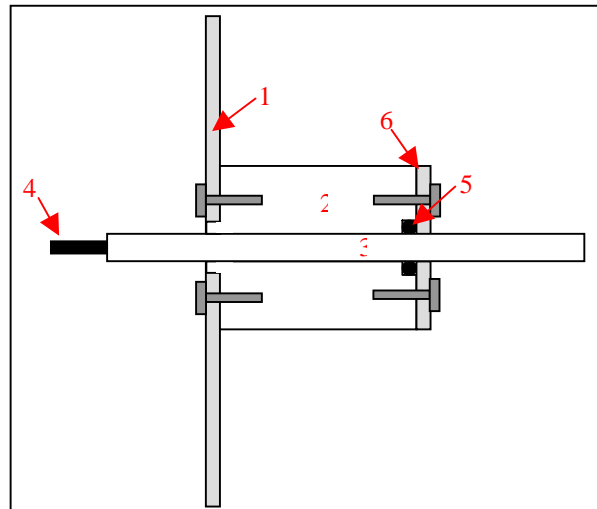


Abb. 6.2.1: Nachführeinrichtung für unsere Graphitelektroden

Allerdings wussten wir nicht, wie wir die Nachführeinrichtung an der Kammer befestigen sollten, weil der Rand des Rohres für Schrauben zu dünn war. Da wir keine zufrieden stellende Lösung fanden, die uns sowohl ein Öffnen der Kammer an diesen Stellen ermöglichte als auch die Kammer dicht genug für unseren Unterdruck verschloss, wandten wir uns wieder an die Bonner. Hier bekamen wir auch noch die passenden Spanner um die Deckel festzuklemmen. Die seitliche Öffnung schlossen wir auf die gleiche Weise mit einer Glasscheibe, so dass wir während der Experimente in unsere Kammer sehen konnten. Als Anschlüsse für unser Schutzgas und die Vakuumpumpe konnten wir die fertigen Stutzen an der Kammer benutzen.



Abb. 6.2.2: Ausrangiertes Stahlrohr der Uni Bonn

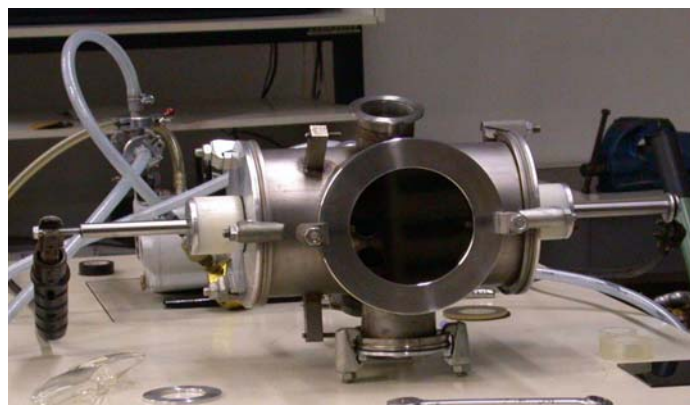


Abb. 6.2.3: Erste Ausführung unserer Versuchskammer

Das größte Problem, das wir mit unserer Kammer hatten, war diese abzudichten. Sowohl Vakuumpfett als auch Gummidichtungen eigneten sich hierzu nicht besonders gut, da das Vakuumpfett nicht alle unserer Anschlüsse dicht genug abschloss oder schmolz und die Gummidichtungen an manchen Stellen die Hitze nicht aushielten. Letztendlich schafften wir es aber nach einigem Ausprobieren eine gute Lösung zu finden, indem wir beide Methoden kombinierten.

