



Bachelorarbeit

Die Herstellung von superhydrophoben- superamphiphoben Oberflächen

Bachelor Thesis
Fachbereich 3. Chemie und Biotechnologie
Studiengang Angewandte Chemie
Fachhochschule Aachen
Campus Jülich

von
TIM ERNST
Matrikelnummer | 853472

Jülich, 13. Oktober 2014

Erklärung

Diese Arbeit ist von mir selbstständig angefertigt und verfasst. Es sind keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt worden.

(Tim Ernst)

Jülich, den 13.10.2014

Diese Arbeit wurde betreut von:

1. Prüfer: Prof. Dr. Lauth
2. Prüfer: Dipl.-Chem. Markus Hojczyk

Danksagung

Zunächst möchte ich mich an dieser Stelle bei all denjenigen bedanken, die mich während der Anfertigung meiner Bachelor-Arbeit unterstützt und motiviert haben.

Besonders gilt dieser Dank Herrn Prof. Dr. Lauth, der meine Arbeit betreut hat und mir bei sämtlichen Fragen und Komplikationen immer wichtige Denkanstöße gab. Desweiteren danke ich Ihm, dass er mir sein Labor zur Verfügung gestellt hat und mir die Möglichkeit gab, dort zu arbeiten und zu forschen.

Danken möchte ich ebenso Herrn Dipl.-Chem. Markus Hojczyk, der mir wichtige Geräte zur Verfügung stellte, die notwendig waren um das Bachelorprojekt durchzuführen. Ebenso gilt der Dank für die Unterstützung bei den Kontaktwinkelmessungen.

Weiterhin gilt mein Dank Frau Dipl.-Ing. Ulrike Scholl, die mir sämtliche Chemikalien und Materialien zur Verfügung gestellt hat.

Inhaltsverzeichnis

| | |
|--|-----------|
| Erklärung..... | II |
| Danksagung | III |
| 1 Einleitung | 1 |
| 1.1 Motivation/ Ziel | 2 |
| 1.2 Stand der Technik | 3 |
| 2 Theoretischer Hintergrund | 4 |
| 2.1 Amphiphobizität..... | 4 |
| 2.2 Oberflächenspannung | 4 |
| 2.3 Oberflächenenergie | 5 |
| 2.4 Morphologie..... | 7 |
| 2.5 Vorgänge an den Grenzflächen..... | 8 |
| 2.6 Kontaktwinkel | 9 |
| 2.7 Wie kommt die Selbstreinigung zustande? | 12 |
| 2.8 Stöber-Prozess..... | 13 |
| 2.9 Chemische Gasphasenabscheidung (CVD) | 14 |
| 2.10 Kalzination..... | 14 |
| 3 Experimenteller Teil | 15 |
| 3.1 Verwendete Geräte | 15 |
| 3.2 Verwendete Chemikalien | 15 |
| 3.3 Versuchsbeschreibung..... | 15 |
| 3.4 Allgemeines Ablaufschema | 20 |
| 3.4.1 Ablaufschema der einzelnen Proben | 20 |
| 3.5 Reaktionen | 23 |
| 3.5.1 Reaktionen der ersten Gasphasenabscheidung..... | 23 |
| 3.5.2 Hydrolyse: | 23 |
| 3.5.3 Kondensation:..... | 24 |
| 3.5 Gesamtgleichung:..... | 24 |
| 3.5.5 Reaktion der zweiten Gasphasenabscheidung | 25 |
| 4 Ergebnis/Diskussion | 26 |
| 4.1 Versuchsnummer 1: Auftragen von Ruß | 26 |
| 4.2 Versuchsnummer 2: Rußmasse und Abhängigkeit der Silikaaufnahme | 27 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 4.3 | Versuchsnummer 3: Ermittlung des idealen Temperaturprogramms | 29 |
| 4.4 | Versuchsnummer 4: Einfluss der Silikamasse auf die Kalzination | 29 |
| 4.5.1 | Kontaktwinkel mit n-Dekan | 32 |
| 4.6 | Versuchsnummer 6: Rasterelektronenmikroskop | 34 |
| 4.7 | Versuchsnummer 7: Selbstreinigungseffekt | 35 |
| 4.8.1 | Beständigkeit gegenüber Wassertropfen..... | 35 |
| 4.8.2 | Hitzebeständigkeit | 36 |
| 4.8.3 | Kratzfestigkeit..... | 36 |
| 5 | Zusammenfassung | 37 |
| 6 | Ausblick | 38 |
| | Anhang..... | 39 |
| | Abbildungsverzeichnis..... | 49 |
| | Tabellenverzeichnis..... | 50 |

1 Einleitung

In der Natur gibt es schon seit einem Zeitraum über Jahrmillionen Pflanzen, die superhydrophobe (superwasserabweisende) Oberflächen, insbesondere Blätter, besitzen. Diese Blätter sind extrem unbenetzbar. Dadurch kommt es zustande, dass Verschmutzungen einfach durch Wasser abgespült werden können. Ein bekanntes Beispiel ist die Lotuspflanze.

Dieses Phänomen ist in der Natur jedoch nicht nur bei Pflanzen verbreitet, auch bei Tieren ist dieser Effekt zu beobachten. Es gibt Insekten und Vögel, die diese Eigenschaften besitzen. Oberflächen mit superhydrophoben und superamphiphoben Merkmalen sind selbstreinigend und durch den „Lotus-Effekt“ bekannt geworden. Superamphiphobe Oberflächen können von Flüssigkeiten mit unterschiedlichen chemischen und physikalischen Eigenschaften nicht benetzt werden [1] [2].

Die Fähigkeit der selbstreinigenden Oberflächen beruht dabei auf speziellen Oberflächenmerkmalen im Mikro- und Nanometerbereich [3]. Die Nanotechnologie wird erst seit wenigen Jahrzehnten intensiv erforscht. Lange Zeit war unklar, dass diese feinsten Strukturen im Bereich von 10^{-9} m existieren. Die Sinne des Menschen wie der Tastsinn oder die visuelle Wahrnehmung täuschen vor, dass auf dem Lotusblatt eine sehr glatte Oberfläche vorliegt. Erst durch die Erfindungen des Raster – und des Transmissionselektronenmikroskops zeigte sich, dass die Oberfläche des Blattes sehr rau ist.

Seit einigen Jahren erfährt der sogenannte „Lotus-Effekt“ auch in der Industrie eine immer größere Bedeutung. Es wird daran geforscht, Schiffe mit diesem Effekt zu versehen. Durch die hohe Hydrophobie kommt es dazu, dass die Reibungskraft zwischen dem Rumpf des Schiffes und des Wassers verringert wird. Somit wird der Kraftstoffverbrauch des Schiffes stark reduziert [4]. Fensterscheiben mit diesen Merkmalen zu versehen, ist in der Automobilindustrie sehr wichtig. Bei schlechten Witterungsverhältnissen gewährleisten diese Oberflächen den Fahrzeugführern eine klare Sicht, da Wassertropfen sofort abperlen und vorhandenen Schmutz von der Frontscheibe spülen. Scheibenwischer können leicht abnutzen und gewährleisten so nicht immer eine gute Sicht bei schlechten Witterungen. Mithilfe der selbstreinigenden Oberflächen ließen sich so viele Unfälle vermeiden.

In dieser Arbeit wird ebenfalls eine selbstreinigende Oberfläche hergestellt, welche superhydrophobe und superamphiphobe Eigenschaft besitzt. Dies bedeutet, dass sie nach der Behandlung nicht nur wasserabweisend, sondern auch ölabweisend ist. Das Grundgerüst bildet dabei ein einfacher Glasobjektträger, bei dem die Oberfläche modifiziert wird.

1.1 Motivation/ Ziel

Das Thema der superhydrophoben und superamphiphoben Oberflächen ist in vielerlei Hinsicht interessant. Neben einem großen Einsatzgebiet sind die Beschichtungen in der Lage die Sicherheit und die Gesundheit des Menschen zu erhöhen, indem sie für bessere Sichtverhältnisse im Straßenverkehr sorgen und auch einen Schutz vor Mikroorganismen bilden. Desweiteren wird die Umwelt geschützt, da aufgrund dieser Oberflächen die CO₂ Emission gesenkt werden können.

Das Ziel der Arbeit ist die Herstellung einer superhydrophoben, speziell superamphiphoben Oberfläche auf Glasobjektträgern. Dabei wird die Oberfläche des Glases mittels eines Fluoralkylsilans behandelt. Dadurch entsteht eine mikroskopisch raue Oberfläche mit einer niedrigen Oberflächenenergie. Aufgrund dieser Modifizierung soll die Oberfläche weder von polaren noch von unpolaren Flüssigkeiten benetzt werden können.

1.2 Stand der Technik

Seit einigen Jahren findet sich der Effekt der selbstreinigenden Oberflächen in der Industrie wieder. Dabei gibt es zwei grundlegende Ansätze mit denen diese Oberflächen hergestellt werden. Die Oberflächenenergie wird gesenkt und die Oberfläche erhält eine raue Struktur („[...] superhydrophobic surfaces are commonly prepared through a combination of surface roughening and lowering of the surface energy.“) [5]. Durch die vielseitige Einsetzbarkeit wurden verschiedenste Industriezweige auf diese Oberflächen aufmerksam. Neben Dachziegeln gibt es auch Lacke, Textilien, Kunststoffe und Glasfenster, die selbstreinigende Eigenschaften besitzen [6] [7]. Sie alle besitzen mikro- und nanostrukturierte Oberflächen, die durch verschiedenste Verfahren hergestellt werden. Zu den häufig verwendeten Verfahren in der Industrie zählen die chemische Gasphasenabscheidung, Ätz- und Sol-Gel Verfahren sowie die Schicht für Schicht Anordnung [8]. Mithilfe der chemischen Gasphasenabscheidung, der Schicht für Schicht Anordnung sowie mit dem Sol-Gel Prozess ist es möglich die Oberflächenenergie des Produktes zu verringern. Insbesondere wird die chemische Gasphasenabscheidung häufig genutzt, da sie eine sehr günstige und flexible Methode zur Herstellung dieser Oberflächen ist (vgl. 2.8). Mit dem Ätzverfahren wird die Oberfläche des Produktes angeraut. Dies verstärkt bei einer hydrophoben Oberfläche die Hydrophobie (siehe. 2.4) [9] [10] [11]. Neben der Herstellung der Oberflächen sind die Prüfmethode in der Industrie sehr wichtig. Diese geben Aufschluss über die Qualität der Oberfläche. Häufig verwendet werden das Rasterelektronenmikroskop sowie Kontaktwinkelmessungen. Mit dem Rasterelektronenmikroskop ist es möglich die Topografie der Oberfläche im Bereich von wenigen Nanometern sichtbar zu machen. Ein fein gebündelter Elektronenstrahl trifft auf die Probe und rastert diese ab. Dabei entstehen Sekundärelektronen, welche anschließend detektiert und in elektrische Signale umgewandelt werden [12]. Die Kontaktwinkelmessungen weisen nach, inwieweit die Probe von Flüssigkeiten benetzt werden kann. Dabei wird zwischen dem statistischen und dem dynamischen Kontaktwinkel unterschieden. Während der statistischen Messung ändert sich der Kontaktwinkel nicht. Dies ist bei der dynamischen Kontaktwinkelmessung nicht der Fall [13].

2 Theoretischer Hintergrund

Zunächst wird ein Überblick gegeben, welche Faktoren eine superhydrophobe- / amphiphobe Oberfläche hervorrufen. Um solche Eigenschaften zu erzeugen, benötigt man Kenntnisse über physikalisch/ chemische Eigenschaften sowie über die Struktur der Oberfläche.

2.1 Amphiphobizität

Der Begriff Amphiphobie leitet sich aus dem altgriechischen ab und bedeutet wörtlich übersetzt „von beiden Seiten Angst“. Wie in der Einleitung kurz beschrieben, bedeutet dies chemisch, dass eine Oberfläche wasser- und ölabweisend ist (hydrophob und oleophob). Amphi- und speziell superamphiphobe Oberflächen werden oftmals als omniphob bezeichnet. Flüssigkeiten mit unterschiedlichsten chemischen und physikalischen Eigenschaften weisen bei Kontakt mit einer solchen Oberfläche dasselbe Verhalten auf. Sie sind nicht in der Lage die Oberfläche zu benetzen, was dazu führt, dass sie von der Oberfläche abperlen. Amphiphobe Oberflächen weisen Kontaktwinkel von $90-150^\circ$ auf. Als superamphiphob werden die Oberflächen bezeichnet, bei denen die Kontakwinkel Θ_1, Θ_2 mit polaren sowie unpolaren Flüssigkeiten größer als 150° sind [14] [15].

