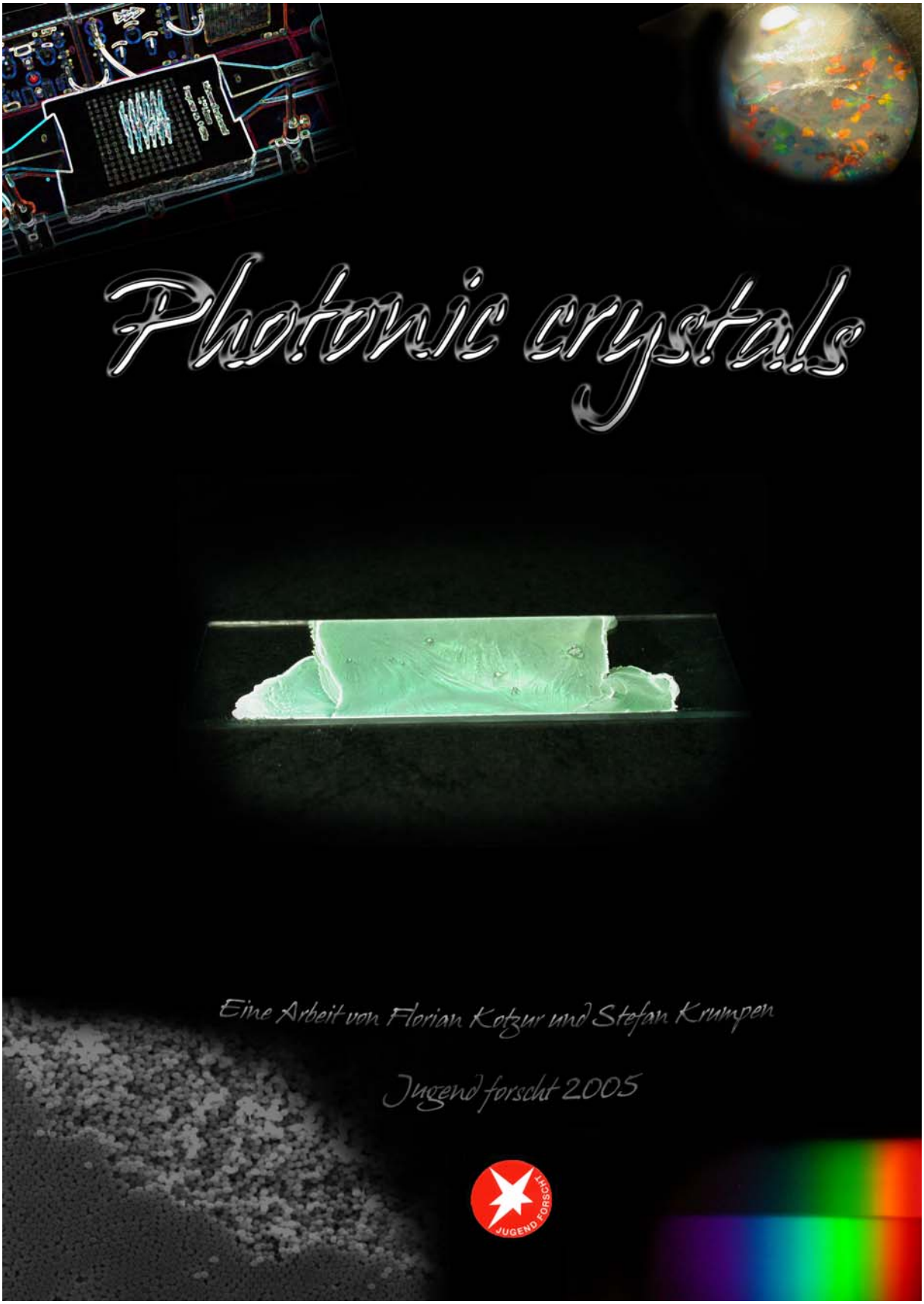

Photonic crystals
Eine Arbeit von Florian Kotzur und Stefan Krumpen
Jugend forscht 2005
JUGEND FORSCHT

Inhaltsverzeichnis

1. Kurzfassung 2

2. Einleitung 3

3. Versuche mit akustischen Kristallen 4

3.1 Planung und Bau 4
3.2 Nachweis der akustischen Bandlücke 4

4. Mikrowellenkristalle 7

4.1 Planung eines Mikrowellenkristalls 7
4.2 Experimente mit dem 9,4GHz-Mikrowellensender 8
4.3 Die Suche nach der Bandlücke 9
4.4 Nachweis einer Bandlücke in der Schule 10

5. Kolloidkristalle 10

5.1 Planung eines Kolloidkristalls 10
5.2 Herstellung von SiO_2 Kugeln im nm-Bereich 11
5.3 Unser erster Photonischer Kristall 14

6. Kritische Reflexion und Ausblick 18

7. Dank 18

8. Literatur und Links 19

1. Kurzfassung

Ein Photonischer Kristall besteht aus periodisch angeordneten dielektrischen Strukturen, welche die Ausbreitung von elektromagnetischen Wellen und damit auch die von Licht gezielt beeinflussen. Vorbilder für Photonische Kristalle liefert die Natur. So entsteht die schillernde Farbenpracht eines Opals nicht durch Farbpigmente, sondern durch Nanometer große Kugeln aus Cristobalit, die regelmäßig in der Kieselgelmasse des Opals eingelagert sind. Vor wenigen Jahren gelang es Forschern erstmals einen Photonischen Kristall für Licht im Labor herzustellen. Von diesem sich neu auftuendem Zweig der Festkörperphysik verspricht man sich die Entwicklung von zahlreichen neuen Produkten, wie z. B. hocheffiziente Lichtquellen, miniaturisierte Wellenleiter, perfekte dielektrische Spiegel sowie von neuen Bauelementen für die Nanooptik bis hin zum Bau von optischen Chips für die Verwendung in schnelleren optischen Computern, die mit Photonen statt Elektronen arbeiten. Obwohl selbst die Profis die meisten Probleme noch nicht gelöst haben, wollten wir es trotzdem probieren, in der Schule mit einfachen Mitteln in das Gebiet einzusteigen. Dazu haben wir zunächst Versuche im akustischen Bereich gemacht. Wir haben einen akustischen Kristall gebaut und mit ihm gezielt eine Bandlücke in einem Frequenzbereich um 8kHz erzeugt (Abb. 1.1 und 1.2).

Abb. 1.1 Versuchsaufbau mit akustischem Kristall

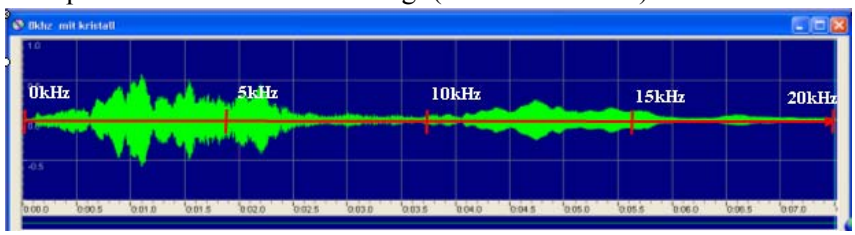


Abb. 1.2 Akustische Bandlücke bei ca. 8kHz

Nachdem wir es geschafft hatten, einen akustischen Kristall mit einer Bandlücke zu bauen, haben wir auch einen Kristall für Mikrowellen gebaut. Mit diesem Mikrowellenkristall ist es uns gelungen, durch gezielt eingebaute Defekte Mikrowellen – ähnlich wie bei den Photonischen Kristallen der Profis (Abb. 1.3) – auf kleinstem Raum umzulenken (Abb. 1.4) und auszukoppeln.

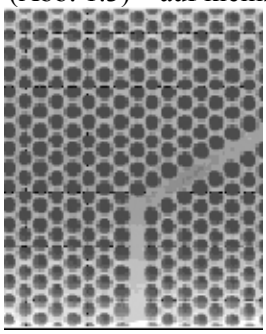


Abb. 1.3 Photonischer Kristall mit Defekt

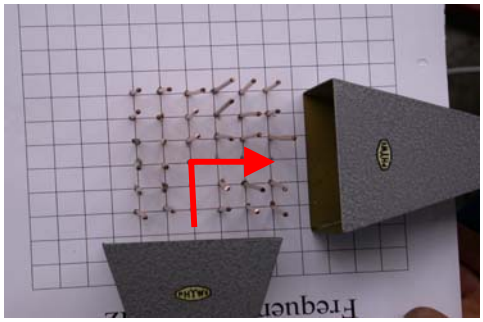


Abb. 1.4 Unser Mikrowellenkristall mit gezieltem Defekt

Diese erfolgreich durchgeführten Versuche machten uns Mut, uns auch an die äußerst schwierige Herstellung von Photonischen Kristallen für Licht zu wagen. Nach vielen Versuchen und verzweifelten Momenten ist es uns schließlich gelungen, einen Photonischen Kristall mit schulischen Mitteln herzustellen, bei dem eine photonische Bandlücke nachzuweisen war (Abb. 1.5, 1.6 und 1.7).