6.3 Experimente

Für die ersten Versuche schlossen wir an die Stutzen unserer Kammer die Vakuumpumpe und die Argonflasche an. Das Schweißgerät verbanden wir mit den Eisenstangen der Nachführeinrichtung. Nachdem wir die Kammer mit Argon gespült und wieder neu befüllt hatten, zogen wir einen Lichtbogen zwischen den Graphitstäben. Leider konnten wir unsere Experimente nicht wie geplant mit einem Katalysator, einem Gemisch aus Yttrium und Nickel, durchführen, da die bestellten Bestandteile leider noch nicht angekommen waren. Aber trotzdem hätten wir zumindest Multiwall-Nanotubes erhalten müssen.



Abb. 6.3.1: Kohlestäbe als Elektroden in unserer Kammer



Abb. 6.3.2: Benedikt und Moritz bei unseren Experimenten

Doch leider wurden wir von unseren Ergebnissen sehr enttäuscht. Es bildete sich noch nicht einmal Ruß! Außerdem stellten wir fest, dass die Wärmeentwicklung bei unseren Versuchen doch sehr groß war. Die Glasscheibe, die wir eingesetzt hatten, hielt der Hitze nicht lange stand und sprang nach ein paar Experimenten. Deswegen mussten wir sie durch teureres, feuerfestes Glas ersetzen und unsere Kammer kühlen. Die Kühlung realisierte Benedikt über ein Kupferrohr, welches er um die Kammer wickelte. Während der Experimente konnten wir jetzt Kühlwasser an der Kammer vorbei leiten.

Abb. 6.3.3: Unsere fertige Lichtbogen-Kammer mit Kühlung



Zusätzlich setzten wir die Leistung des Schweißgerätes herab und benutzten eine Helium-Atmosphäre. Aber auch unsere gekühlte Kammer lieferte keinen Erfolg. Deprimiert machten wir uns daran nach weiteren Fehlern zu suchen. Als wir uns die Graphitstäbe genauer anguckten stellten wir fest, dass diese einen Kern aus ande-

ren Materialien enthielten. Verhinderten diese vielleicht das Ausbilden von Nanoröhrchen? Da sie normalerweise in Lichtbogenlampen eingesetzt wurden, erschien es uns logisch, dass sie möglichst eine Rußentwicklung unterdrücken. Im Internet versuchten wir Informationen zu unseren Kohlenstoffstäben zu bekommen.

6.4 Kohlenstoff

Wir fanden heraus, dass unsere Kohlenstoffstäbe wahrscheinlich mit Effektsalze durchzogen waren um einen helleren Lichtbogen zu erzeugen. Und auch unsere Vermutung, dass die Stäbe Zusätze hatten, die den verdampften Kohlenstoff binden, wurde bestätigt. Somit eigneten sich diese Stäbe absolut nicht für unsere Versuche. Also durchsuchten wir weiter unsere Schule nach Formen von Kohlenstoff. Doch auch die Zeichenkohle, die wir als nächstes verwenden wollten, brachte nicht den gewünschten Erfolg. Hier scheiterte unser Versuch schon daran, dass diese nicht leitfähig und damit als Elektrode unbrauchbar war. Außerdem erwarteten wir durch die anderen enthaltenen Stoffe eine Verunreinigung unseres Versuchs.



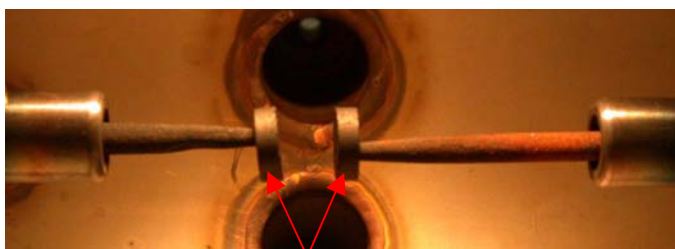
Abb. 6.4.1: Kohlenstoffstab aus einer Lichtbogenlampe

Wir standen vor einem Problem, dass wir am Anfang unserer Arbeit quasi gar nicht in Betracht gezogen hatten. Nach einigem weiteren Suchen fanden wir jedoch Kohle die sich theoretisch perfekt für unsere Versuche eignen würde: sogenannte Aktiv- oder medizinische Kohle (wir vermuten, dass diese gleich oder zumindest ähnlich sind). Aktivkohle wird zum Reinigen von Wasser und Luft, hauptsächlich in Aquarien, verwendet. Hier werden verkohlte Materialien wie Torf oder Holz von den flüchtigen Komponenten (Sauerstoff, Stickstoff, Wasserstoff, Schwefel) getrennt und übrig bleibt fast reiner Kohlenstoff. Zusätzlich lassen sich diese beiden Kohletypen auch sehr leicht besorgen.