2.2 Oberflächenspannung

Flüssigkeiten tendieren dazu, ihre Oberfläche zu minimieren. Es soll die maximale Zahl an Teilchen in einem bestimmten Volumen untergebracht sein. Dadurch kommt es zustande, dass Tropfen in einer Kugelform vorliegen. Die Kugelform ist die Form, bei der das kleinste Verhältnis von Oberfläche zum Volumen vorliegt (siehe Tabelle 1). [16] Dies lässt sich durch ein kleines Rechenbeispiel zeigen. Wir vergleichen zunächst die Oberflächen zum Volumenverhältnis einer Kugel mit einem Würfel. Der Radius der Kugel r und die Kantenlänge des Würfels a werden mit 1 cm gewählt.

Kugel: $V_K = \frac{4}{3} \pi r^3$ $O_K = 4\pi r^2$

Würfel: $V_W = a^3$ $O_W = 6a^2$

Tabelle 1: Vergleich der Oberflächen/Volumina Verhältnisse

| Kugel | Radius [cm] | Oberfläche [cm ²] | Volumen [cm ³] | Oberfläche/Volumen [cm ⁻¹] |
|--------|-----------------|-------------------------------|----------------------------|--|
| | 1 | 12 | 4 | 3 |
| Würfel | Kantenlänge[cm] | Oberfläche [cm ²] | Volumen [cm ³] | Oberfläche/Volumen [cm ⁻¹] |
| | 1 | 6 | 1 | 6 |

Es zeigt sich, dass das Oberflächen- zu Volumenverhältnis der Kugel viel geringer ist als das des Würfels. Das Modell zur Bildung einer Kugel entspricht jedoch nur einem Ideal. Es wirken Kräfte, die die Bildung der Kugelform nicht zulassen. Ein entscheidender Faktor ist z.B. die Erdbeschleunigung von 9,81 m/s². Die Flüssigkeit wird dadurch zusammengedrückt. [16] Die Oberflächenspannung σ besitzt die Einheit N/m.

2.3 Oberflächenenergie

Als Oberflächenenergie wird die Energie bezeichnet, die benötigt wird, um eine neue Oberfläche einer Flüssigkeit oder eines Feststoffs zu erzeugen. Bei Flüssigkeiten lässt sich dies an Abbildung 1 gut erläutern. Es werden die Kräfte innerhalb der Flüssigkeit betrachtet. Es fällt auf, dass die Moleküle innerhalb der Flüssigkeit Wechselwirkungen mit ihren Nachbarn eingehen. Dort herrscht eine ausgeglichene Kräfteverteilung vor. Dies ist bei den Molekülen, die an der Oberfläche der Flüssigkeit sind, nicht der Fall, da sie nur mit den Molekülen unter sich wechselwirken können. Dadurch kommt es dazu, dass eine resultierende Kraft ins Innere der Flüssigkeit wirkt.

Um nun die Oberfläche zu vergrößern, muss nun ein Molekül vom Inneren der Flüssigkeit an die Oberfläche gebracht werden. Dazu muss Energie aufgewendet werden, um die resultierende Kraft, die in das Innere der Flüssigkeit wirkt, zu überwinden.

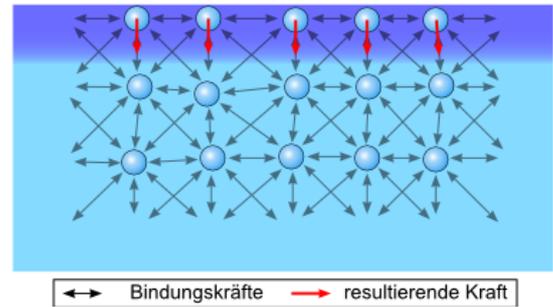


Abbildung 1: Wechselwirkung innerhalb der Flüssigkeit

Die freie Oberflächenenergie ist somit die Energie, die aufgewendet werden muss, um eine Oberfläche bei konstanten Volumen- und Temperaturbedingungen um eine bestimmte Fläche zu vergrößern. [17] Somit ist:

$$\sigma = \frac{\partial W}{\partial A}, [\sigma] = \frac{J}{m^2} = \frac{N}{m} \quad \text{(Gleichung 1: freie Oberflächenenergie)}$$

mit: ∂W , Änderung der Oberflächenenergie
 ∂A , Änderung der Größe der Oberflächen

Bei Flüssigkeiten wird oft von der Oberflächenspannung gesprochen. Bei Festkörpern wird die Oberflächenenergie verwendet (vgl. Abb. 2). Die Oberflächenspannung ist äquivalent zur freien Oberflächenenergie.

Die Oberflächenenergie zählt somit auch zu den wichtigen Kräften, die über eine Benetzbarkeit oder Unbenetzbarkeit entscheiden. [17] [18] [19]

Es zeigt sich, dass dies auch für Feststoffe zutrifft. Eine hohe Oberflächenenergie sorgt für eine große Oberfläche. Die Oberfläche wird also von dem Tropfen benetzt. Bei niederenergetischen Oberflächen kommt es zu einer Energieminimierung. Der Wassertropfen geht in eine Kugelform über.



Abbildung 2: Oberflächenenergien

2.4 Morphologie

Die Herstellung von superhydrophoben und superamphiphoben Oberflächen hängt nicht nur von den chemischen Voraussetzungen ab, sondern auch von der Morphologie, also der Struktur der Oberfläche. Die Oberflächenrauheit und die chemische Homogenität spielen bei der Herstellung von Oberflächen mit einem Kontaktwinkel $\Theta > 150^\circ$ neben den Wechselwirkungen von Flüssigkeit und Feststoff eine entscheidende Rolle. Das Verhalten eines Flüssigkeitstropfens auf einer mikroskopisch rauhen Oberfläche wurde von Wenzel und Cassie-Baxter untersucht. Dabei kam es zu zwei Modellen (siehe Abbildung 3).

Es wird deutlich, dass die Flüssigkeit bei Wenzels Modell in der Lage ist, die Oberflächenunebenheiten zu überwinden. Der Wassertropfen setzt sich zwischen die mikroskopisch kleinen Lücken. Im Gegensatz dazu steht das Modell von Cassie-Baxter, welches davon ausgeht, dass kleine Luftbläschen zwischen den Unebenheiten eingeschlossen sind. [19]

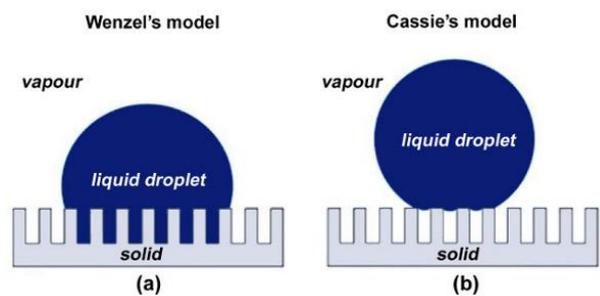


Abbildung 3: Verhalten auf einer rauhen Oberfläche

Der Kontaktwinkel wird im Cassie-Baxter Modell als Resultat von dem Feststoff und den eingesperrten Luftbläschen aufgeführt. Robert N. Wenzel stellte einen linearen Zusammenhang zwischen dem Rauheitsfaktor einer Oberfläche und dem Kontaktwinkel her (vgl. Gl. 2.).

$$\cos \Theta_r = r * \cos \Theta_Y$$

(Gleichung 2: Veränderung des Kontaktwinkels durch den Rauheitsfaktor)

$$r = \frac{\text{wahre Fläche}}{\text{geometrische projizierte Fläche}}$$

(Gleichung 3: Rauigkeitskoeffizient)

In dieser Gleichung bildet Θ_r den Kontaktwinkel. Der Rauigkeitskoeffizient r besteht aus dem Quotient der wahren Fläche und der geometrischen Fläche (siehe. Gl. 3). Die wahre Fläche bildet die mikroskopisch raue Fläche, wohingegen die geometrisch projizierte Fläche durch eine glatte Fläche dargestellt ist. Der Kontaktwinkel Θ_Y bezieht sich auf den Kontaktwinkel nach Young (siehe 2.6), welcher sich auf eine homogene Oberfläche bezieht. Der Rauigkeitskoeffizient ist immer größer als eins, da die raue Fläche stets größer als die glatte Fläche ist. Dies führt dazu, dass hydrophobe Oberflächen $\Theta_Y > 90^\circ$ bei zunehmender Rauigkeit hydrophober werden. Hydrophile Oberflächen hingegen werden bei zunehmender Rauigkeit hydrophiler. [20]

Ebenfalls stellte Cassie-Baxter eine Gleichung auf, mit deren Hilfe sich der Kontaktwinkel auf einer heterogenen Fläche (siehe Abb. 3.) berechnen lässt (Gl.4).

$$\cos(\Theta_r) = r' f \cos(\Theta_Y) - (1-f) \quad \text{(Gleichung 4: Cassie-Baxter)}$$

Dabei bildet r' den Rauheitsfaktor des Anteils der benetzten Oberfläche. Der Anteil der projizierten Fläche, die tatsächlich benetzt ist, wird durch f dargestellt. [21] [22]

2.5 Vorgänge an den Grenzflächen

Um die Vorgänge an den Grenzflächen genauer zu verstehen, sollen zunächst zwei Begriffe erörtert werden. Es soll zunächst ein Überblick über Adhäsion und Kohäsion verschafft werden. Wir betrachten zunächst einen Wassertropfen auf einem Festkörper (siehe Abb. 4).

Die Moleküle, die von gleichartigen Nachbarn umgeben sind, stehen in ständiger Wechselwirkung untereinander. Dort herrscht die Kohäsionskraft vor. Die Kohäsionskraft ist nach innen gerichtet. An der Grenzfläche von Flüssigkeit zu Feststoff tritt die Adhäsionskraft auf, welche nach außen gerichtet ist.

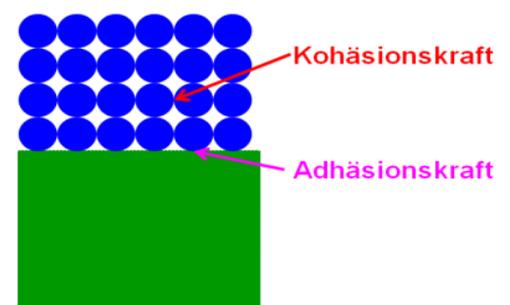


Abbildung 4: Vergleich von Kohäsion und Adhäsion

Diese Kräfte entscheiden, ob eine Benetzung des Festkörpers stattfindet oder nicht. Bei der Lotusblume, die den selben Effekt zeigt wie die Proben, die während dieser Arbeit hergestellt werden sollen, sind die Kohäsionskräfte innerhalb des Wassers größer als die Adhäsionskräfte zwischen dem Wasser und der Oberfläche. Dadurch kommt es dazu, dass die Bildung einer Kugel begünstigt ist. Es findet keine Benetzung statt. [21]

- Kohäsion >> Adhäsion führt zu der Bildung einer Kugel
- Adhäsion >> Kohäsion führt zu einer Benetzung der Oberfläche

Die Energie der Adhäsion sowie der Kohäsion sind durch folgende Gleichungen beschrieben. [20]

$$W_A = \gamma_s + \gamma_l - \gamma_{sl} \quad (\text{Gleichung 5: Adhäsion})$$

$$W_K = 2 \gamma_{sl} \quad (\text{Gleichung 6: Kohäsion})$$

Die Gleichung der Adhäsion setzt sich aus der Adhäsionsenergie W_a , der Addition der beiden Oberflächenenergien der Flüssigkeit γ_l und der des Feststoffs γ_s zusammen. Subtrahiert wird anschließend noch die Grenzflächenenergie γ_{sl} . Die Kohäsion besteht ausschließlich aus dem doppelten Anteil der Grenzflächenenergie. Ist die Adhäsionsenergie positiv, führt dies zu einer Anziehung von Flüssigkeit und Festkörper. [20] [21]

2.6 Kontaktwinkel

Um den Kontaktwinkel zu erklären, stellen wir uns vor, dass sich ein Flüssigkeitstropfen auf einer festen Oberfläche befindet. Zwischen dem Flüssigkeitstropfen und der Oberfläche bildet sich nun ein Kontaktwinkel Θ (s. Abb.5.). Er ist definiert als der Winkel zwischen der Tangente am Dreiphasenpunkt und der Festkörperoberfläche. [22] Die Wechselwirkung zwischen Flüssigkeit und Feststoff kann ebenfalls durch den Kontaktwinkel beschrieben werden. Der Kontaktwinkel wird genau im Dreiphasenpunkt gemessen. Dort liegt ein Kräftegleichgewicht vor, welches sich aus der Grenzflächenenergie, der

Oberflächenspannung der Flüssigkeit und der Oberflächenenergie des Feststoffs zusammensetzt (s. Abb. 5. und Gl.7.).