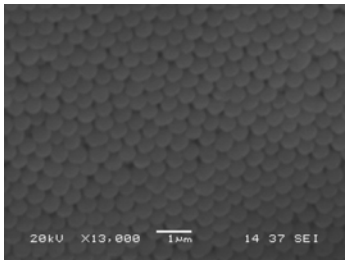


Abb. 1.5 Von uns hergestellte SiO_2 Kugeln im nm-Bereich unter dem EM

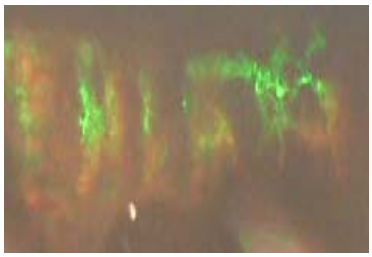


Abb. 1.6 Unser erster in der Schule hergestellter Photonischer Kristall

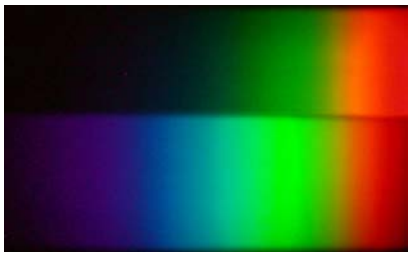


Abb. 1.7 Nachweis der photonischen Bandlücke

2. Einleitung

Ein Photonischer Kristall besteht aus periodisch angeordneten dielektrischen Strukturen, welche die Ausbreitung von elektromagnetischen Wellen und damit auch die von Licht gezielt beeinflussen.
Vorbilder für Photonische Kristalle liefert die Natur. So entsteht die schillernde Farbenpracht eines Opals (Abb. 2.1) nicht durch Farbpigmente, sondern durch Nanometer große Kugeln aus Cristobalit, die regelmäßig in der Kieselgelmasse des Opals eingelagert sind. Mittels geordneter Strukturen im Nanometerbereich erzeugen auch einige tropische Schmetterlinge ihre Farbenpracht (Abb. 2.2) und schützen sich damit gleichzeitig vor der allzu starken

Abb. 2.1 Opale

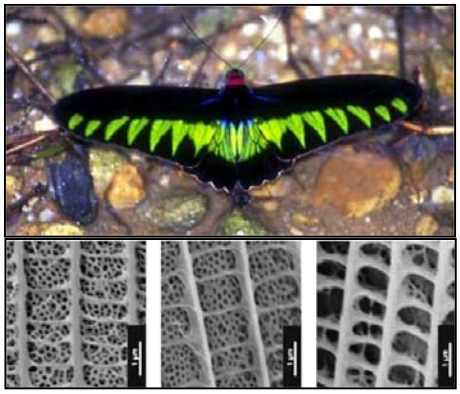


Abb. 2.2 Tropischer Schmetterling (oben)
stark vergrößerte Flügelteile (unten)

Aufheizung durch das Sonnenlicht. Obwohl Eli Yablonovitch schon 1991 den ersten Photonischen Kristall für den Mikrowellenbereich fertigte, gelang es - Dank der großen Fortschritte in der Nanotechnologie - erst vor wenigen Jahren die ersten Photonische Kristalle für Licht zu bauen (Abb. 2.3). Von diesem neuen Zweig der Festkörperphysik verspricht man sich die Entwicklung von zahlreichen neuen Produkten, wie z. B. hocheffiziente Lichtquellen, miniaturisierte Wellenleiter, perfekte dielektrische Spiegel sowie von neuen Bauelementen für die Nanooptik u. v. m..
Baut man in einen Photonischen Kristall, der für einen bestimmten Wellenlängenbereich eine optische Bandlücke besitzt, lineare Defekte ein (Bereich ohne Löcher in Abb. 2.3), so kann Licht auf kleinstem Raum gezielt gelenkt werden. Der Bau von optischen Chips für die Verwendung in schnellen optischen Computern, die mit Photonen statt mit Elektronen arbeiten, rückt damit in greifbare Nähe. Es gab für uns also Gründe genug, um uns auf das hochaktuelle und interessante Thema „Photonische Kristalle“ einzulassen.

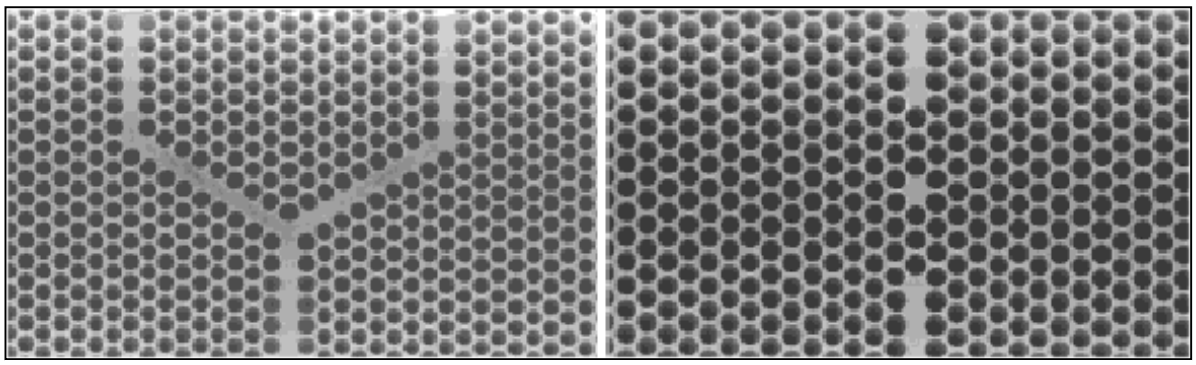


Abb. 2.3 Photonische Kristalle mit einem Lochabstand von 1,5µm

3. Versuche mit akustischen Kristallen

3.1 Planung und Bau

Aus praktischen Gründen und um die Wirkungsweise von Photonischen Kristallen besser zu verstehen, entschlossen wir uns, zuerst einen akustischen Kristall zu bauen. Schallwellen im cm-Bereich lassen sich sehr leicht erzeugen und erlauben somit den Bau eines handlichen Kristalls. Außerdem kann man mit Audioeditoren wie z.B. dem Programm GoldWave ein Frequenzspektrum erzeugen, mit dem man nachweisen kann, ob unser Kristall eine Bandlücke besitzt.
Bei unserem ersten akustischen Kristall sollte die Bandlücke bei 8kHz liegen. Deshalb musste die Gitterkonstante d, d.h. der Abstand der Stabmitten so gewählt werden, dass die an den Stäben reflektierte Welle die einfallende Welle schwächt (siehe Abb.3.1). In Abb. 3.1 werden von jeder Materialschicht Teile der einfallenden Welle reflektiert. Die reflektierten Wellen verstärken einander und überlagern sich mit der einfallenden Welle zu einer stehenden Welle die sich nicht durch den Kristall fortbewegt. Dies ist dann der Fall, wenn $d = \frac{\lambda}{2}$ ist. Die Gitterkonstante d berechnet sich wie folgt:

$$\lambda = \frac{c}{f} = \frac{343ms^{-1}}{8000s^{-1}} = 4{,}2875\text{cm} \quad \rightarrow \quad d = \frac{\lambda}{2} = \frac{4{,}2875cm}{2} \approx \underline{\underline{2{,}14cm}}$$

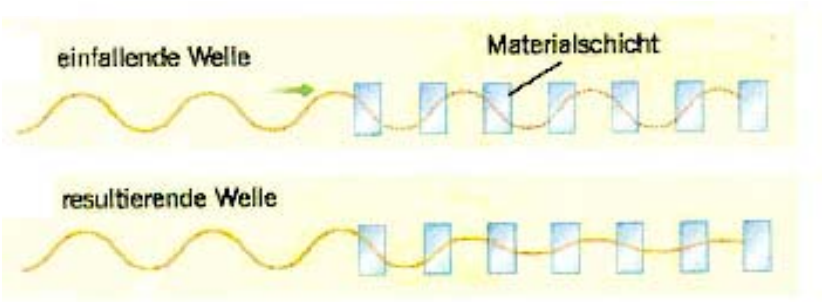


Abb.3.1 Schematische Darstellung der Entstehung der Bandlücke.

Wir haben unseren akustischen Kristall auf einer Holzplatte aufgebaut. Dazu haben wir 100 Kunststoffröhrchen mit einem Durchmesser von 20mm auf eine Holzplatte geklebt, die Gitterkonstante beträgt 21,4mm. Somit bleibt ein Außenabstand zwischen den Röhrchen von 1,4mm, da der Radius 10mm beträgt. Die Röhrchen haben eine Höhe von ca. 30cm. Wir haben sie in einem Quadrat aufgestellt, also 10 x 10 Röhrchen. Am Boden zwischen den Röhrchen und oben auf die Röhrchen haben wir Watte gelegt, damit die Schallwellen nicht reflektiert werden.

3.2 Nachweis der akustischen Bandlücke

Wir haben also nach dem Bau unseres akustischen Kristalls mit den ersten Versuchen angefangen. Dazu haben wir den Kristall zwischen einen Lautsprecher und ein Mikrofon gestellt (Vgl. Abb. 3.2, 3.3). Über den Lautsprecher haben wir mittels des Programms

GoldWave einen Sinussweep (0-20kHz) durch den Kristall gesendet. Über das Mikrofon an der anderen Seite haben wir das Signal mit dem PC aufgezeichnet.