6.5 Weitere Versuche

Trotzdem führten wir unsere Versuche noch einmal mit unseren alten Kohlenstoffstäben durch, da sich Stangen in unserem Versuchsaufbau am besten als Elektroden eignen. Diesmal hohlten wir diese aus und hofften so den Kern aus Effektsalzen zu entfernen. Aber auch mit diesen Elektroden verliefen unsere Versuche nicht erfolgreicher.

Deswegen griffen wir jetzt doch zur medizinischen Kohle. Wir befestigten zwei Kohle-Compretten auf unseren alten Kohlenstoffstäben und benutzten den gewohnten Versuchsaufbau um einen Lichtbogen zu zünden.



Kohle-Compretten

Abb. 6.5.1: Versuch mit Kohle-Compretten in unserer Lichtbogenkammer

Leider verbrannten die Compretten sehr schnell und wir mussten den Versuch abbrechen. Als wir die Kammer öffneten sahen wir jedoch ver einzelt schwarzen Ruß.

Abb. 6.5.2: Ergebnis der Rußbildung mit medizinischer Kohle als Elektrode



Dieser Teilerfolg ließ uns wieder ein bisschen positiver denken. Vielleicht konnten wir es ja doch schaffen mit unseren einfachen Mitteln Nanoröhrchen zu erzeugen. Wir entnahmen unsere ersten Proben und während wir eine verbesserte Halterung für unsere Kohle-Compretten konstruierten fiel uns auf, dass wir doch alle in unseren Bleistiften Graphitminen verwendeten! Da Graphit sogar die reinste Form des Kohlenstoffs ist starteten wir schnell einen neuen Versuch. Die Minen ließen sich wieder relativ einfach in unsere Kammer integrieren.

Erstaunlicherweise war das Resultat bei diesen Versuchen sehr gut. Die Minen brannten sehr gleichmäßig im Lichtbogen ab und erhitzen die Kammer wesentlich geringer als die Graphitstäbe und die medizinische Kohle zuvor. Anschließend konnten wir der Kammer viele Proben entnehmen. Diese Proben wollten wir uns jetzt genauer ansehen.

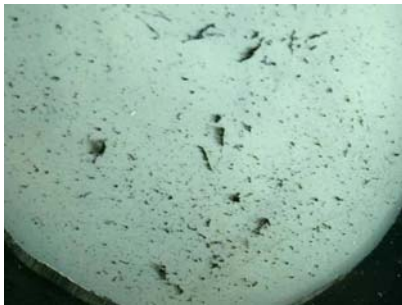


Abb. 6.5.3: Kohlenstoffprobe (Bleistiftminen als Elektrode)

7 Proben unter dem Elektronenmikroskop

Über einen ehemaligen Schüler unseres Physiklehrers konnten wir Kontakt zum Institut für Halbleitertechnik der RWTH in Aachen herstellen. Da sie dort über ein Rasterelektronenmikroskop verfügen, bot er uns an, dass wir dort unsere Proben untersuchen konnten. Dieses Angebot nahmen wir natürlich dankend an und fuhren nach Aachen. Dort angekommen wurden wir sehr freundlich empfangen. Als