Der Kontaktwinkel Θ befindet sich genau im Dreiphasenpunkt.

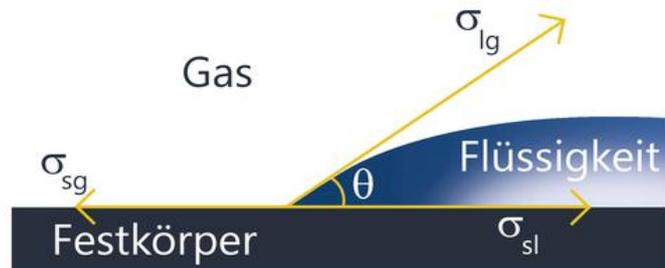


Abbildung 5: Kontaktwinkel und Kräftegleichgewicht im Dreiphasenpunkt

$$\sigma_{sl} + \sigma_{lg} \cos(\Theta) - \sigma_{sg} = 0 \quad (\text{Gleichung 7: Kräftegleichgewicht am Dreiphasenpunkt})$$

Durch die Young'sche Gleichung (Gl. 8. und 9.) lässt sich ein Zusammenhang zwischen Kontaktwinkel, Oberflächenspannung sowie der freien Oberflächenenergie herstellen. Wie in Abbildung 5 verdeutlicht, bildet σ_{lg} die Oberflächenspannung der Flüssigkeit. Die Grenzflächenenergie σ_{sl} sowie die Oberflächenenergie σ_{sg} sind ebenfalls aus dieser Abbildung erkenntlich.

$$\sigma_{sg} = \sigma_{lg} \cos(\Theta) + \sigma_{sl} \quad (\text{Gleichung. 8: Young-Gleichung})$$

Durch Umstellen der Gleichung erhält man den Kontaktwinkel (Gl. 9):

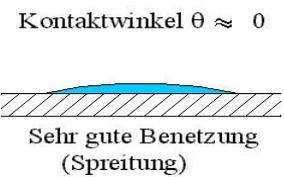
$$\cos(\Theta) = \frac{\sigma_{sg} - \sigma_{sl}}{\sigma_{lg}} \quad (\text{Gleichung. 9: Young-Gleichung})$$

Damit die Gültigkeit dieser Gleichung gewährleistet ist, muss sich ein Kräftegleichgewicht einstellen. Desweiteren muss auf einer sauberen und homogen glatten Oberfläche gemessen werden. [22]

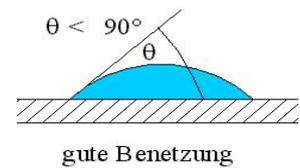
Der Kontaktwinkel und die Benetzung der Oberfläche stehen in einem unmittelbaren Zusammenhang. Die verschiedenen Kontaktwinkel und der dadurch bedingte Benetzungsgrad werden nun näher erörtert.

Insgesamt lässt sich der Kontaktwinkel und das Benetzungsverhalten in 5 Klassen unterscheiden. [23]

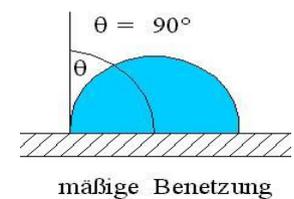
- Sehr gute Benetzung: $\Theta = 0^\circ$
- Superhydrophile Oberfläche
- Spreitung der Flüssigkeit auf der Oberfläche



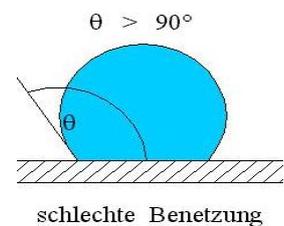
- Gute Benetzung: $\Theta < 90^\circ$
- Hydrophile Oberfläche



- Mäßige Benetzung: $\Theta = 90^\circ$



- Schlechte Benetzung: $\Theta > 90^\circ$
- Hydrophobe Oberfläche



- Keine Benetzung: $\Theta = 180^\circ$
- Superhydrophobe Oberfläche von 150-180°
- Der Tropfen rollt sofort von der Oberfläche

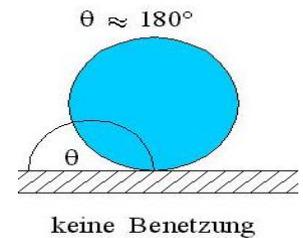


Abbildung 6: Stadien der Benetzung

In der folgenden Tabelle sind die einzelnen Benetzungsstadien auf die Arbeit der Adhäsion und Kohäsion bezogen. [23]

Tabelle 2: Benetzungsstadien im Bezug auf die Adhäsions- und Kohäsionsarbeit

| Kontaktwinkel [°] | Benetzungsart | Adhäsion | Kohäsion |
|-------------------|---------------------|-----------|----------|
| 0 | Spreitung | sehr hoch | schwach |
| < 90 | gute Benetzung | hoch | schwach |
| 90 | mäßige Benetzung | schwach | schwach |
| > 90 | schlechte Benetzung | schwach | stark |
| 150-180 | keine Benetzung | schwach | stark |

2.7 Wie kommt die Selbstreinigung zustande?

Die Selbstreinigung von Pflanzen lässt sich mit physikalisch-chemischen Gründen beschreiben. Lotusblätter besitzen mikro- und nanostrukturierte Oberflächen. Auf den Blättern gibt es kleine Noppen im Mikrometerbereich. Auf diesen Noppen sind wiederum kleinere Noppen im Nanometerbereich zu finden. Diese bestehen aus Wachskristallen, welche hydrophobe Eigenschaften besitzen. [24] Dadurch kommt es zustande, dass Verschmutzungen jeglicher Art keine Möglichkeit haben, die eigentliche Blattoberfläche zu benetzen, da sich zwischen den Noppen Luftpolster befinden (vgl. Abb. 3 Cassie-Baxter). Die Schmutzpartikel liegen auf den Spitzen dieser Noppen auf, wodurch die Kontaktfläche zwischen Schmutzpartikel und Blatt minimal wird. Trifft nun ein Wassertropfen auf eine superhydrophobe Oberfläche, rollt dieser von dem Blatt. Wenn nun der Wassertropfen auf ein Schmutzpartikel trifft, wird dieses vom Wassertropfen aufgenommen und von dem Blatt gespült. Die Adhäsion

zwischen dem Schmutzpartikel und dem Wassertropfen ist größer als die Adhäsion von Schmutzpartikel zu Blattoberfläche. [25]

In Abbildung 7 ist nochmals erkenntlich, dass die Schmutzpartikel auf den Spitzen der Noppen liegen. Durch die verringerte Kontaktfläche minimiert sich die Adhäsion zwischen Blatt und Schmutzpartikel. Dies führt zur Selbstreinigung.

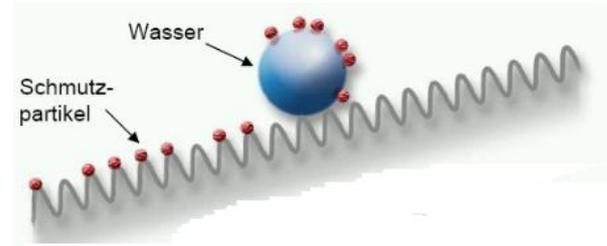
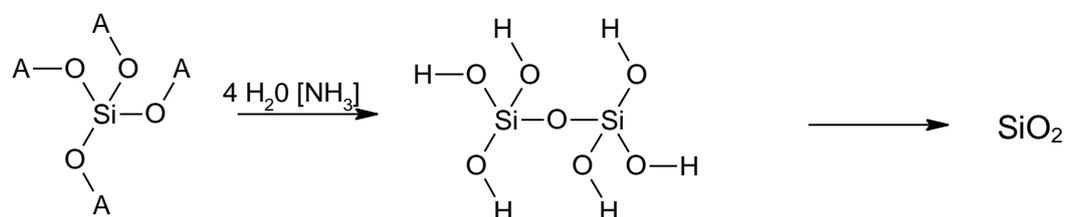


Abbildung 7: Effekt der Selbstreinigung auf einem Lotusblatt

2.8 Stöber-Prozess

Ende der 1960er Jahre entwickelte Werner Stöber einen Prozess, bei dem es gelang, monodisperse SiO₂-Nanopartikel herzustellen. Dies bedeutet, dass alle Partikel dieselben Merkmale aufweisen, wie Größe, Form und Dichte. Die Grundlage hierfür bilden Orthoester der Kieselsäure (Si(OR)₄). Ein bekanntes Beispiel für diese Stoffklasse ist das Tetraethylorthosilikat, welches mit wässriger Ammoniaklösung in alkoholischem Medium hydrolysiert und kondensiert wird. Dabei entsteht ein dreidimensionales Netzwerk von SiO₂-Partikeln.

Stöber-Prozess:



mit A = C₂H₅.

Ebenfalls können mittels des Stöber-Prozesses gezielte Größen von Nanopartikeln hergestellt werden. Einflussfaktoren sind die jeweiligen Konzentrationen sämtlich vorhandener Stoffe sowie Temperatur und pH-Wert. [26]

2.9 Chemische Gasphasenabscheidung (CVD)

Die chemische Gasphasenabscheidung (chemical vapor deposition - CVD) ist eines der am häufigsten genutzten Beschichtungsverfahren. Sie wird hauptsächlich dazu eingesetzt, um dünne Schichten von SiO_2 , TiO_2 oder auch SnO_2 auf Oberflächen herzustellen. Es handelt sich hierbei um ein geschlossenes System wie z.B. ein Exsikkator. Dort werden sogenannte Vorläuferverbindungen (Prekursoren) eingesetzt, die idealerweise aus leicht flüchtigen Verbindungen bestehen. Diese Verbindungen gehen in die Gasphase über und wandern anschließend zur Substratoberfläche, wo sie sich in fester Form abscheiden. Die chemischen Reaktionen innerhalb des Systems können in der Gasphase, aber auch an der Oberfläche des Substrates selbst stattfinden. [27] Auf der Substratoberfläche wird anschließend ein homogener Film gebildet. Die Dicke des gebildeten Films lässt sich individuell durch die Zeit der CVD einstellen. Ebenso sind die Wahl und die Menge des Opfersubstrates entscheidend für die Aufnahme der Beschichtung. Meist wird bei verschiedenen Temperaturen und Drücken gearbeitet, damit auch schwer flüchtige Verbindungen in die Gasphase übergehen können. [28]

2.10 Kalzination

Unter der Kalzination versteht man das Glühen oder auch Brennen einer Substanz mit dem Ziel flüchtige Stoffe wie z.B. Wasser auszutreiben. Dies kann in einem Kalzinierungs-ofen passieren. Dabei kommt es innerhalb des Ofens vorwiegend zu Oxidationen. Dies ist auch bei der Herstellung der superamphiphoben Oberfläche der Fall, in der Kerzenruß als Vorlage dient. Dort findet während des Brennvorgangs am Ruß eine Oxidation statt. Die Oxidationszahl des Kohlenstoffs erhöht sich beim Übergang von C zu CO_2 von null auf +4. [29]

3 Experimenteller Teil

3.1 Verwendete Geräte

| Gerät | Typ | Name | Hersteller |
|---------------------------|------------|---------------------------|-------------------------|
| Exsikkator | - | - | - |
| Kontaktwinkelmessgerät | - | Contact Angle System, OCA | Data Physics |
| Vakuumpumpe | MD 4C | Membran Vakuumpumpe | Vacuubrand GmbH + Co KG |
| Rasterelektronenmikroskop | Leo 435 VP | Rasterelektronenmikroskop | Leica |

3.2 Verwendete Chemikalien

| Chemikalien | Hersteller | Lieferant |
|--|-------------------------|---------------|
| Ammoniak (25%) | Merck KGaA | Sigma Aldrich |
| Tetraethylorthosilikat (TEOS) | Merck KGaA | Sigma Aldrich |
| 1H,1H,2H,2H-Perfluoro-octyltrichlorsilan | Alfa Aesar GmbH & Co KG | Alfa Aesar |
| n-Dekan | Merck KGaA | Sigma Aldrich |

3.3 Versuchsbeschreibung

Die Objektträger werden einseitig mit einer Kerze berußt, bis die Flamme durch die Rußschicht nicht mehr zu sehen ist. Dabei werden Proben mit verschiedenen Rußmassen hergestellt. Die Abhängigkeit von Rußmasse zur Dauer der Berußung wird ermittelt (Versuchsnummer 1). Es ist darauf zu achten, dass die Probe in das Ende der Flamme gehalten wird, um eine ideale Berußung zu ermöglichen (siehe Abb. 8).