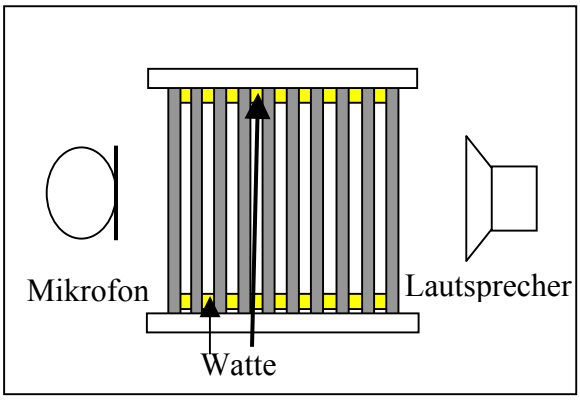


Abb. 3.2 Schematische Darstellung des akustischen Kristalls im Versuchsaufbau

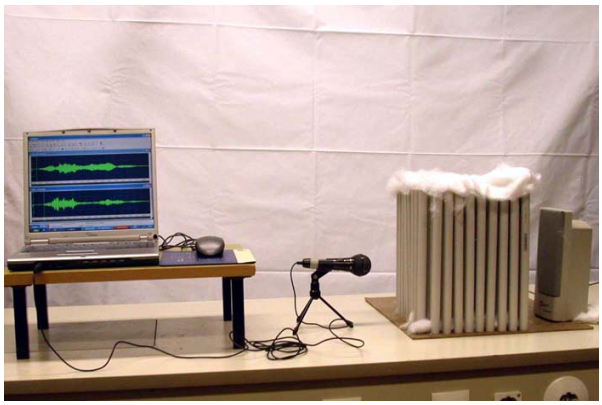


Abb. 3.3 Versuchsaufbau mit unserem akustischen Kristall

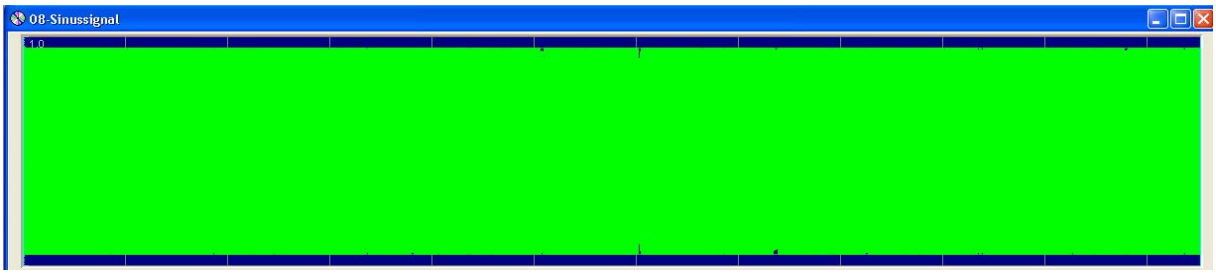


Abb. 3.4 Das digitale Signal (0-20kHz) ohne Verfälschungen

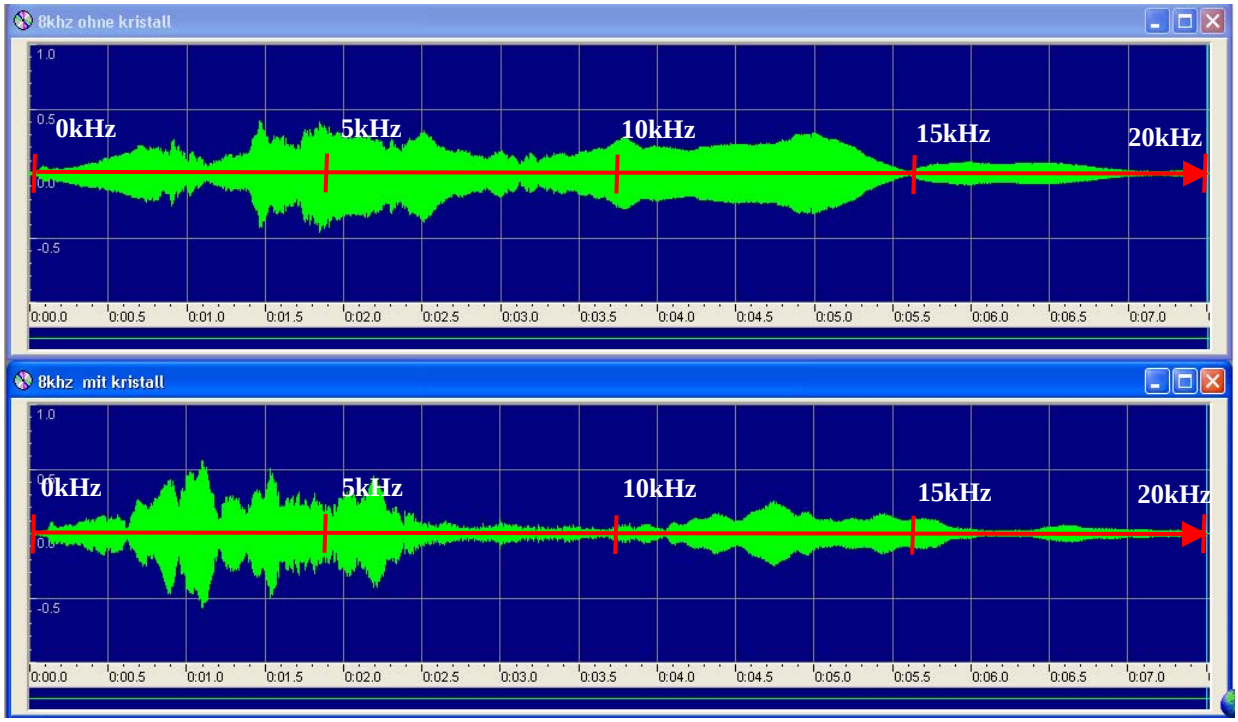


Abb. 3.5 Screenshot von der Aufnahme mit dem 8kHz-Kristall (Hochwertachse: Relative Amplitude; Rechtswertachse: Frequenz)
Oben: Versuch ohne Kristall (keine Bandlücke).
Unten: Versuch mit Kristall (deutliche Bandlücke in der Mitte)

Der mit GoldWave generierte Sinussweep besitzt eine konstante Amplitude (siehe Abb. 3.4). Die Soundkarte, der Lautsprecher und das Mikrofon verfälschen das Signal, sodass unser Sinussweep nach der Aufnahme wie in Abb. 3.5 (oben) aussieht. Stellen wir nun zwischen Lautsprecher und Mirkofon unseren akustischen Kristall, so wird dieses Signal wie in Abb. 3.5 (unten) dargestellt. Man erkennt deutlich eine Bandlücke im Bereich von 8kHz. Über die Erzeugung eines akustischen Sperrbereichs mit unserem ersten selbstgebauten Kristall haben wir uns sehr gefreut.

Nachdem sich nun erste Erfolge eingestellt hatten, wollten wir diese nochmals absichern und bestätigen, indem wir einen zweiten akustischen Kristall bauten. Diesmal haben wir einen Sperrbereich für die Frequenz von 4kHz festgelegt.
Beim Bau des Kristalls traten aber unerwartete Probleme auf. Wir haben geplant, Röhrchen mit 32mm Durchmesser in eine ca. 4cm dicke Holzplatte 2cm tief einzulassen. Die Röhrchen sollten dann mit Silikondichtstoff in den Löchern fest geklebt werden. Das Problem war nun aber, dass es keinen Bohrer mit einem Durchmesser von 32mm gibt. Nach langer Suche haben wir einen in einem regionalen Schlossereibetrieb gefunden. Leider sollte er 50€ kosten. Nach längeren Recherchen gelang es uns schließlich einen Bohrer für 6€ im Internet zu ersteigern. Nun stand dem Bau unseres zweiten akustischen Kristalls nichts mehr im Wege.

Abb. 3.6 Eigens entworfene Sägevorrichtung für die Kunststoffröhrchen

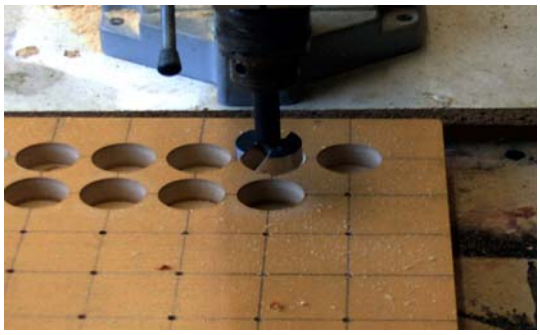


Abb. 3.7 Bohren der Löcher mit dem speziellen 32mm „Forstnerbohrer"

Der Bau des Kristalls hat insgesamt ca. 9 Stunden gedauert. Nachdem das Silikon vollständig durchgetrocknet war und wir die Zwischenräume mit Watte ausgefüllt hatten, konnten wir nun also die Versuche mit unserem neuen akustischen Kristall machen. Natürlich erhofften wir uns, dass die Bandlücke (Sperrbereich) in einem Frequenzbereich um 4kHz liegen würde.

Abb. 3.8 Die fertige Grundplatte für unser Kristall

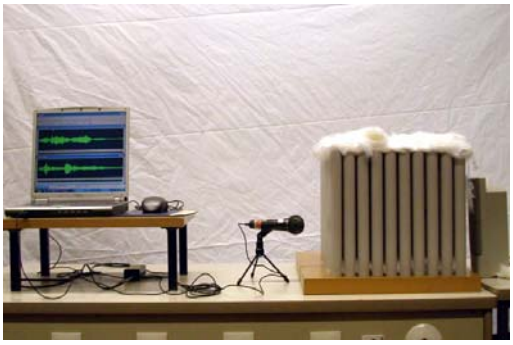


Abb. 3.9 Der Versuchsaufbau mit unserem neuen akustischen Kristall

Dies war auch tatsächlich der Fall, wie man in Abb. 3.10 erkennen kann. Wenn man die Signale von unserem ersten Kristall und dem neuen vergleicht, sieht man einen deutlichen Lageunterschied der Bandlücken (jeweils in der unteren Grafik). Wir hatten es also geschafft: Wir haben akustische Kristalle gebaut, welche genau die vorher berechneten Bandlücken aufwiesen.
Beim Experimentieren kam uns die Idee, dass man akustische Kristalle auch als Lärmschutzmaßnahme in Städten einsetzen könnte. Man könnte einen begehbaren akustischen Kristall bauen, dessen Gitterkonstante auf die Hauptlärmfequenz (z.B. 100Hz) abgestimmt ist.

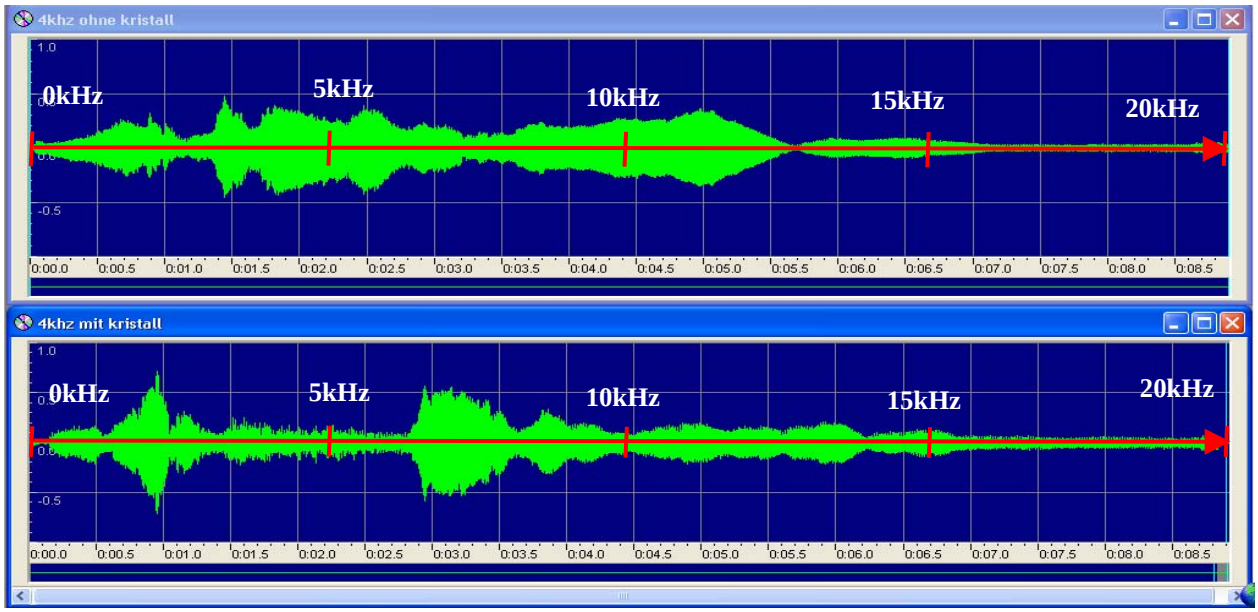


Abb. 3.10 Screenshot von der Aufnahme mit dem 4kHz Kristall. Oben: Versuch ohne Kristall (keine Bandlücke). Unten: Versuch mit Kristall (Deutliche Bandlücke am Anfang erkennbar)