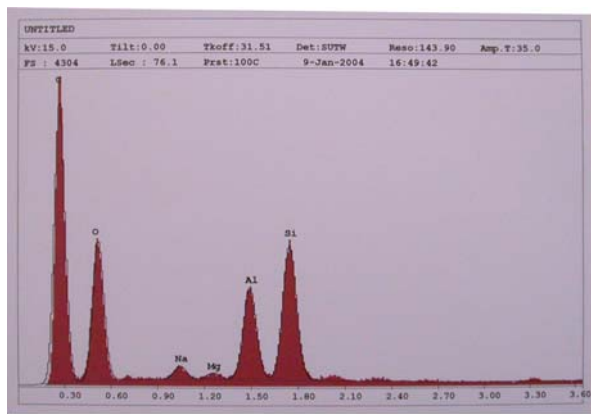


Abb. 7.1: Analyse der Bestandteile unserer Probe im Elektronenmikroskop

wir unsere Proben jedoch unter das Mikroskop legten wurden unsere Erwartungen erst mal wieder gedämpft. Nach langem Suchen konnten wir in unserer Probe aus einem Bleistiftminenversuch zwar ein paar röhrenartige Gebilde finden, aber für einen Beweis, dass wir unser Ziel erreicht hatten, war das leider zu wenig. Auch die zweite Probe (ebenfalls Bleistiftmine; diesmal mit Eisen als Katalysator) war ähnlich ernüchternd. Hier waren lediglich runde Kugeln bemerkenswert, allerdings können wir uns diese bisher nicht erklären. Bei einem Test der Zusammensetzung un-

serer Probe stellte sich heraus, dass unsere Bleistiftminen wahrscheinlich doch wesentlich mehr Verunreinigungen enthielten als zuerst vermutet. Wir fanden sogar Silizium und Aluminium in unserem „Graphit“ (Abb. 7.1). Zum Abschluss betrachteten wir noch eine Probe aus unserer CVD-Kammer, obwohl diese in unseren Augen die geringsten Erfolgsaussichten hatte. Wir waren sehr erstaunt, als wir an einigen Stellen auf dem Siliziumchip kleine Ansammlungen von Röhren fanden, die aus dem Untergrund wuchsen.

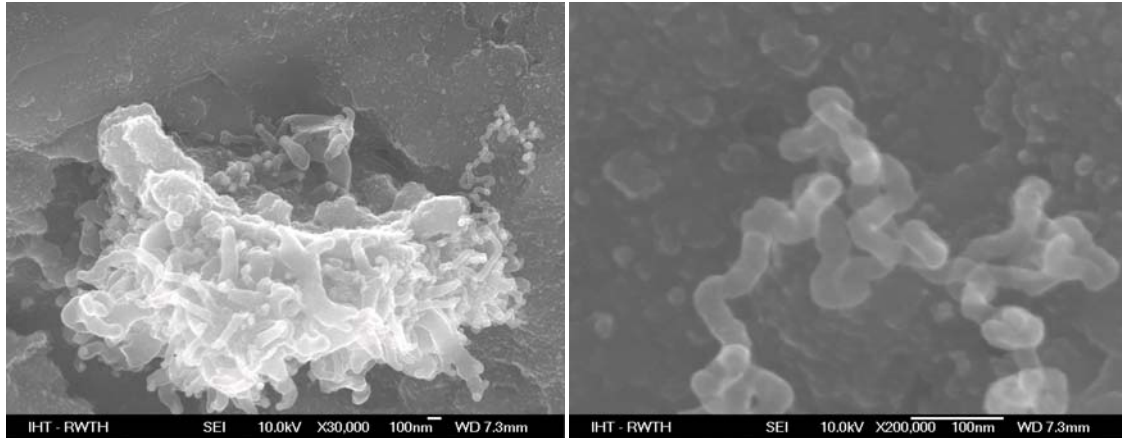
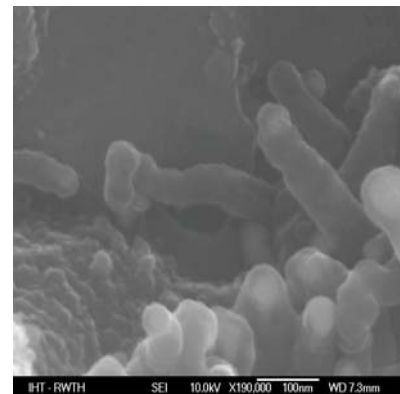