Abbildung 8: Idealer Abstand von der Probe zur Flamme

Anschließend werden die Objektträger mit den verschiedenen Rußmassen für 72 Stunden mit wässriger Ammoniaklösung und 3 ml Tetraethylorthosilikat, welche sich in 2 gegenüberstehenden Gefäßen befinden, in einem Exsikkator platziert. Diese Gasphasenabscheidung findet 72 Stunden bei Raumtemperatur und 1 atm statt (vgl. Abb. 9).

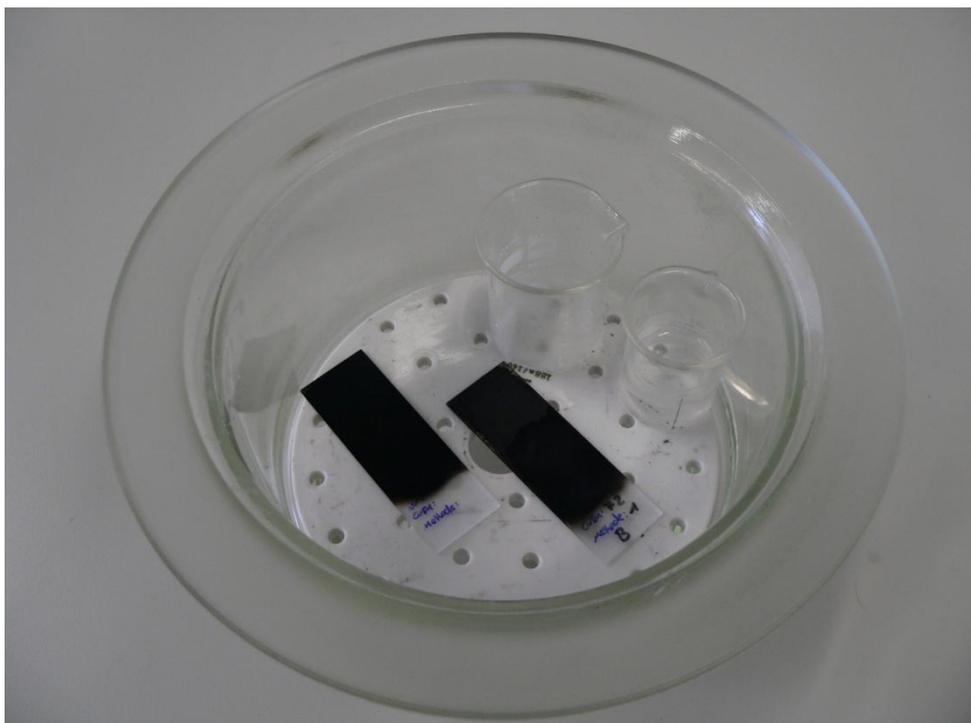


Abbildung 9: Chemische Gasphasenabscheidung mit einer wässrigen Ammoniaklösung und TEOS

Es wird untersucht, inwieweit eine erhöhte Rußmasse die Aufnahme der Silikapartikel bei der Gasphasenabscheidung fördert oder hindert (Versuchsnummer 2). Dabei ist zu beachten, dass die Konzentrationen von NH_3 und TEOS bei jeder Gasphasenabscheidung gleich sind. Desweiteren findet die Untersuchung bei denselben Temperatur- und Zeitbedingungen statt. Die Rußschicht wird anschließend entfernt, indem die Objektträger für 2 Stunden im Ofen getempert werden. Es werden verschiedene Temperaturprogramme verwendet, um das optimale Aufheizprogramm zu ermitteln. T_{max} wird anschließend für 2 Stunden gehalten. (Versuchsnummer 3).

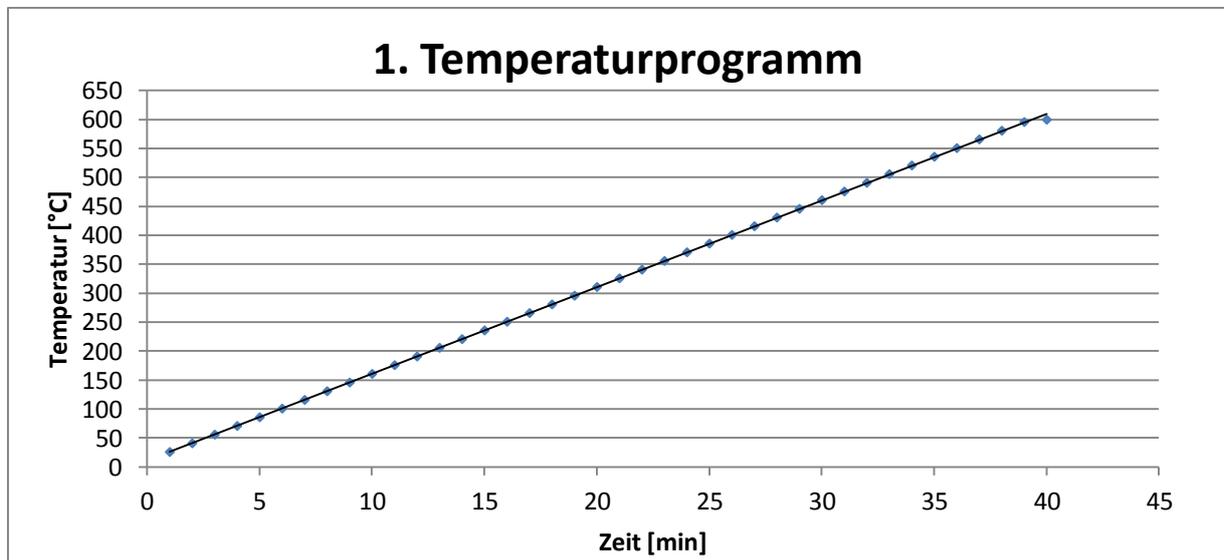


Abbildung 10: 1. Temperaturprogramm / $T_{\text{max}} = 600 \text{ } ^\circ\text{C}$

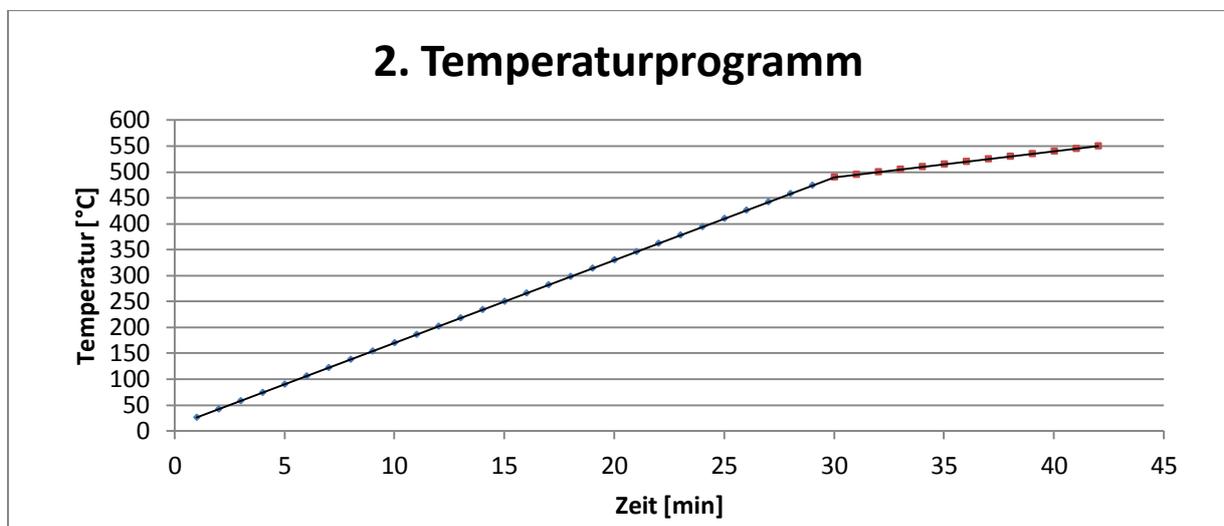


Abbildung 11: 2. Temperaturprogramm / $T_{\text{max}} = 550 \text{ } ^\circ\text{C}$

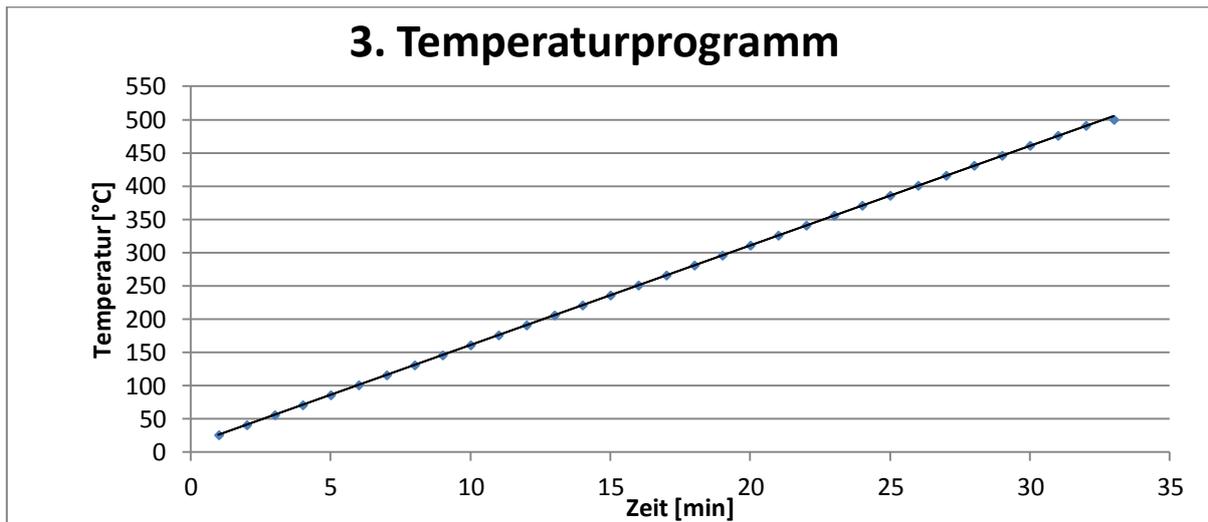


Abbildung 12: 3. Temperaturprogramm / Tmax = 500 °C

Der Einfluss der Silikamasse beim Kalzinieren wird untersucht. Dabei werden Proben mit einer unterschiedlichen Masse an Silikapartikeln mit dem geeigneten Temperaturprogramm getempert (Versuchsnummer 4). Anschließend werden die Objektträger mit 0,2 g FTS in einem Exsikkator platziert. Zunächst wird der Exsikkator für 20 Minuten evakuiert. Der Druck von 5 mbar wird bei Raumtemperatur für 20 Minuten gehalten (siehe Abb. 13).