4. Mikrowellenkristalle

4.1 Planung eines Mikrowellenkristalls

Unser nächstes Ziel war der Bau von Mikrowellenkristallen. Hier können wir wie bei photonischen Kristallen unsere Experimente mit elektromagnetischen Wellen durchführen, jedoch besitzen Mikrowellen eine „handliche“ Wellenlänge im cm-Bereich. Für unsere Versuche stand uns ein Mikrowellensender mit einer Frequenz von 9,4GHz (λ=3,2cm) zur Verfügung. Den Mikrowellen ist ein 50Hz-Ton überlagert, so dass man sie hören kann.
Als Stäbe verwendeten wir 2mm dicken Kupferdraht, den wir in ungefähr gleich lange Stücke schnitten. Diese Stäbe steckten wir im Abstand von $\lambda/2$ (d=1,6cm) in eine Styroporplatte. Ein entsprechendes Raster erstellten wir uns mit Word. Bei unseren Versuchen mit unterschiedlichen Rastern stellten wir jedoch erstaunt fest, dass wir die besten Ergebnisse bei einer Gitterkonstante von d = 12mm erhielten. Mit einem 12mm-Kristall gelangen uns Versuche wie sie auch in den Labors der Profis durchgeführt werden. So konnten wir, wie unten näher ausgeführt wird, Mikrowellen rechtwinklig um die Ecke lenken und in isolierte Bereiche auskoppeln.

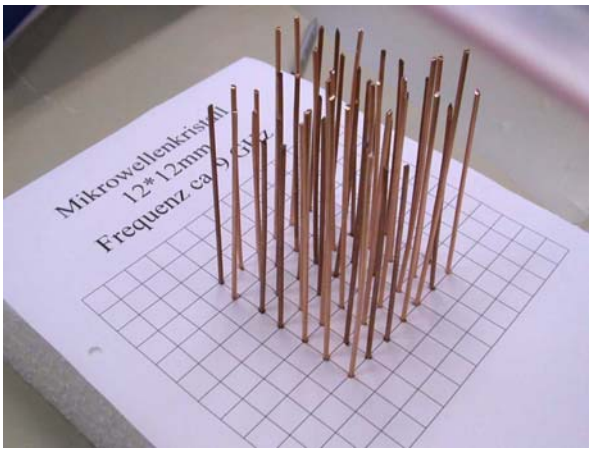


Abb. 4.1 Mikrowellenkristall auf einer Styroporplatte

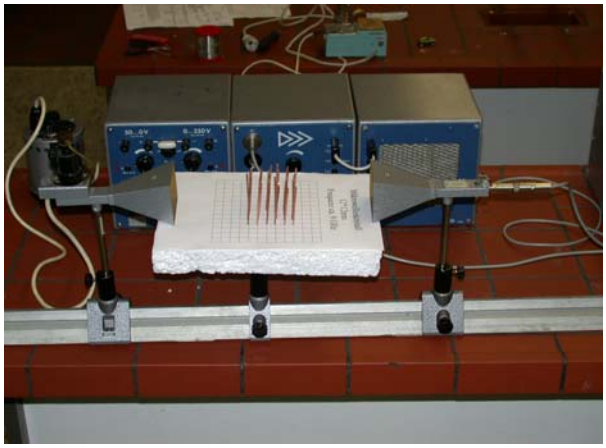


Abb. 4.2 Unser Mikrowellensender (linkes Horn) und der Empfänger (rechtes Horn). In der Mitte befindet sich unser Kristall. Die Geräte im Hintergrund sind der Verstärker und der Lautsprecher.

4.2 Experimente mit dem 9,4GHz-Mikrowellensender

Unser erster Versuch bestand darin, zu testen, ob die Wellen den Kristall bei unterschiedlichen Stababständen gleich gut durchdringen können. Es stellte sich heraus, dass die Wellen bei keinem der von uns gewählten Abstände durch das Gitter kommen.
Als nächstes bauten wir so genannte Defekte in den Kristall ein. Defekt bedeutet, dass das Gitter gezielt manipuliert wird, was sich bei unseren Kupferstabgittern sehr einfach durch das Entfernen einiger Stäbe verwirklichen ließ. Unser erster Defekt war ein Kanal, mit dem wir die Mikrowellen um die Ecke lenken wollten (siehe Abb.4.3). Auch diesen Versuch führten wir mit Gitterabständen von 10,12,16 und 20mm durch. Das Ergebnis war, dass die Wellen nur bei 12mm Stababstand umgelenkt wurden, bei allen anderen Abständen aber nicht.

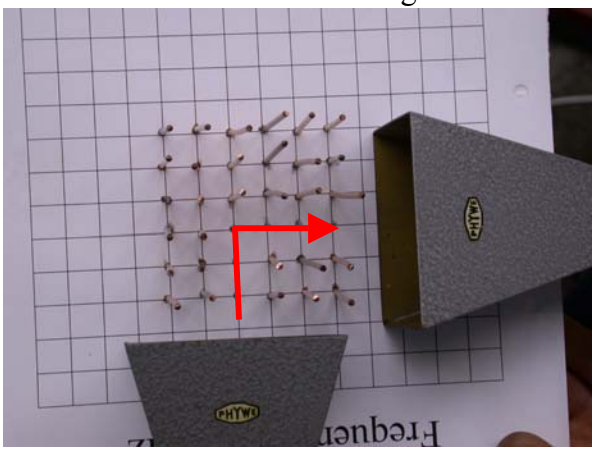


Abb. 4.3 Versuch zur Umlenkung der Mikrowellen

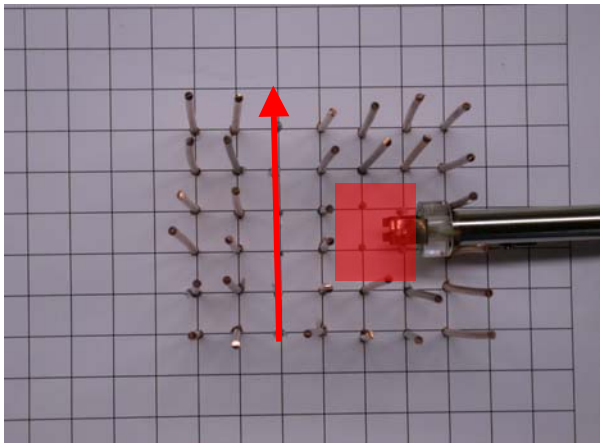


Abb. 4.4 Auskopplung der Mikrowellen

Bei der folgenden Versuchsreihe haben wir die Mikrowellen ausgekoppelt. Wir haben einen Kanal und zusätzlich einen Raum als Defekte in den Kristall eingebaut (siehe Abb.4.4). Mit einer Empfangsdiode konnten wir nachweisen, dass die Welle in den Raum neben dem Kanal eindringt. Auch dieser Versuch gelang nur bei einer Gitterkonstante von d = 12mm.

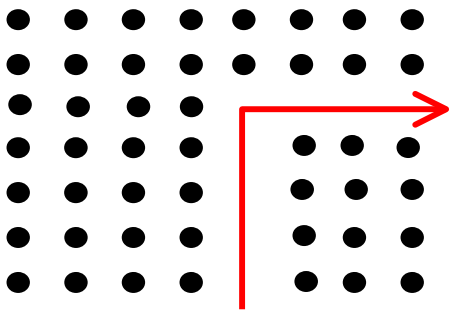


Abb. 4.5 Schematische Darstellung der Umlenkungsversuche

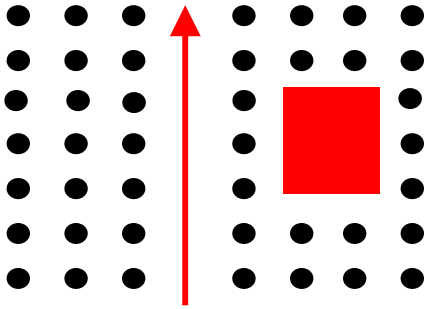


Abb. 4.6 Schematische Zeichnung des Auskopplungsversuchs. In den Kanal werden die Wellen gesendet und in dem Loch können sie nachgewiesen werden.

Nachdem wir all diese Versuche durchgeführt hatten, konnten wir die Mikrowellen zwar beliebig umlenken und auskoppeln, aber was wir nicht konnten war eine Bandlücke für Mikrowellen nachzuweisen, denn für Mikrowellen besaßen wir keinen Frequenzgenerator.

4.3 Die Suche nach der Bandlücke

Wir fragten beim Max-Plank-Institut für Radioastronomie in Bonn an, ob man hier entsprechende Versuche durchführen kann. Herr Dr. Keller lud uns nach Bonn ein und nahm sich sehr viel Zeit, um mit uns nach einer Bandlücke bei unserem 12mm-Kristall zu suchen. Herr Dr. Keller bestrahlte unseren Kristall mit Mikrowellen in einem Frequenzbereich von 7-15GHz (siehe Abb.4.7). Das Ergebnis der Messung zeigt Abb. 4.8. Man erkennt deutlich zwei Bandlücken im Bereich von 7-9GHz und im Bereich von 12-15GHz. Herr Dr. Keller sagte uns, dass das daran liegen könnte, dass sich bei einer Gitterkonstante von $\lambda/2$ und Vielfachen von $\lambda/2$ Bandlücken befinden könnten.