Abb. 7.2: Aufnahmen unserer Proben aus der CVD-Kammer unter dem Rasterelektronenmikroskop des IHT der RWTH Aachen

Waren dies unsere ersten Multiwall-Nanoröhrchen??? Da auch der Durchmesser und die Größe im richtigen Bereich lagen sind wir hier zuversichtlich.

Abb. 7.3: Sind hier unsere ersten Multiwall-Nanoröhrchen auf dem Siliziumchip gewachsen?



8 Bucky Paper

Wieder in der Schule stellten wir erfreut fest, dass in der Zwischenzeit auch unsere Katalysatoren angekommen waren. Durch die Erkenntnisse aus unserem Besuch in Aachen wollten wir jetzt ganz sicher gehen und besorgten uns Stäbe aus reinem Graphit. Ein Mischungsverhältnis für unsere Katalysatoren Nickel und Yttrium fanden wir in einer aktuellen Veröffentlichung [1]. In unsere Graphitstäbe bohrten wir jetzt mittig ein Loch und füllten dieses mit unserem Katalysatorgemisch.



Abb. 8.1: In der Mitte unserer neuen Graphitstäbe befindet sich das Katalysatorgemisch

Nachdem wir wie gewohnt unseren Lichtbogen gezogen hatten passiert erstmal nichts Neues. Teile des Kohlenstoffs wurden zwar atomisiert, aber wir stellten keine Veränderungen zu unseren vorherigen Versuchen fest.

Doch dann plötzlich wurde die Rußentwicklung stärker und die Kohlenstoffteilchen schlossen sich zu langen Fäden zusammen!!! Als wir die Kammer öffneten stellten wir fest, dass sie komplett voller Spinnweben war und die Innenwände mit einem dicken, zusammenhängenden Film aus schwarzem Ruß überzogen waren (Abb. 8.2 + 8.3).

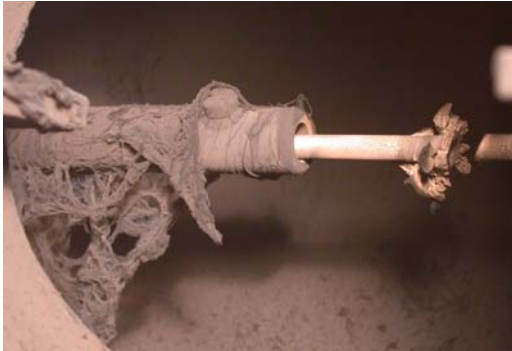


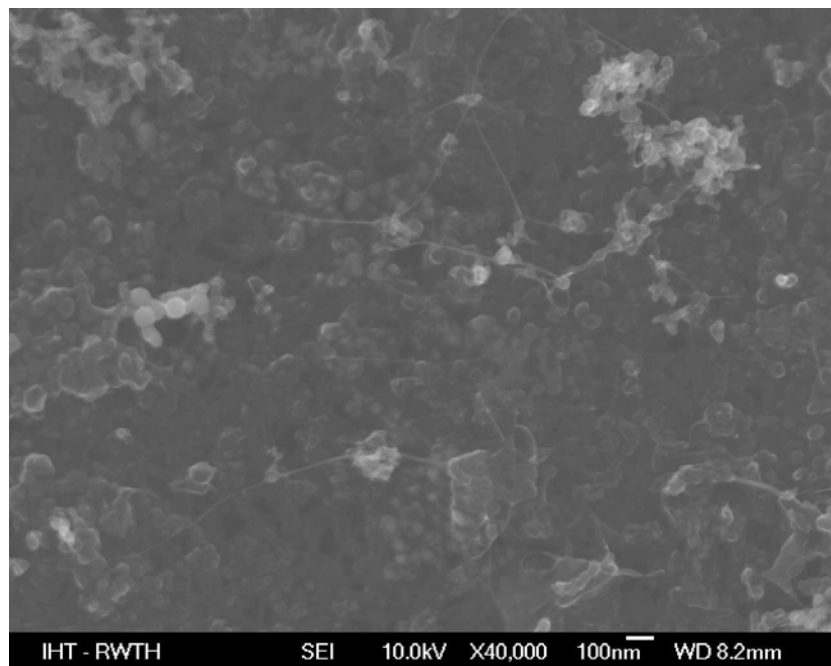
Abb. 8.2: Die Nanoröhrchen sammeln sich in Netzen an den Wänden unserer Lichtbogenkammer