Abbildung 13: Aufbau der Gasphasenabscheidung im Vakuum

Dann wird der Exsikkator wieder belüftet und die Proben verbleiben weitere 24- 36 Stunden im geschlossenen Exsikkator. Verbleibende Fluorsilanrückstände werden anschließend entfernt, indem der offene Exsikkator mit den Proben 2-3 Stunden im Abzug platziert wird. Kontaktwinkelmessungen mit Wasser und n-Dekan werden durchgeführt (Versuchsnummer 5) und eine Probe wird mit dem Rasterelektronenmikroskop untersucht (Versuchsnummer 6). Die Kontaktwinkel mit Wasser werden mit der Methode „sessile drop (needle in)“ gemessen. Der Tropfen wird durch die Nadel auf der Oberfläche der Probe gehalten.

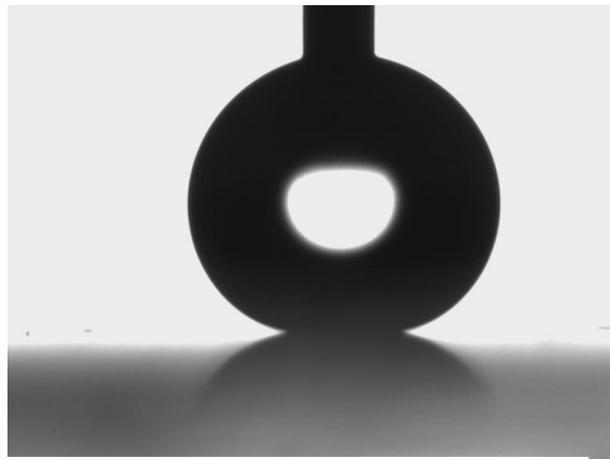


Abbildung 14 : „sessile drop (needle in)“

Bei den Messungen mit n-Dekan wird die Methode des liegenden Tropfens „sessile drop“ benutzt. Alle Messungen werden bei Raumtemperatur durchgeführt. Vor der Untersuchung mit dem Rasterelektronenmikroskop wird die Oberfläche der Probe mit Gold bedampft, da nur leitende Oberflächen untersucht werden können. Die Untersuchung findet im Hochvakuum statt. Zur Überprüfung des Selbstreinigungseffekts wird Sand auf die Proben gestreut (Versuchsnummer 6). Durch Auftragen von Wassertropfen ist zu ermitteln, ob eine Selbstreinigung stattfindet oder nicht (Versuchsnummer 7). Zuletzt werden die Proben auf ihre Beständigkeit geprüft (Versuchsnummer 8). Um die Beständigkeit gegenüber Regen zu simulieren wird ein Scheidetrichter so positioniert, dass alle Wassertropfen mit derselben Oberfläche der Probe in Kontakt kommen. Die Hitzebeständigkeit wird mit einer Kerzenflamme überprüft. Die Probe wird mehrere Minuten über einer Kerzenflamme geschwenkt. Die beschichtete Seite befindet sich dabei abgewandt zur Flamme. Anschließend wird geprüft, ob die Eigenschaften der Probe noch intakt sind.

Dies wird durch Auftragen eines Wassertropfens getestet. Zur Überprüfung der Kratzfestigkeit wird mit einer Pinzette über die Oberfläche gekratzt.

3.4 Allgemeines Ablaufschema

- Auftragen der Rußschicht
- Gasphasenabscheidung mit TEOS und einer wässrigen NH_3 Lösung
- Kalzination
- Gasphasenabscheidung mit FTS bei 5 mbar
- Kontaktwinkelmessungen
- Analyse mittels REM
- Überprüfung des Selbstreinigungseffekts
- Beständigkeitsprüfung

3.4.1 Ablaufschema der einzelnen Proben

Die Ablaufschemen der einzelnen Proben werden nun konkreter dargestellt.

Nr. 1 A-E

1. Auftragen von Ruß ($t= 60$ s)
2. Abhängigkeitsmessung von Rußmasse zur Dauer der Berußung
3. Gasphasenabscheidung mit TEOS und NH_3
4. Kalzination mit Temperaturprogramm 1

Nr. 2 A-D

1. Auftragen von Ruß ($t= 120$ s)
2. Abhängigkeitsmessung von Rußmasse zur Dauer der Berußung
3. Gasphasenabscheidung mit TEOS und NH_3
4. Kalzination mit Temperaturprogramm 3.

Nr. 3 A-E

1. Auftragen von Ruß ($t = 180$ s)
2. Abhängigkeitsmessung von Rußmasse zur Dauer der Berußung
3. Gasphasenabscheidung mit 0,154 g NH_3 , 10 g H_2O und 3 ml TEOS
4. Kalzination mit Temperaturprogramm 2.
5. Proben Nr. 3 B und C werden aufgrund von Kratzern ausgemustert
6. Untersuchung: Einfluss der Silikamasse auf die Kalzination
7. Gasphasenabscheidung von Proben Nr. 3 A, D mit 0,2 g FTS bei 5 mbar
8. Kontaktwinkelmessungen mit Wasser und n-Dekan
9. Überprüfung des Selbstreinigungseffekts mit Probe 3 D
10. Beständigkeitsprüfung

Nr. 4 A-C

1. Auftragen der Ruß ($t = 180$ s)
2. Gasphasenabscheidung mit 1,46 g NH_3 , 10 g H_2O und 3 ml TEOS
3. Kalzination mit Temperaturprogramm 2
4. Untersuchung: Einfluss der Silikamasse auf die Kalzination
5. Gasphasenabscheidung von Probe Nr 4 C mit 0,2 g FTS bei 5 mbar.
6. Kontaktwinkelmessung von Probe 4 C mit Wasser und n-Dekan

Nr. 5 A-C

1. Auftragen von Ruß ($t = 30$ s)
2. Abhängigkeitsmessung von Rußmasse zur Dauer der Berußung
3. Gasphasenabscheidung mit 0,55 g NH_3 , 10 g H_2O und 3 ml TEOS
4. Abhängigkeitsmessung von Rußmasse zu Silikaaufnahme
5. Kalzination mit Temperaturprogramm 2
6. Untersuchung: Einfluss der Silikamasse auf die Kalzination

Nr. 6 A-C

1. Auftragen von Ruß ($t = 90$ s)
2. Abhängigkeitsmessung von Rußmasse zur Dauer der Berußung
3. Gasphasenabscheidung mit 0,55 g NH_3 , 10 g H_2O und 3 ml TEOS
4. Abhängigkeitsmessung von Rußmasse zu Silikaaufnahme
5. Kalzination mit Temperaturprogramm 2
6. Untersuchung: Einfluss der Silikamasse auf die Kalzination

Nr. 7 A-B

1. Auftragen von Ruß ($t = 50$ s)
2. Abhängigkeitsmessung von Rußmasse zur Dauer der Berußung

Nr. 8 A-B

1. Auftragen von Ruß ($t = 70$ s)
2. Abhängigkeitsmessung von Rußmasse zur Zeit der Berußung
3. Gasphasenabscheidung mit 1,55 g NH_3 , 10 g H_2O und 3 ml TEOS
4. Kalzination mit Temperaturprogramm 2
5. Untersuchung: Einfluss der Silikamasse auf die Kalzination

Nr. 9 A-B

1. Auftragen von Ruß ($t = 60$ s)
2. Gasphasenabscheidung mit 0,14 g NH_3 , 10 g H_2O und 3 ml TEOS
3. Kalzination mit Temperaturprogramm 2
4. Untersuchung: Einfluss der Silikamasse auf die Kalzination
5. Gasphasenabscheidung mit FTS bei 5 mbar
6. Kontaktwinkelmessungen mit Wasser und n-Dekan
7. Untersuchung von Probe 9 B mit dem Rasterelektronenmikroskop
8. Überprüfung des Selbstreinigungseffekts
9. Beständigkeitsprüfung

Nr. 10 A-B

1. Auftragen der Rußschicht ($t = 60$ s)
2. Gasphasenabscheidung mit 0,55 g NH_3 , 10 g H_2O und 3 ml TEOS
3. Abhängigkeitsmessung von Rußmasse zu Silikaaufnahme
4. Kalzination mit Temperaturprogramm 2
5. Gasphasenabscheidung mit FTS bei 5 mbar
6. Kontaktwinkelmessungen mit Wasser und n-Dekan
7. Überprüfung des Selbstreinigungseffekts
8. Beständigkeitsprüfung

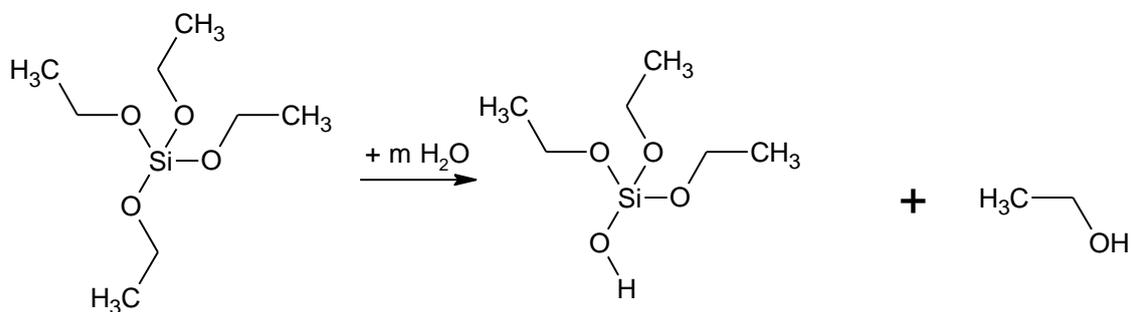
3.5 Reaktionen

3.5.1 Reaktionen der ersten Gasphasenabscheidung

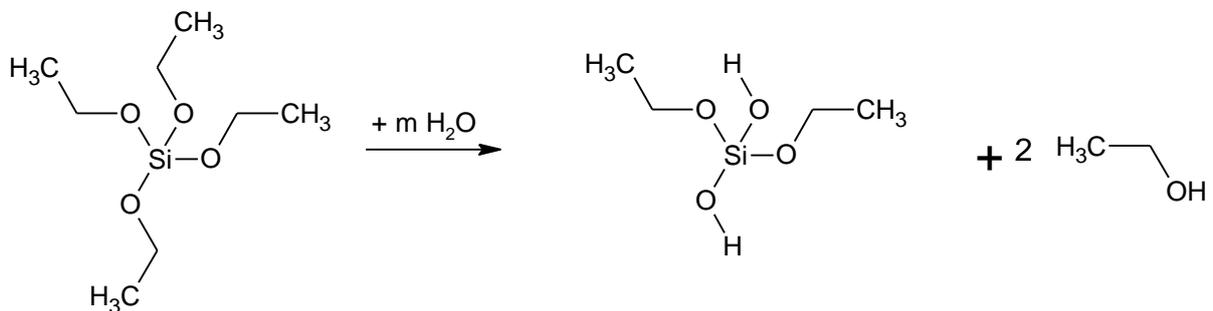
Während der ersten chemischen Gasphasenabscheidung mit TEOS und NH_3 kommt es zu zwei grundlegenden Prozessen innerhalb des Exsikkators. Diese Prozesse setzen sich aus der Hydrolyse und der anschließenden Kondensation des Alkylsilikates zusammen. Die Prozesse sind dem Stöber-Prozess nachempfunden (siehe 2.8).

3.5.2 Hydrolyse:

1.



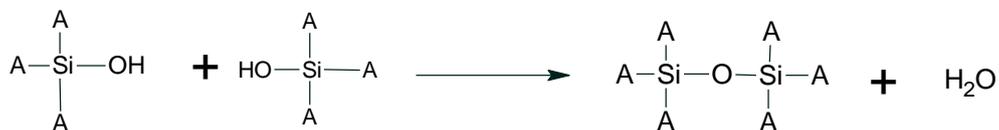
2.



Bei Reaktion 1. ist $m = 1$ was bedeutet, dass lediglich nur eine Ethoxygruppe mit dem Wasser reagiert. Dadurch entsteht als Nebenprodukt ein Ethanol Molekül. In der zweiten Reaktion ist $m = 2$, wodurch zwei Ethanol Moleküle gebildet werden und zwei Ethoxygruppen des TEOS reagieren.