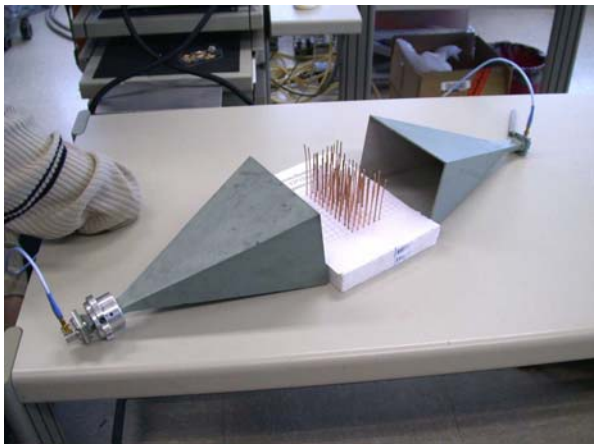


Abb. 4.7 Versuchsaufbau zum Nachweis der Bandlücke

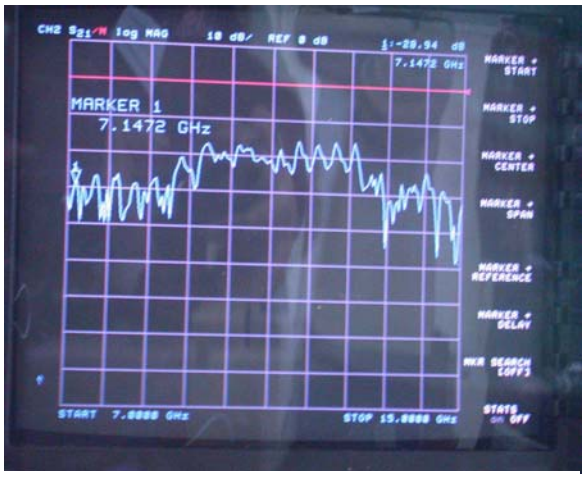


Abb. 4.8 Man erkennt Bandlücken in den Bereichen von 7-9 und12-15GHz. Die Hochwertachse besitzt eine logarithmische Teilung (ein Kästchen bedeutet Faktor 10).

4.4 Nachweis einer Bandlücke in der Schule

Nun hatten wir eine Bandlücke für Mikrowellen nachgewiesen; allerdings nicht mit schulischen Mitteln. Wir wollten aber auch in der Lage sein, in der Schule eine Bandlücke für Mikrowellen nachzuweisen. Dies erschien uns aber zunächst unmöglich, da wir kein Mikrowellenfrequenzspektrum erzeugen konnten. Nach einiger Zeit kam uns die Idee, dass wir, anstatt die Frequenz zu ändern, einfach den Gitterabstand ändern könnten. Jedoch mussten wir dafür eine Möglichkeit finden, um den Kristall einfach umbauen zu können. Des Weiteren wollten wir ein Material mit einem anderen ε_r verwenden um zu testen, ob dies Einflüsse auf das Versuchsergebnis hat. Dazu haben wir dann einen eindimensionalen Mikrowellenkristall (Abb. 4.11) aus mehreren Glasplatten, die wir hintereinander gestellt haben, gebaut. Das Ergebnis dieser Messung zeigt Abb. 4.12. Hier sind deutlich mehrere Bandlücken erkennbar. Eine Auffälligkeit bei diesen Messungen ist, dass die Bandlücken bei einem Vielfachen von $\lambda/2$ liegen, was bedeutet, dass unsere alte Rechnung mit $d = \lambda/2$ hier wieder funktioniert. Dies könnte damit zusammenhängen, dass wir an der Stelle der Kupferstäbe das Dielektrikum Glas verwendet haben.

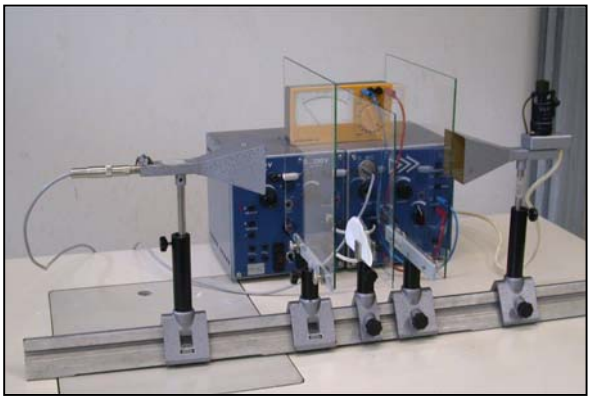


Abb.4.11 Eindimensionaler Mikrowellenkristall aus Glasplatten

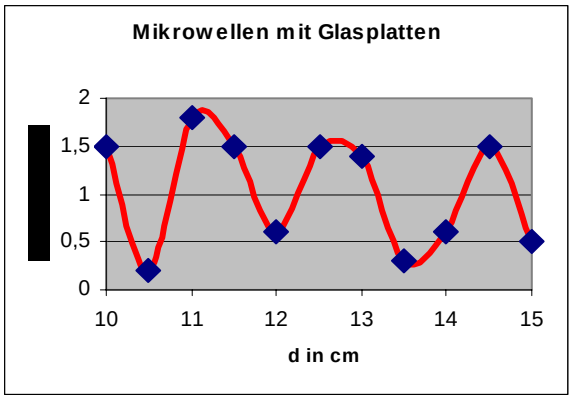


Abb.4.12 Im Diagramm zur Messung nach Abb. 4.11 sind bei allen Vielfachen von $\lambda/2$ Bandlücken erkennbar.

5. Kolloidkristalle

5.1 Planung eines Kolloidkristalls

Kolloidkristalle können als künstliche Opale betrachtet werden, da auch hier das Farbenspiel durch Beugung und Interferenz an den regelmäßig angeordneten SiO_2-Kügelchen entsteht. Der Durchmesser dieser Kügelchen liegt im Bereich der Wellenlänge des sichtbaren Lichtes.

Unser Ziel war es nun, mit schulischen Mitteln solche Kolloidkristalle herzustellen. Dazu brauchten wir Quarzglaskügelchen mit einem Durchmesser im Bereich von 400-700nm. Im Internet fanden wir die Firma *Microparticles*, die solche Nanokügelchen verkauft. Als wir dann aber erfuhren, das ca. 15ml dieser Kügelchen 250€ kosten war unser Vorhaben, eigene Kolloidkristalle herzustellen erst einmal gestoppt. Auch glaubten wir im Entferntesten nicht daran, dass uns in der Schule die Herstellung solch winziger Quarzglaskugeln gelingen könnte. Erst als wir vom Stöber-Fink-Bohn-Verfahren hörten, kam wieder Bewegung in unser Forschungsvorhaben.

5.2 Herstellung von SiO_2 Kugeln im nm-Bereich

Durch unsere Internetrecherchen wussten wir, dass die Universität Paderborn auch im Bereich Photonischer Kristalle forscht. Als wir uns hier telefonisch Rat holen wollten, wurden wir spontan eingeladen, um selber einmal unter Profibedingungen SiO_2-Nanokügelchen herzustellen. So fuhren wir hochmotiviert für 2 Tage nach Paderborn.

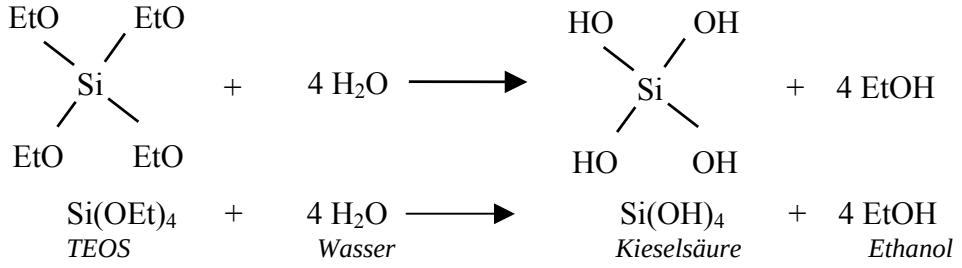
Für einen großen Ansatz haben wir in einen 2000ml Rundkolben 1000g Ethanol (99%) und einen Rührfisch gegeben. Unter rühren wurde 125g Ammoniaklösung (25%) hinzugegeben. Nach ca. 10 Minuten, als alles gut vermischt war, haben wir dann 13,2g Tetraethylorthosilikat (TEOS) mit einer Einwegspritze in den Kolben gespritzt. Nach kurzer Zeit konnten wir eine Trübung der Lösung feststellen, welche die einsetzende Partikelbildung anzeigt.

Abb. 5.1
Die angesetzte Lösung
(Aufnahme in unserer Schule)

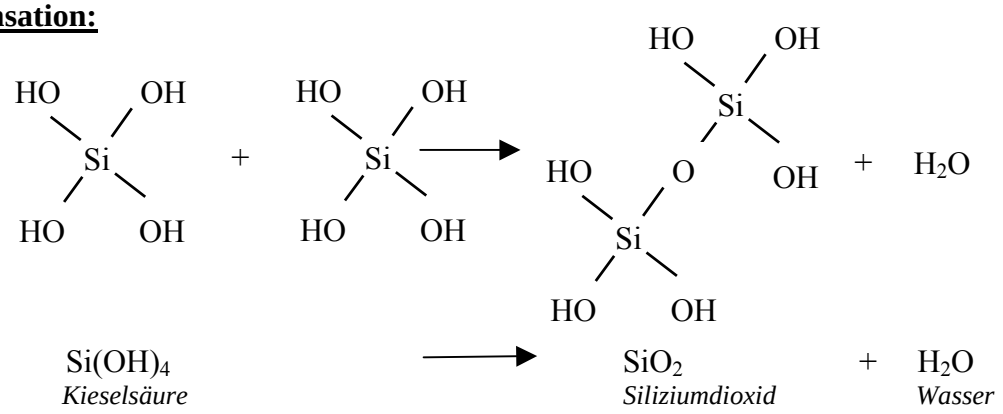
Abb. 5.2
Die trübe Lösung am nächsten Morgen
(Aufnahme in unserer Schule)

Zunächst entsteht in der Hydrolyse aus dem TEOS und dem Wasser der Ammoniaklösung Kieselsäure und Ethanol. Bei der Kondensation verbinden sich zwei Kieselsäuremoleküle unter Wasserabspaltung zu Siliziumdioxid, welches dann die Kügelchen bildet:

Hydrolyse:



Kondensation:



Man muss nun die Lösung über Nacht rühren lassen. Am nächsten Morgen konnten wir eine milchartige Flüssigkeit im Kolben sehen (Vgl. Abb. 5.1 und 5.2). Nun haben wir die Lösung aus dem Kolben in vier Zentrifugenflaschen gefüllt und 12 Minuten bei 3500Umin^{-1} zentrifugiert. Danach konnten wir sehen, dass sich die Kügelchen als weißer Feststoff am Boden abgelagert haben. Nun haben wir die Flüssigkeit (Mutterlauge) aus den Flaschen abgekippt, mit Ethanol wieder aufgefüllt und die Flaschen so lange geschüttelt, bis sich die Kugeln wieder vom Boden lösten und sich mit dem Ethanol vermischt haben. Dann wird wieder zentrifugiert. Dieser Vorgang wird insgesamt 5x durchgeführt. Man bezeichnet ihn als „Waschen“. Somit werden alle Ammoniak- und TEOS-Rückstände an den Kugeln entfernt. Nach dem letzten Abkippen der Flüssigkeit wird mit sehr wenig Ethanol wieder aufgefüllt, damit man eine möglichst konzentrierte Kugelsuspension hat.