Abb. 8.3: Entnahme der Proben aus unserer Kammer

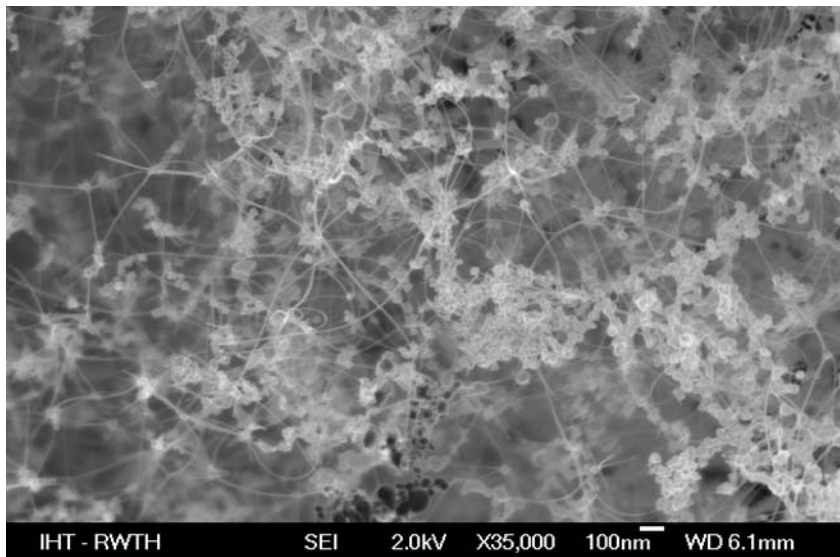
Das Gewebe entsprach den Beschreibungen, die wir im Internet über Singlewall-Nanoröhrchen gefunden hatten. Wir waren jetzt fest davon überzeugt, dass wir unser Ziel erreicht hatten, aber endgültige Gewissheit konnten wir erst durch eine Elektronenmikroskopaufnahme erlangen. Deswegen fuhren wir ein weiteres Mal nach Aachen.

Abb. 8.4: Raster-
elektronenmikro-
skopaufnahme von
unserem zweiten
Aachen-Besuch



Leider enttäuschten die Aufnahmen von unseren Proben unsere hohen Erwartungen. Auf ihnen waren zwar Bündel von Singlewall-Nanotubes zu sehen, allerdings nicht in der erhofften Menge.

Jetzt standen wir also vor der Aufgabe, unsere Ergebnisse zu verbessern. Wir entschlossen uns, die folgenden Parameter systematisch zu verändern: Druck, Atmosphäre, Brenndauer und Brennleistung sowie die Zusammensetzung unseres Katalysatorgemisches. Mit den Proben unserer Versuchsreihen fuhren wir wieder nach Aachen. Letztlich ermittelten wir unter allen untersuchten Proben die optimale Konfiguration für unsere Lichtbogenkammer. Unsere Proben sind nun sowohl quantitativ als auch qualitativ mit professionellen Proben vergleichbar (siehe Abb. 8.5).



Mit REM-Aufnahmen kann man zwar die Existenz von Nanoröhrchenbündeln nachweisen, doch nicht die Existenz von einzelnen Singlewall-Nanoröhrchen, da das Auflösungsvermögen eines Rasterelektronenmikroskops „relativ gering“ ist.