Die Reaktion kann bis $m = 4$ äquivalent postuliert werden. Alle Reaktionen finden in einem alkalischen Medium statt. [30]

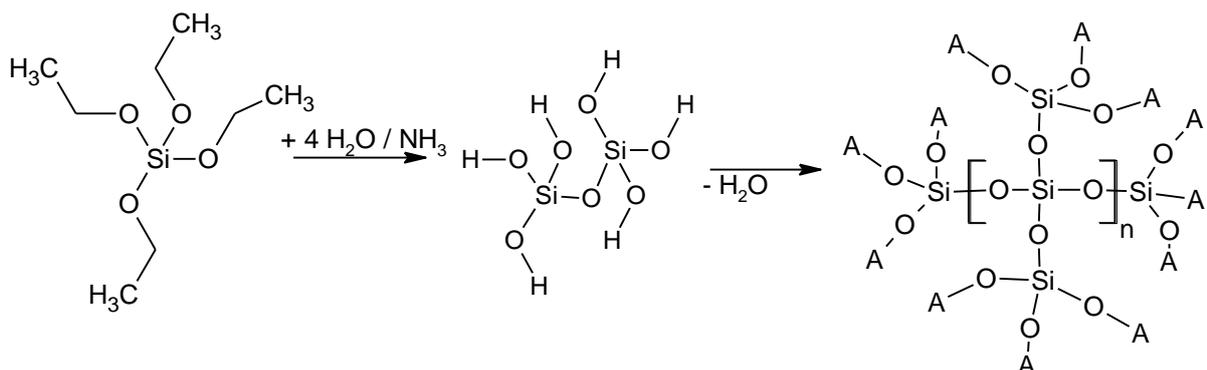
3.5.3 Kondensation:



mit $A = OH$

Die beiden Monokieselsäuren verbinden sich unter Wasserausschluss zu einer Dikieselsäure. Durch weitere Kondensationsreaktionen bildet sich ein komplettes Netzwerk.

3.5.4 Gesamtgleichung:

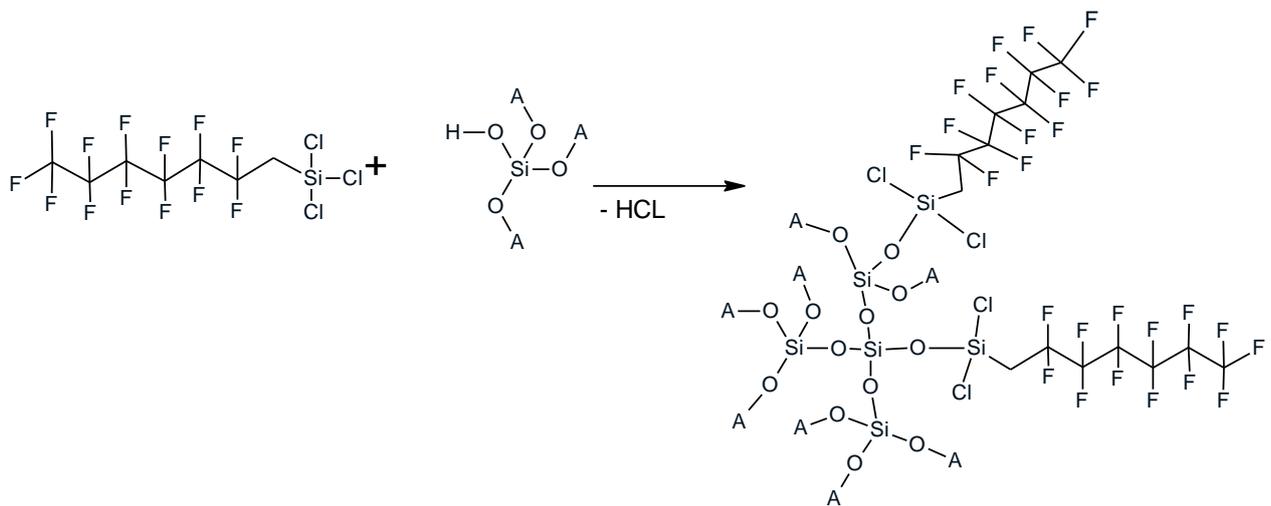


mit $A = \text{OH}$

Die Gesamtgleichung setzt sich aus den Schritten der Hydrolyse und der Kondensation zusammen. Das Endprodukt der ersten Gasphasenabscheidung bildet ein Netzwerk aus SiO_2 -Nanopartikeln.

3.5.5 Reaktion der zweiten Gasphasenabscheidung

Die zweite Gasphasenabscheidung findet unter Vakuum statt. Das Vakuum beträgt konstant 5 mbar. Dabei kommt es zu der Reaktion von FTS mit dem SiO_2 -Netzwerk.



Mit $A = \text{SiO}_2$ -Netzwerk

Die FTS Moleküle mit dem SiO_2 -Netzwerk verbinden. Dadurch kommt es dazu, dass sich kleine Härchen bilden. Durch die entstandene raue Oberfläche im Nanometerbereich, ist die Oberfläche in der Lage, kleine Luftbläschen zwischen den Härchen einzuschließen. [30]

4 Ergebnis/Diskussion

4.1 Versuchsnummer 1: Auftragen von Ruß

Zunächst wird eine Abhängigkeit von Rußmasse zur Dauer der Berußung durch die Kerze hergestellt. (siehe Tabelle 3 und Abbildung 10.)

Tabelle 3: Abhängigkeit der aufgetragenen Rußmasse gegen die Zeit

| Zeit [s] | Probe | Rußmasse [g] |
|----------|---------|--------------|
| 30 | Nr. 5 A | 0,0011 |
| 30 | Nr. 5 B | 0,0016 |
| 50 | Nr. 7 A | 0,0020 |
| 50 | Nr. 7 B | 0,0025 |
| 60 | Nr. 1 A | 0,0018 |
| 60 | Nr. 1 B | 0,0023 |
| 60 | Nr. 1 C | 0,0025 |
| 60 | Nr. 1 D | 0,0031 |
| 60 | Nr. 1 E | 0,0034 |
| 70 | Nr. 8 A | 0,0038 |
| 70 | Nr. 8 B | 0,0030 |
| 90 | Nr. 6 A | 0,0054 |
| 90 | Nr. 6 B | 0,0044 |
| 120 | Nr. 2 A | 0,0061 |
| 120 | Nr. 2 B | 0,0056 |
| 120 | Nr. 2 C | 0,0068 |
| 120 | Nr. 2 D | 0,0053 |
| 180 | Nr. 3 A | 0,0086 |
| 180 | Nr. 3 B | 0,0078 |
| 180 | Nr. 3 C | 0,0080 |
| 180 | Nr. 3 D | 0,0088 |
| 180 | Nr. 3 E | 0,0093 |

Mit zunehmender Zeit nehmen die Proben mehr Rußpartikel auf. Im folgenden Diagramm sind die Mittelwerte der aufgenommenen Rußmasse gegen die Zeit zu sehen.

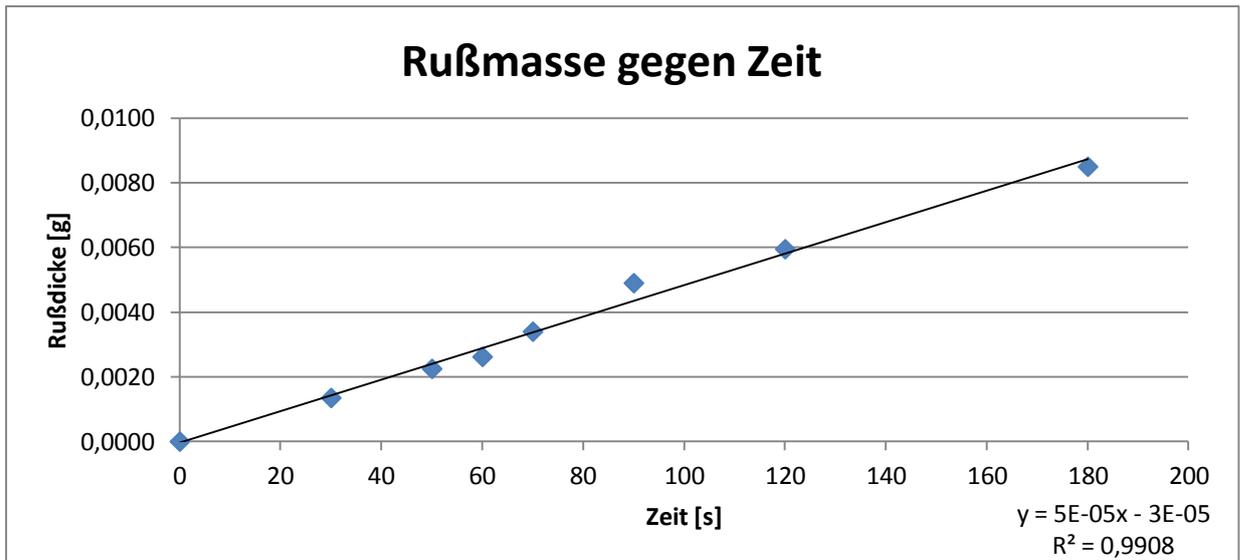


Abbildung 15: Abhängigkeit der aufgetragenen Rußmasse von der Zeit

Es zeigt sich ein linearer Zusammenhang zwischen den verschiedenen Rußmassen auf dem Objektträger und der Zeit der Berußung. Die durchschnittlich, abgeschiedene Masse an Ruß pro Sekunde beträgt $5 \cdot 10^{-5} \frac{g}{s}$. Während des Berußens ist es wichtig, den Abstand von Kerze zu Objektträger möglichst konstant zu halten. Geringe Abweichungen entstehen, da eine konstante Entfernung von der Probe zu der Flamme bei zunehmender Zeit schwer einzuhalten ist.

4.2 Versuchsnummer 2: Rußmasse und Abhängigkeit der Silikaaufnahme

Tabelle 4: Abhängigkeitsmessung von Silikamasse zu Rußmasse

| Probe | Zeit der Berußung [s] | Masse Ruß [g] | Masse Silikapartikel [g] |
|-------|-----------------------|---------------|--------------------------|
| | 0 | 0 | 0 |
| 5C | 30 | 0,0015 | 0,0011 |
| 5B | 30 | 0,0016 | 0,0012 |
| 10A | 60 | 0,0029 | 0,0021 |
| 10b | 60 | 0,0032 | 0,0025 |
| 6C | 90 | 0,0041 | 0,0034 |

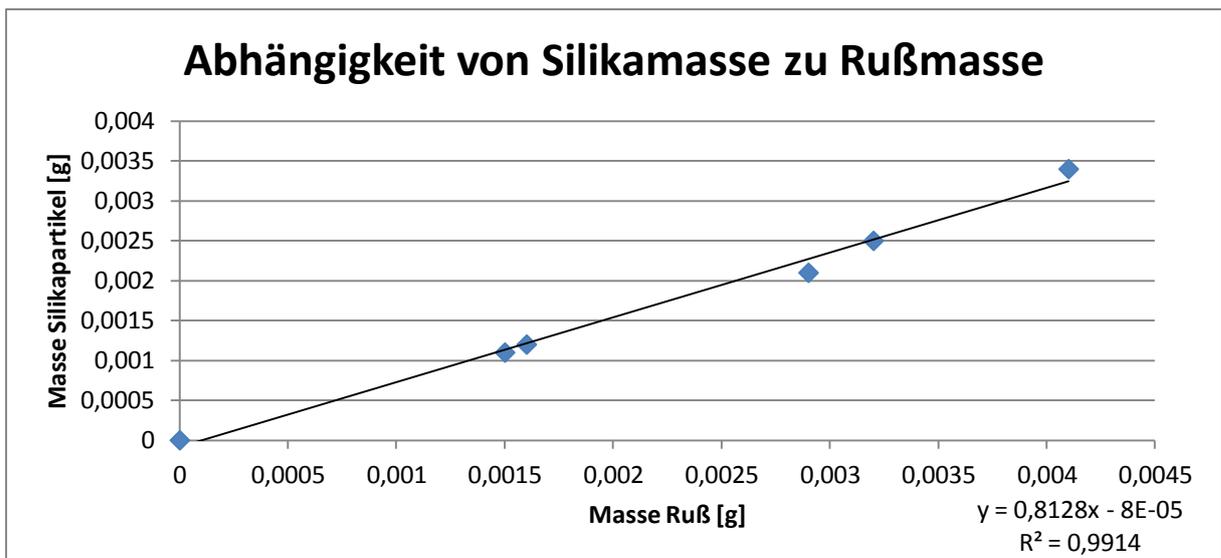


Abbildung 16: Abhängigkeit der abgeschiedenen Silikamasse von der Rußmasse

Es wird deutlich, dass die Aufnahme von Silikapartikeln von der Masse des aufgetragenen Rußes linear abhängt. Die Proben mit der höheren Rußmasse weisen bei identischen Versuchsbedingungen während der Gasphasenabscheidung (siehe 5.5.1 Ablaufschema der einzelnen Proben) eine höhere Aufnahme an Silikapartikel auf (vgl. Tabelle 5.).