Wir wollten nun aber auch wissen, ob wir tatsächlich Nanoquarzglaskugeln erzeugt haben. Dazu haben wir ein wenig von der Lösung auf einen Objektträger geträufelt und diesen bei

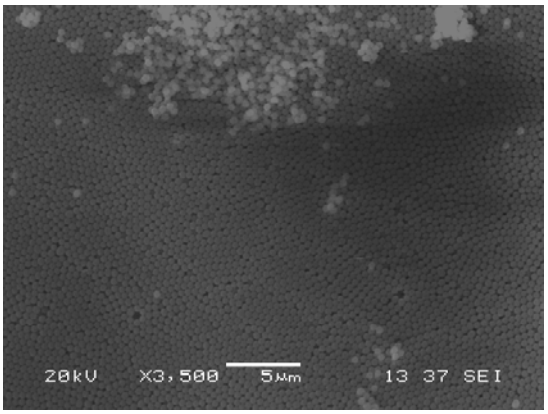


Abb. 5.3 Unsere Nanokügelchen unter dem Elektronenmikroskop bei 3500facher Vergrößerung

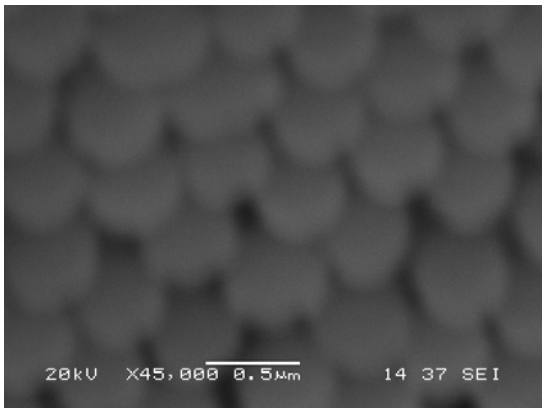


Abb. 5.4 Unsere Nanokügelchen unter dem EM bei 45000facher Vergrößerung (Durchmesser ca. 500nm)

70°C in den Trockenschrank gelegt. Dabei verdampft das Ethanol sehr schnell und die Kugeln bleiben zurück. Man sieht bei dieser Methode keine Glitzereffekte, weil das Ethanol bei 78°C siedet und somit bei 70°C sehr schnell verdampft, was zur Folge hat, dass die Kügelchen nicht genug Zeit haben um sich vorteilhaft anzuordnen. Dies war aber zunächst nicht von Bedeutung, da wir die Kügelchen unter dem Elektronenmikroskop betrachten wollten.
Dann kam unser großes Erfolgserlebnis: Wir hatten tatsächlich Nanokügelchen mit einem Durchmesser von ca. 500nm hergestellt (siehe Abb. 5.3 und 5.4).

Wir sind sehr froh, eine so tolle Unterstützung von der Universität Paderborn bekommen zu haben, denn wenn wir einen so großen Ansatz in der Schule hergestellt hätten, müssten wir mit unserer kleinen Schulzentrifuge sehr lange zentrifugieren.
Nichts desto trotz haben wir dann versucht, in der Schule mit unseren Mitteln SiO_2-Kugeln im nm-Bereich herzustellen, jedoch in einem wesentlich kleineren Ansatz. Wir haben unseren Ansatz mit 100g Ethanol gemacht.
Beim Rühren der Lösung haben wir dann auch eine Trübung feststellen können (Abb. 5.2), welche die einsetzende Partikelbildung anzeigt. Am nächsten Tag haben wir dann die Lösung wie oben beschrieben 5x zentrifugiert. Nach dem ersten Zentrifugieren hatten wir dann ein großes Problem, denn beim Schütteln der Reagenzgläser haben sich die Kugeln nicht vom Boden gelöst oder sind verklumpt. Nach langem Schütteln war dann immer noch kein Erfolg in Sicht. Dann kam uns die Idee, die Reagenzgläser in ein Ultraschallbad zu halten. Uns wurde freundlicherweise das Ultraschallbad eines Optikers neben der Schule zu Verfügung gestellt. Nach ca. 6min im Ultraschallbad haben sich die Kugeln voneinander getrennt und mit dem Ethanol vermischt. Also konnte es mit dem Zentrifugieren weiter gehen. Nach dem fünften Zentrifugieren haben wir dann die fertige Kugelsuspension in ein Probengläschen gefüllt. Nach dem dritten Zentrifugieren hatten wir auch schon einen ersten Beweis, dass unsere Kugeln zur Herstellung von photonischen Kristallen geeignet sind: Man konnte am Boden des Zentrifugengläschens etwas glitzern sehen (siehe Abb. 5.5). Die Kugeln hatten sich durch das Zentrifugieren in einem kleinen Bereich bereits regelmäßig angeordnet.

Abb. 5.5 Ein kleiner photonischer Kristall im Zentrifugenglas

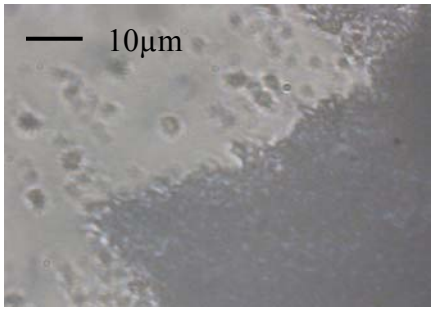


Abb. 5.6 Unsere in Paderborn hergestellten Kugeln unter dem Lichtmikroskop der Schule

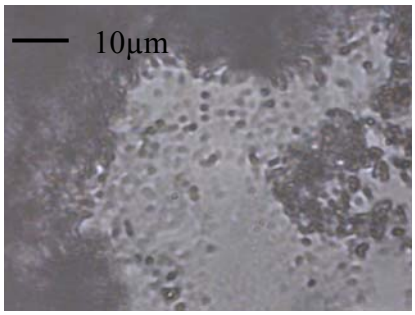


Abb. 5.7 Unsere in der Schule hergestellten Kugeln unter dem Lichtmikroskop der Schule

Da wir in der Schule kein Elektronenmikroskop besitzen, haben wir mit einem Lichtmikroskop und einer Webcam Aufnahmen von unseren Kugeln, die wir in Paderborn hergestellt haben (Abb. 5.6) und von unseren Kugeln, die wir in der Schule hergestellt haben (Abb. 5.7) gemacht. Dabei stießen wir an die Grenze des Auflösungsvermögens des Lichtmikroskops, doch trotzdem konnten die Aufnahmen uns überzeugen. Wir hatten es geschafft, trotz unserer primitiven schulischen Mitteln SiO_2-Kugeln im nm-Bereich herzustellen. Nun galt es, aus unseren in der Schule hergestellten Nanokügelchen einen Photonischen Kristall herzustellen.

5.3 Unser erster Photonischer Kristall

Da wir nun in der Lage waren, selbst Nanokugeln herzustellen und wir auch bereits einen kleinen Vorrat hatten, wollten wir nun einen eigenen Photonischen Kristall (Kolloidkristall) herstellen. Dazu gibt es aber viele verschiedene Möglichkeiten. Wir versuchten zunächst die einfachste: Man nimmt einen Objektträger und träufelt ein wenig von der Kugelsuspension darauf. Nun lässt man den Objektträger samt Lösung einfach bei Raumtemperatur trocknen. Dabei verdampft das Ethanol und die Kügelchen ordnen sich automatisch in der dichtesten Kugelpackung an. Nach einigen Stunden war das Ethanol schon verdampft, doch man konnte nichts auf dem Objektträger glitzern sehen. Taugten unsere Kugeln etwa nicht zur Herstellung eines Photonischen Kristalls? Nach der ersten Enttäuschung waren wir dennoch guter Dinge, einen Kristall herzustellen. Wir haben den Versuch wiederholt mit dem Unterschied, dass wir den Objektträger in den Kühlschrank gestellt haben (-21°C). Wir erhofften uns, dass das Ethanol so langsamer verdampft und auch die Brownsche Molekularbewegung, welche ebenfalls das Anordnen der Kügelchen stört, deutlich verringert wird. Nach einem Tag haben wir uns das Ergebnis angesehen und waren schockiert: Kein Kristall! Man kann keinen Unterschied zwischen der Probe aus dem Kühlschrank und der ohne Kühlschrank erkennen (Vgl. Abb. 5.8). Nach weiteren Überlegungen kamen wir darauf, dass es an mehreren Störfaktoren liegen muss. Diese ist zum einen die sich ständig in Bewegung befindliche Raumluft sowie bei zweiten Versuch die Vibrationen des Kühlschranks.