Abb. 8.5: REM-Bild unserer bislang besten Probe

Deswegen fragten wir beim Deutschen Museum in Bonn an, ob wir das Raster-Tunnel-Mikroskop aus der Ausstellung „Mannometer – Nanometer“ nutzen durften. Dies wurde uns freundlicherweise gestattet. Leider gelang uns aber in der kurzen Zeit, die uns im Museum zur Verfügung stand, keine Aufnahmen unserer Proben. Den Beweis, dass wir wirklich Singlewall-Nanoröhrchen hergestellt haben lieferte uns freundlicherweise das Institut für Anorganische Chemie und Anorganische Materialforschung der Universität Bonn. Anhand der hier erstellten transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen (TEM-Aufnahmen) konnten wir erkennen, dass die „Spaghettis“ auf den REM-Aufnahmen (siehe Abb. 8.5) Bündel aus Singlewall-Nanoröhrchen sind (siehe Abb. 8.6). Auch einzelne Kohlenstoff-Nanoröhrchen mit einem Durchmesser von nur 1,4nm zeigten sich auf den TEM-Aufnahmen (siehe Abb. 8.7).

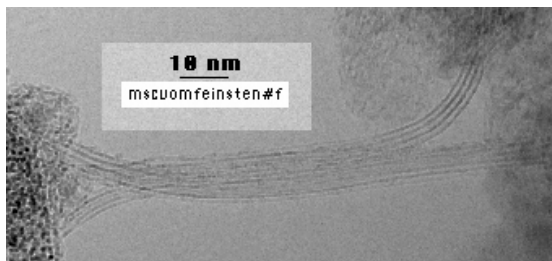


Abb. 8.6: TEM-Bild eines Bündels von Singlewall-Nanotubes

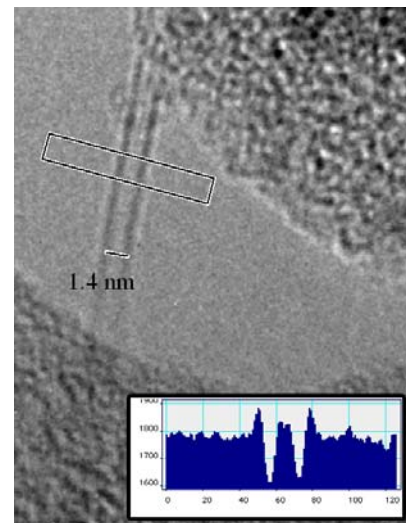


Abb. 8.7: Einzelnes Nanoröhrchen unter dem TEM

9 Bucky Paper

Zurzeit arbeiten wir daran, mittels der Proben aus unserer Lichtbogenkammer ein sogenanntes „Bucky Paper“ herzustellen. Dies ist eine dünne Schicht aus Singlewall-Nanoröhrchen. Beim Anlegen einer Spannung verbiegt sich ein solches Bucky Paper sichtbar, wenn es auf eine oder auf zwei Seiten eines Trägermaterials aufgetragen wird. Dadurch gelingt auch mit schulischen Mitteln der Nachweis, dass wirklich Singlewall-Nanotubes hergestellt worden sind. Um Bucky Papers herzustellen muss man allerdings die Nanotubes zuerst von den Verunreinigungen der Pro-

ben trennen. Zurzeit versuchen wir dies mit der folgenden Methode: Wir lösten die Proben in einer schwachen Seifenlösung auf und stellten sie bei unserem Optiker eine halbe Stunde lang ins Ultraschallbad. Danach saugten wir die in der Seifenlauge gelöste Probe mittels einer Wasserstrahlpumpe durch einen selbstgebaute Mikrofilter. Die relativ langen Nanoröhrchen verfilzen bei diesem Vorgang und bleiben auf dem Filter liegen, wohingegen die Verunreinigungen durch die Poren abgesaugt werden. Trotz zahlreicher Versuche ist uns aber bisher die Herstellung eines perfekten Bucky Paper noch nicht gelungen. REM-Aufnahmen der RWTH-Aachen, die wir erst vor wenigen Tagen erhalten haben, zeigen, dass unsere Bucky Papers noch zu viele Verunreinigungen enthalten. Auf dem Wettbewerb werden wir Ihnen hoffentlich von den ersten Versuchen mit unseren selbsthergestellten Bucky Papers berichten können.