- Niedrige Rußmasse = Geringe Aufnahme an Silikapartikeln
- Hohe Rußmasse = Hohe Aufnahme an Silikapartikeln

Dieses Ergebnis zeigt, dass die Auftragung einer hohen Rußmasse eine Zeitersparnis zufolge hat. Um diese These nochmals zu untermauern, wird ein Vergleich der Objektträger Nr. 5 C und Nr. 6 C in Tabelle 5 gezeigt. Im Gegensatz zu Probe 6 C besitzt Probe 5 C ca. 1/3 weniger Ruß. Bei identischen Versuchsbedingungen benötigt Probe 5 C jedoch die doppelte Zeit, um eine ähnliche Silikamasse aufzunehmen.

Tabelle 5 : Abhängigkeitsmessung von Silikamasse zu Rußmasse

| Probe | Leer [g] | mit Ruß [g] | Δ Ruß [g] | mit Silikaschicht [g] | Δ Silikaschicht [g] | t CVD [h] |
|---------|----------|-------------|-----------|-----------------------|---------------------|-----------|
| Nr. 5 C | 5,5025 | 5,5040 | 0,0015 | 5,5070 | 0,0030 | 48 |
| Nr. 6 C | 5,4385 | 5,4426 | 0,0041 | 5,4460 | 0,0034 | 24 |

4.3 Versuchsnummer 3: Ermittlung des idealen Temperaturprogramms

Es stellt sich heraus, dass bei Temperaturprogramm 1 die Oberflächen zerstört wurden, wobei bei Temperaturprogramm 2 die meisten Oberflächen intakt bleiben. Bei Aufheizprogramm 3 wird die Rußschicht nicht mehr von dem Objektträger entfernt, da T_{\max} bei 500 °C liegt. Aufgrund dieser Ergebnisse wird Temperaturprogramm 2 für das Tempern der Proben verwendet.

4.4 Versuchsnummer 4: Einfluss der Silikamasse auf die Kalzination

Auffällig ist, dass nach dem Kalzinieren die Objektträger mit einer hohen Silikamasse eine zerstörte Oberfläche aufweisen. Die Zerstörung der Oberfläche begann bei 0,0243 g (siehe Tabelle 7). Dies lässt sich darauf zurückführen, dass durch die hohe Temperatur zu hohe Spannungen innerhalb der Oberflächen vorlagen. Diese waren nicht stabil genug und die Oberfläche wurde komplett beschädigt. Durch die Beschädigungen an den Oberflächen mit höheren Silikamassen wird deutlich, dass die Silikamasse auf den Proben gering gehalten werden muss, da die Probe sonst nicht mehr verwendet werden kann.

Tabelle 6: Objektträger im Vergleich

| Probe | Masse Silikapartikel [g] | nach Kalzination |
|--------------|---------------------------------|-------------------------|
| Nr. 5 C | 0,0011 | Oberfläche intakt |
| Nr. 10 A | 0,0021 | Oberfläche intakt |
| Nr. 10 B | 0,0025 | Oberfläche intakt |
| Nr. 6 C | 0,0034 | Oberfläche intakt |
| Nr. 9 B | 0,0063 | Oberfläche intakt |
| Nr. 9 A | 0,0077 | Oberfläche intakt |
| Nr. 3 D | 0,0129 | Oberfläche intakt |
| Nr. 3 A | 0,0132 | Oberfläche intakt |
| Nr. 8 A | 0,0243 | Oberfläche zerstört |
| Nr. 4 C | 0,0245 | Oberfläche intakt |
| Nr. 8 B | 0,0303 | Oberfläche zerstört |
| Nr. 6 B | 0,0364 | Oberfläche zerstört |
| Nr. 6 A | 0,0366 | Oberfläche zerstört |
| Nr. 4 A | 0,0366 | Oberfläche zerstört |

Die folgenden Bilder zeigen die unterschied zwischen einer zerstörten und einer intakten Oberfläche. Eine weitere Behandlung der zerstörten Oberflächen ist nicht mehr möglich.

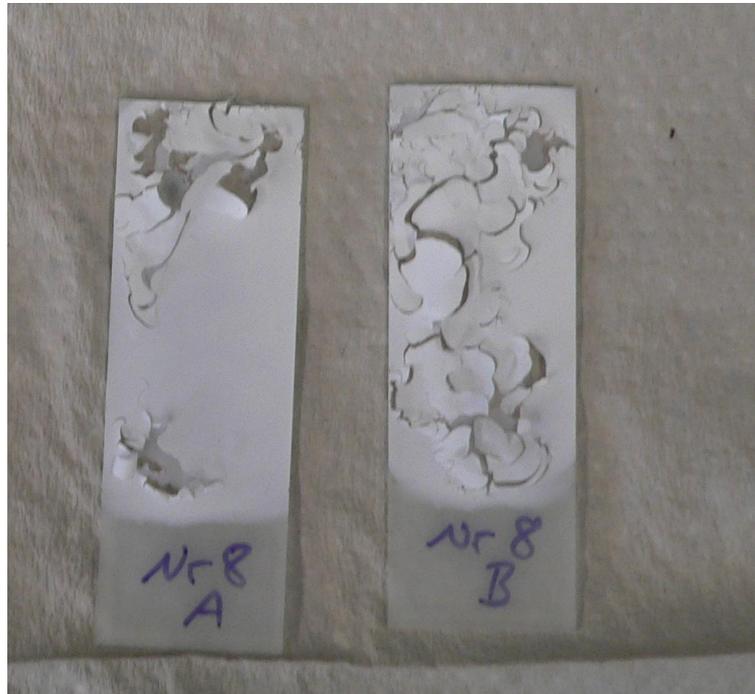


Abbildung 17: : Beispiel zerstörter Oberflächen

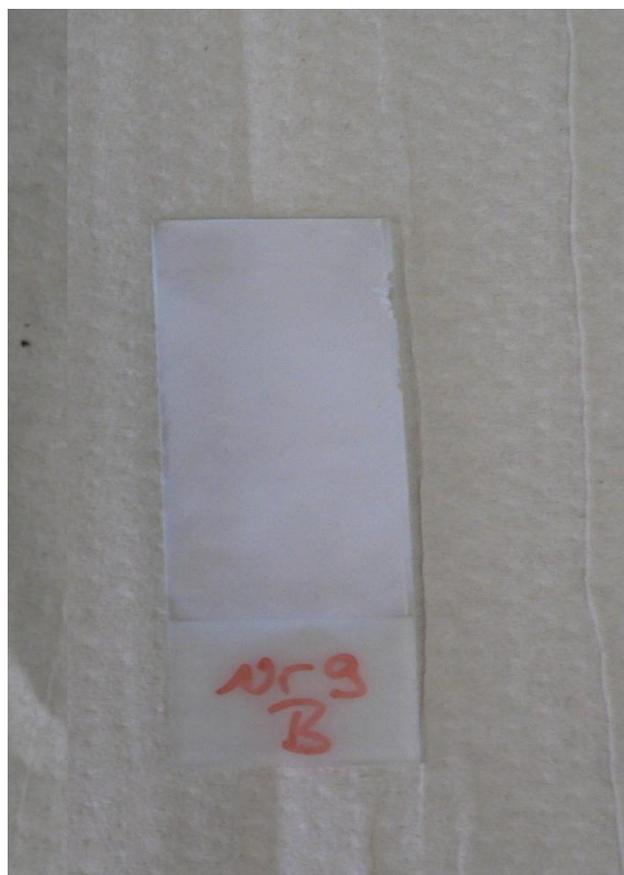


Abbildung 18: Beispiel intakter Oberflächen

4.5 Versuchsnummer 5: Kontaktwinkelmessung mit Wasser

Die folgende Tabelle enthält die Mittelwerte der Kontaktwinkel mit Wasser. Die kompletten Messdaten und weitere Bilder sind dem Anhang zu entnehmen.

Tabelle 7: Mittelwerte der Kontaktwinkel mit Wasser

| Probe | Lauf Nr. | Kontaktwinkel [°] | Standardabweichung [°] |
|---------|----------|-------------------|------------------------|
| 3A | 6.-8. | 155,7 | 0,9 |
| 3D | 9.-12. | 162,4 | 0,8 |
| 9A | 13.-16. | 163,1 | 1,7 |
| 9B | 17.-20. | 163,1 | 1,5 |
| 10A | 21.-24. | 164,6 | 0,9 |
| 10B | 25.-28. | 163,0 | 1,1 |
| 4C | 29.-32. | 162,1 | 0,6 |
| 0 (Ruß) | 33.-36 | 150,0 | 0,4 |

Im folgenden Diagramm zeigen sich die Wasserkontaktwinkel inklusive den Fehlerindikatoren:

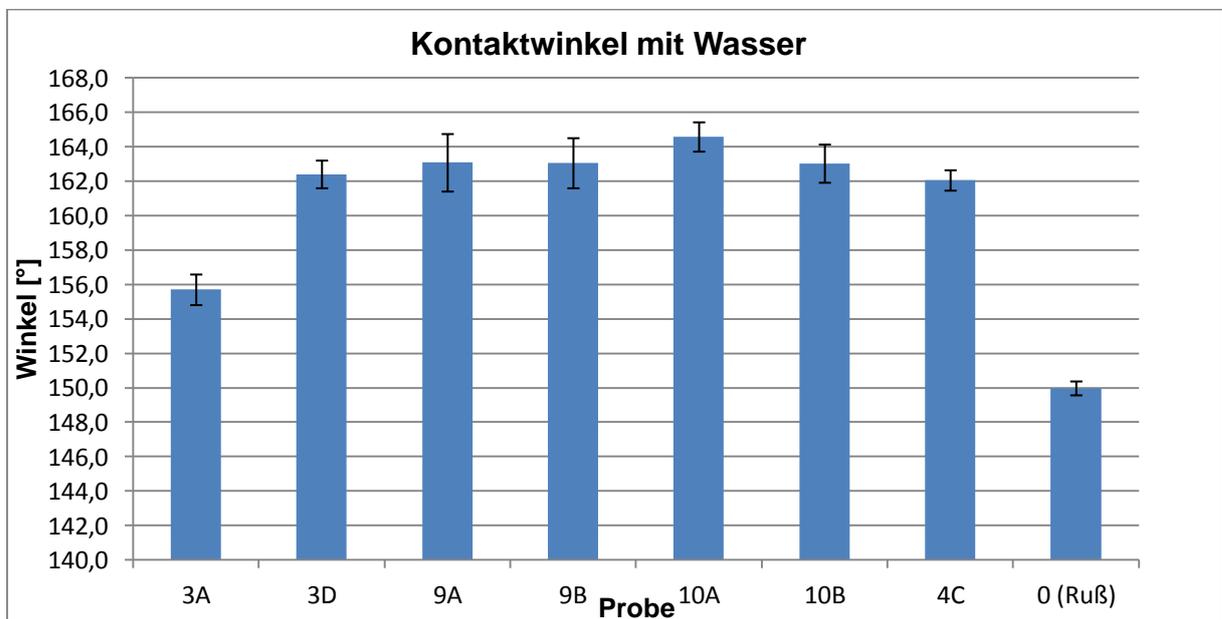


Abbildung 19: Kontaktwinkel mit Wasser

Aus dem Diagramm ist deutlich zu entnehmen, dass die Kontaktwinkel der Proben im Bereich von 160-165° liegen. Diese Winkel sind charakteristisch für eine superhydrophobe Oberfläche und zeigen, dass diese Oberflächen durch Wasser nicht benetzt werden können. Auffällig ist, dass Probe 3 A einen leicht verringerten Kontaktwinkel zeigt. Dies deutet auf einen Fehler innerhalb der Oberfläche hin. Dies lässt sich durch die Kontaktwinkelmessungen mit Dekan (vgl. Abb. 15) ebenfalls bestätigen. Ebenfalls wurde eine mit Ruß beschichtete Probe gemessen. Sie dient als Blindprobe lediglich dazu, die Funktionsfähigkeit der Prüfmethode festzustellen. Diese Probe zeigt das erwartete wasserabweisende Verhalten und hat im Durchschnitt einen Kontaktwinkel von 150°. Durch die Messungen mit Wasser wird deutlich, dass die Kohäsionskräfte innerhalb des Wassers deutlich größer sind als die Adhäsionskräfte an der Grenzfläche. Dies ist ein Indiz dafür, dass ein Selbstreinigungseffekt der Oberfläche zustande kommen kann.