Wir haben uns dann überlegt, wie wir die Kugeln besser anordnen können. Bei unserer Suche hat es uns immer wieder beruhigt, dass auch die Profis noch keinen Weg gefunden haben, wie sich die Kugeln auf Anhieb perfekt anordnen lassen.
Nach einigen Tagen haben wir dann bei unserer Kugelsuspension in Ethanol, die still im Schrank stand, unseren ersten schönen photonischen Kristall mit Opalstruktur gesehen. Die Flasche mit der Suspension stand ca. 4 Tage im Schrank. Als wir weitere Versuche mit den Kugeln machen wollten, haben wir beobachtet, dass sich die Kugeln ganz auf den Boden abgesetzt haben und man am Gefäßrand einen glitzernden Bereich erkennen konnte (Abb. 5.9 und 5.10).

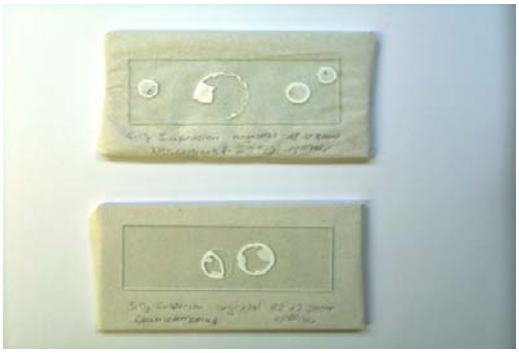


Abb. 5.8 Die obere Probe war im Kühlschrank, die untere nicht.

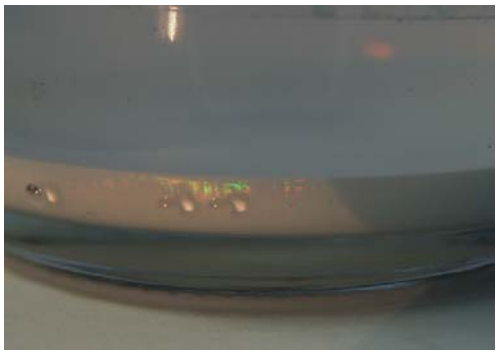


Abb. 5.9 Unser erster Photonischer Kristall

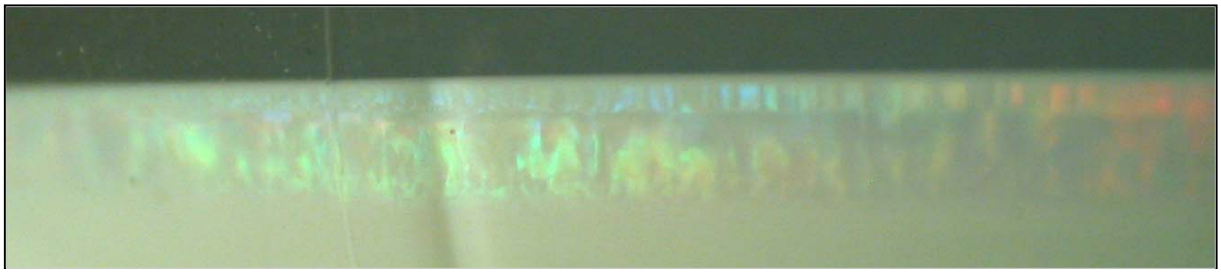


Abb. 5.10 Nahaufnahme von unserem ersten Photonischen Kristall

Wir hatten also unseren ersten Photonischen Kristall in der Schule hergestellt. Der Effekt hat uns zunächst sehr fasziniert, jedoch wollten wir die optimale Anordnung der Kugeln nun gezielter beeinflussen können.
Dazu haben wir in einem weiteren Versuch in eine Petrischale etwas von unserer Kugelsuspension gefüllt und diese bei 70°C in den Trockenschrank gestellt. Es bleibt nach ca. 30min ein Pulver (die Kugeln) in der Petrischale zurück. Dann haben wir das Pulver ca. 1 Stunde bei 135°C in den Trockenschrank gestellt, damit sich die Ammoniakreste zersetzen(Ammoniak zersetzt sich bei 125°C). Nun haben wir die Kugeln in destilliertem Wasser geschüttelt. Leider haben sie sich aber nicht wie geplant im Wasser gelöst, sondern kleine Verklumpungen der Kugeln schwammen im Wasser. Nach der Enttäuschung sind wir dann nochmals auf den Optiker und das Ultraschallbad zurückgekommen. Nach ca. 10 Minuten im Ultraschallbad haben sich die Kugeln voneinander getrennt und im Wasser gelöst. Somit haben wir nun unsere Kugeln in Wasser dispergiert. Die Kugeln ordnen sich hübscher in Wasser als in Ethanol an, da die Kugeln durch die Synthese OH-Gruppen auf der Oberfläche haben. Wenn man sie also in Wasser dispergiert, haben sie außen eine Hydrathülle, was die Anordnung positiv beeinflusst. Nun haben wir einen Objektträger hydrophob gemacht, indem wir ihn mit Silikonöl bestrichen haben und dann ca. 1min bei 400°C in den Ofen gestellt haben. Somit erreicht man eine hydrophobe Schicht, weil sich die Moleküle des Silikonöls mit der Oberfläche des Objektträgers durch die Hitze verbinden. Dieses Verfahren wird auch in der Pharmaindustrie bei Medizinbehältern angewandt. Wir machen unseren Objektträger deshalb hydrophob, damit das Wasser-Kugel-Gemisch nicht verläuft, sondern schön rund bleibt. Nun haben wir zwei Objektträger auf diese Weise hydrophob gemacht und auf den einen etwas von der Kugelsuspension in Wasser und auf den anderen etwas von der Kugelsuspension in Ethanol geträufelt. Nun hieß es wieder warten. Nach ca. 2 ½ Stunden war das Wasser und das Ethanol verdampft. Leider konnten wir keine bunten Effekte sehen. Wir waren zunächst sehr frustriert, weil es uns nicht gelingen wollte, einen Photonischen Kristall ganz gezielt herzustellen. Nach weiteren Überlegungen haben wir dann versucht, die Anordnung der Kugeln mit hörbarem Schall zu beeinflussen. Dazu haben wir auch wieder zwei Objektträger genommen und den einen hydrophob gemacht. Auf den hydrophoben haben wir etwas von der Suspension in Wasser und auf den anderen etwas von der Suspension in Ethanol geträufelt. Nun haben wir beide Objektträger nacheinander auf einen Lautsprecher gestellt (Abb. 5.11). Über einen Computer haben wir dann ein Rauschen an den Lautsprecher gesendet. Das Rauschen beinhaltet alle Frequenzen gleichzeitig. Damit verhindern wir, dass sich so genannte Chladnische Figuren ausbilden. Diese Figuren entstehen auf schwingenden Oberflächen, je nach Schwingfrequenz. Nach ca. 1 Stunde war das Ethanol schon vollständig verdampft und es sind nur die Kugeln - leider nur als weißer Feststoff - auf dem Objektträger übrig geblieben. Jetzt hieß es hoffen, dass aus der Wassersuspension ein Photonischer Kristall entsteht. Doch die große Enttäuschung kam auch bei diesem Versuch. Man sieht einfach nur eine weiße Feststoffschicht (Abb. 5.11).

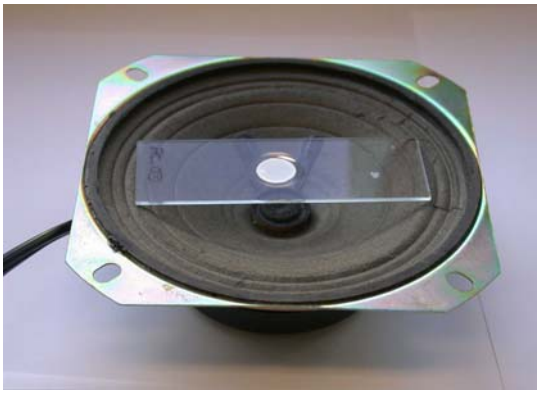


Abb. 5.11 Versuch zur Anordnung der Kugeln mittels Schallwellen

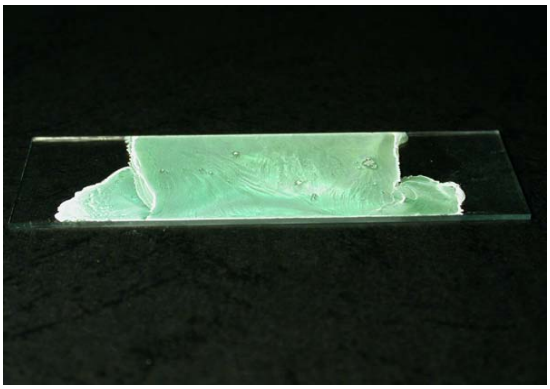


Abb. 5.12 Der grünlich schimmernde Kristall im Auflicht einer Glühlampe

Nach dieser Enttäuschung haben wir nochmals unsere Vorgehensweise gründlich überdacht. Wir haben festgestellt, dass wir bei jedem Versuch eine relativ dicke weiße Schicht hatten. Beim Betrachten der Opale aus der Natur ist uns aufgefallen, dass diese sehr dünne glitzernde Schichten haben und der Rest einfach durchsichtig ist. Daraufhin haben wir erneut einen Objektträger genommen und nur einen kleinen Tropfen von unserer in der Schule hergestellten Kugelsuspension in Ethanol genommen und diesen auf den Objektträger getropft. Die Flüssigkeit hat sich sofort auf dem Objektträger verteilt. Als wir uns nach ca. 1 Stunde Trocknung bei Raumtemperatur den Objektträger angesehen haben, ist uns aufgefallen, dass man leichte Glitzereffekte sieht. Sofort haben wir den Objektträger auf eine schwarze Pappe gelegt und ihn mit einer Glühbirne angeleuchtet. Man konnte eine grün-blau glitzernde Oberfläche sehen (Abb. 5.12 und 5.13). Doch als wir den Objektträger gegen die Glühbirne gehalten haben stellten wir etwas Erfreuliches fest. Der durchleuchtete Kristall erscheint rötlich (siehe Abb. 5.14). Unser Kristall scheint zu funktionieren! Er hat eine Bandlücke für blau-grünes Licht.