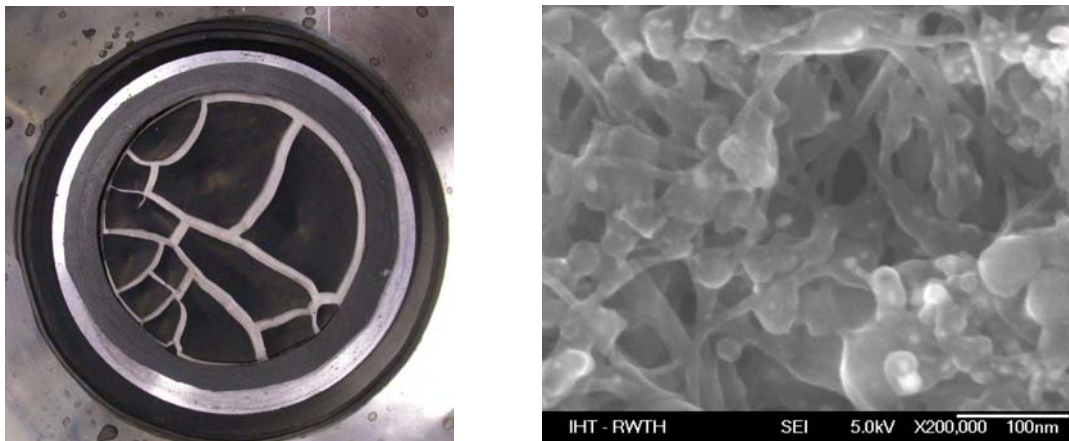


Abb. 9.1: Unser Bucky Paper und die dazugehörige REM-Aufnahme

10

Dank

Zum Schluss wollen wir uns noch bei einigen Personen bedanken, ohne die unsere Arbeit in der vorliegenden Form nicht möglich gewesen wäre. Als erstes wäre Herr Martti Kaempgen vom Max-Planck-Institut für Festkörperphysik in Stuttgart für die erhaltenen Informationen und große Hilfsbereitschaft zu nennen. Weiterer Dank gilt Herrn Andreas Goris (Universität Bonn) für das Rohr aus VA-Stahl, aus dem wir unsere Kammer gefertigt haben und Herrn Dr. Andreas Nositschka (Institut für Halbleitertechnik der RWTH Aachen), der uns den Zugang zu einem Rasterelektronenmikroskop ermöglichte, sowie dem Deutschen Museum in Bonn. Weiterhin bedanken wir uns bei Herrn Prof. Dr. Werner Mader und Herrn Dr. Wilfried Assenmacher vom Institut für Anorganische Chemie und Anorganische Materialforschung der Universität Bonn für die erstellten TEM-Aufnahmen. Auch gilt unser Dank unserem Betreuungslehrer Walter Stein, der viele Tage mit uns im Physik- und Chemieraum des St. Michael-Gymnasiums verbracht hat.

11 Linkliste

1. The Wondrous World of Carbon Nanotubes
(http://students.chem.tue.nl/ifp03/Wondrous%20World%20of%20Carbon%20Nanotubes_Final.pdf)
2. Max Planck Institute for Solid State Research Stuttgart
(<http://www.mpi-stuttgart.mpg.de/start.html>)
3. ZDNet.de
(<http://www.zdnet.de/itmanager/tech/0,39023442,39117310,00.htm>)