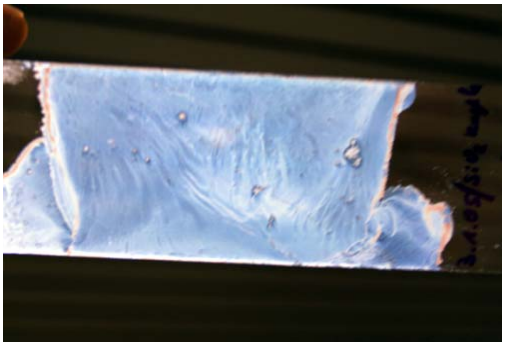


Abb. 5.13 Der angeleuchtete Kristall erscheint blau

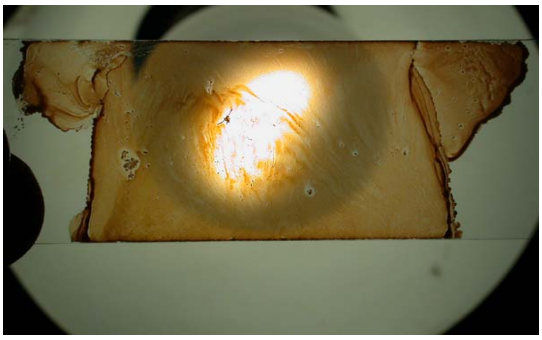


Abb. 5.14 Der durchleuchtete Kristall erscheint rötlich

Um nun zu überprüfen ob unser Photonischer Kristall wirklich die oben angenommene Bandlücke besitzt, führten wir den folgenden Versuch durch. Wir haben den Kristall vor ein Spektroskop gehalten. Dabei haben wir eigentlich erwartet, dass im blau-grünen Bereich nichts zu sehen ist. Doch gegen unsere Erwartung konnten wir das komplette Spektrum sehen. Nachdem wir uns nochmals Gedanken über unseren Kristall gemacht haben, ist uns aufgefallen, dass wir nur eine sehr dünne Kugelschicht auf dem Objektträger haben. Also musste eine dickere Schicht her. Dazu haben wir zunächst einen Tropfen von unsere Kugelsuspension auf eine Objektträger geträufelt und ihn trocknen lassen. Dann haben wir einen zweiten Tropfen auf die trockene Schicht getropft und diesen wieder trocknen lassen. Das Ganze haben wir dann so oft gemacht, bis wir 4 Schichten übereinander hatten.

Als die Schichten über Nacht getrocknet waren, haben wir den mehrschichtigen Kristall erneut vor das Spektroskop gehalten. Wir machten eine sehr erfreuliche Beobachtung: Das komplette blaue Licht war weg (Abb. 5.15 und 5.16).

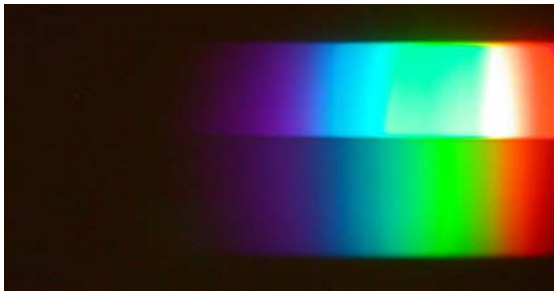


Abb.5.15 Das Spektroskop ohne Kristall
oben: Spektrum des einfallenden Lichts; unten: Vergleichsspektrum

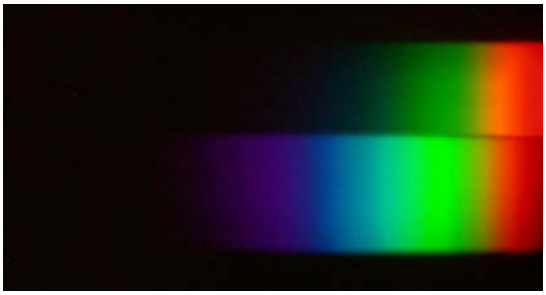


Abb. 5.16 Das Spektroskop mit Kristall.
oben: deutliche Bandlücke beim blauen Licht; unten: Vergleichsspektrum

Der Versuch mit dem Spektroskop hat uns dann endgültig davon überzeugt, dass wir einen Photonischen Kristall mit einer Bandlücke für blaues Licht hergestellt hatten. Nun wollten wir es schaffen, eine Bandlücke für grünes Licht herzustellen. Dazu haben wir erneut einige Kugelansätze gemacht. Dabei haben wir jeweils die Ammoniakkonzentration verringert. Dadurch ist es uns gelungen, die Kugeln größer zu bekommen. Durch eine erhöhte Konzentration der Kugelsuspension haben wir es schließlich geschafft, bessere Photonische Kristalle herzustellen (Abb. 5.17, 5.18 und 5,19).

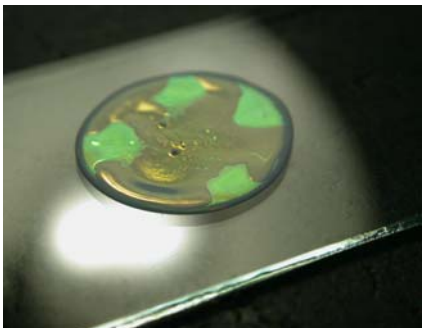


Abb. 5.17: Photonischer Kristall auf einem hydrophoben Objektträger.

Abb. 5.18: Photonischer Kristall auf einem hydrophoben Objektträger mit größeren Kugeln.

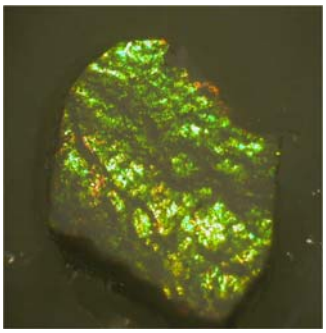


Abb. 5.19: Photonischer Kristall durch Trocknung der Kugelsuspension im Probengläschen entstanden.

6. Kritische Reflexion und Ausblick

Nach intensiver und manchmal frustrierender Forschungsarbeit ist es uns tatsächlich gelungen, in der Schule einen Photonischen Kristall herzustellen. Dies war bisher nur in Forschungslaboratorien und Universitäten möglich. Mit unseren schulischen Mitteln haben wir dazu die Herstellung von SiO_2-Kugeln in nm-Bereich verwirklicht. Insgesamt denken wir, dass wir weit gekommen sind, jedoch müssen wir unsere Versuchsergebnisse noch optimieren. So müssen wir bei der Herstellung unserer Photonischen Kristalle z. B. mehr auf die Sauberkeit der Geräte und der Umgebung achten. In Abb. 6.1 sieht man Staub auf einem unserer Computerbildschirme. Wir schätzen die Größe eines Staubkorns auf ca. 100µm. Wenn man bedenkt, dass ein SiO_2 Kügelchen eine Größe von 500nm (also 0,5µm) hat, ist dies ca. 0,5% so groß, wie ein Staubkorn. Wie soll man bei diesem „Dreck“ in der Umgebung einen sauberen Photonischen Kristall herstellen!

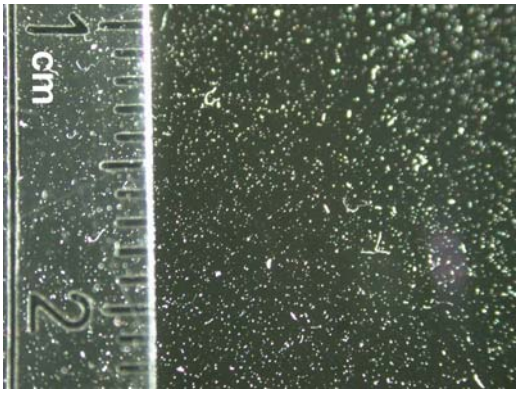


Abb. 6.1 Hausstaub auf einem Computerbildschirm (seitlich von der Sonne angestrahlt)

Beim Arbeiten mit dem SiO_2 -Feinstaub muss auf höchste Sicherheit geachtet werden, denn die Kügelchen sind so klein, dass man nicht merkt, wenn sie in den Körper und speziell in die Lunge eindringen. Darum ist es wichtig, stets Schutzbrille und Mundschutz bei der Arbeit mit den Feinstäuben zu tragen. Am besten ist es aber, wenn man die Kugeln stets in der Flüssigkeit oder in einem geschlossenen Behälter lässt.

Wenn man als Forscher Neues entdecken will, muss man übertrieben zuversichtlich sein. Mit diesem Gedanken im Kopf werden wir sicherlich noch viele Versuche mit Mikrowellen und Licht bis zum Wettbewerb machen und vielleicht auch das ein oder andere interessante Ergebnis bekommen.

7. Dank

Unser besonderer Dank gilt Frau Bettina Friedel und Herrn Prof. Dr. Siegmund Greulich – Weber von der Universität Paderborn, die uns bei der Herstellung einer größeren Menge der SiO_2-Kugeln unterstützt haben. Wir danken außerdem Herrn Dr. Keller vom Max Planck Institut für Radioastronomie in Bonn, der sich für uns viel Zeit genommen hat, um mit einem durchstimmbaren Mikrowellensender nach einer Bandlücke in unserem Mikrowellenkristall zu suchen. Außerdem danken wir dem Optiker Alex Schlierf aus Bad Münstereifel, der uns sein Ultraschallbad zur Verfügung gestellt hat. Weiterhin danken wir dem Institut für Halbleitertechnik (IHT) der RWTH Aachen für REM – Aufnahmen und unserem Betreuungslehrer Herrn Walter Stein für die Unterstützung und Ratschläge zu unserer Arbeit.

8. Literatur und Links

[1] Miyashita, T.: Experimental Full Band Gap of a sonic crystal slab made of a 2D lattice of aluminium rods in air
WCU, Japan 2003

[2] Stöber, Werner; Fink Arthur: Controlled growth of Monodisperse Silica Spheres in the Micron Size Range, New York, 1968

[3] Barth, Michael: Mikroskopie und Spektroskopie an Farbstoffmolekülen in photonischen Kristallen, Jahr ?

[4] Egen, Marc: Funktionale dreidimensionale Photonische Kristalle aus Polymerlatizes, Mainz, 2003

[5] Yablonivitch, Eli: Halbleiter für Lichtstrahlen, Spektrum der Wissenschaft, April 2004

[6] Wehrspohn R.B: Photonic Crystals
Berlin, 2004

[7] http://www.weltderphysik.de/themen/stoffe/materialien/weich/kolloide

[8] http://fb6www.ubp.de/ag/ag-greulich