Durch die Kontaktwinkelmessungen mit Wasser zeigt sich also, dass die Proben superhydrophobe Eigenschaften besitzen. Desweiteren sollen sie jedoch superamphiphob sein. Dies bedeutet, dass sie ebenfalls hohe Kontaktwinkel mit unpolaren Stoffen aufweisen müssen. Dazu wurden Messungen mit Dekan durchgeführt. Dieser Stoff besteht aus einer C₁₀H₂₂ Kohlenwasserstoffkette, ist somit unpolar und bildet ein Gegenstück zu polarem Wasser.

4.5.1 Kontaktwinkel mit n-Dekan

Die folgende Tabelle enthält die Mittelwerte der Kontaktwinkel der einzelnen Proben. Die kompletten Messdaten und weitere Bilder sind dem Anhang zu entnehmen.

Tabelle 8: Kontaktwinkel mit n-Dekan

| Probe | Lauf Nr | Kontaktwinkel [°] | Standardabweichung [°] |
|-------|---------|-------------------|------------------------|
| 3A | 1,0 | 11,2 | 0,0 |
| 3D | 2.-11. | 131,0 | 2,7 |
| 9A | 12.-21. | 138,0 | 2,1 |
| 9B | 22.-31 | 141,7 | 0,9 |
| 10A | 32.-41 | 133,7 | 1,2 |
| 10B | 42.-51 | 134,7 | 1,0 |
| 4C | 52,0 | 139,6 | 0,0 |

Die Mittelwerte der Kontaktwinkel inklusive Fehlerindikatoren sind im folgenden Diagramm zu sehen:

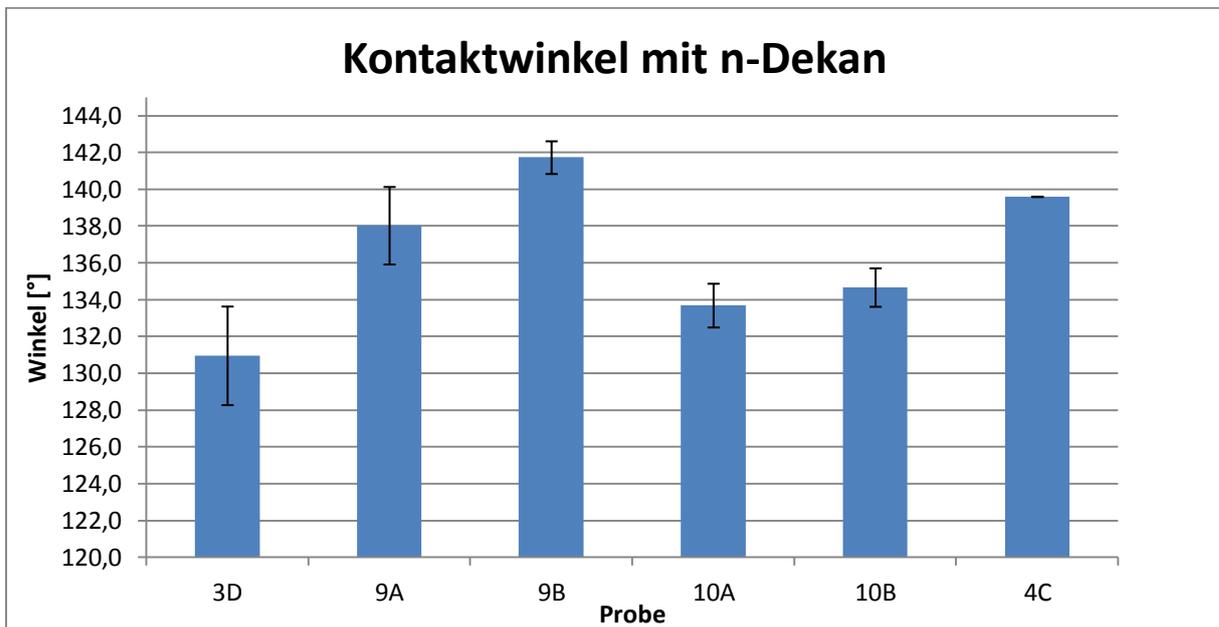


Abbildung 20: Kontaktwinkel mit n-Dekan

Es zeigt sich, dass sich die Kontaktwinkel im Bereich von 135° befinden. Dies beweist, dass die Oberflächen amphiphobe Eigenschaften besitzen, da sie nicht nur superhydrophob sind, sondern auch oleophob. Sie sind also in der Lage von polaren Stoffen nicht benetzt zu werden. Unpolare Flüssigkeiten weisen eine schlechte Benetzung der Oberfläche auf (vgl. Abb. 6). Es fällt auf, dass Probe 3 A keine oleophoben Eigenschaften besitzt. Desweiteren wurde von Probe 4 C nur ein relevanter Kontaktwinkel erfasst. Aufgrund von Unebenheiten und kleinen Rissen innerhalb der Oberfläche konnte nur dieser eine Wert ermittelt werden. Dennoch ist festzustellen, dass die Methode, die angewandt wurde, um diese Oberflächen herzustellen, reproduzierbar ist. Der Großteil der Proben weisen dieselben Eigenschaften auf.

Insgesamt wird durch die Kontaktwinkelmessungen verdeutlicht, dass durch Flüssigkeiten mit unterschiedlichen Eigenschaften keine bzw. eine schlechte Benetzung der Oberfläche stattfindet. Superamphiphobe Oberflächen haben zudem auch Kontaktwinkel mit n-Dekan von 150° . Diese Werte wurden mit dem beschriebenen Verfahren nicht erreicht. Dennoch ist es wichtig anzumerken, dass der eigentliche Effekt der Amphiphobie mit diesem Verfahren erreicht wird.

4.6 Versuchsnummer 6: Rasterelektronenmikroskop

In der folgenden Abbildung ist die Aufnahme der Oberfläche mittels des Rasterelektronenmikroskops zu sehen. Es ist erkenntlich, dass eine mikroskopisch raue Struktur auf diesen Oberflächen vorherrscht. Durch Young und Cassie-Baxter (vgl. 2.4) ist bewiesen, dass eine Erhöhung der Rauigkeit zu einer Erhöhung der Hydrophobie führt. Dieses Oberflächen Merkmal ist auch auf den hergestellten Proben vorhanden, wodurch sich auch Kontaktwinkel mit Wasser von 160° und n-Dekan von 140° ergeben.

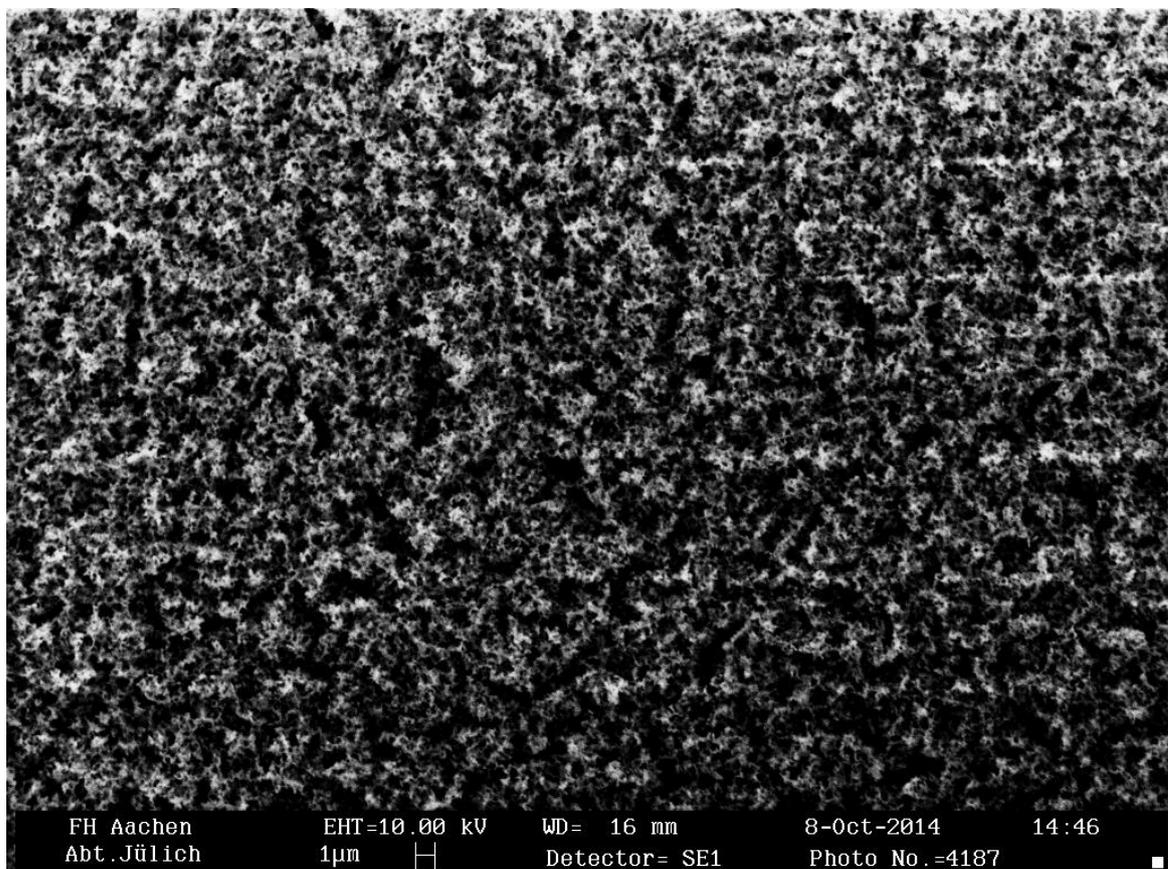


Abbildung 21: Rasterelektronenmikroskopanalyse von Probe 9 B

4.7 Versuchsnummer 7: Selbstreinigungseffekt

Der Effekt der Selbstreinigung spielt bei superhydrophoben und amphiphoben Oberflächen eine wichtige Rolle. Es ist zu beobachten, dass der Wassertropfen in der Lage ist, die feinen sowie die groben Sandkörner von der Oberfläche zu tragen (vgl. Abbildung 22). Es ist deutlich zu erkennen, dass die Adhäsion zwischen der Flüssigkeit und dem Sand deutlich höher ist als die zwischen Sand und Oberfläche.

Abbildung 16. veranschaulicht, dass die Flüssigkeit über den Sand rollt und dabei die Oberfläche säubert. Ebenfalls ist die Spur ersichtlich, die der Wassertropfen durch den Sand genommen hat. Dort ist die Oberfläche frei von Verunreinigungen. Man sieht ebenfalls, dass die Verunreinigungen sich an den Wassertropfen geheftet haben und mit ihm die Probe verlassen.



Abbildung 22: Selbstreinigungseffekt

4.8 Versuchsnummer 8: Beständigkeit

Zuletzt wird die Beständigkeit gegenüber äußeren Einflüssen getestet. Die Oberfläche wird gegenüber Kratzfestigkeit, thermische Stabilität und über die Dauer des Abweisungsvermögens gegenüber Wasser getestet.

4.8.1 Beständigkeit gegenüber Wassertropfen

Es zeigte sich, dass die Oberfläche nach über 1500 Tropfen Wasser auf derselben Stelle keinerlei Beschädigungen aufwies. Der in diesem Fall wirkende superhydrophobe Charakter besteht nach dieser Untersuchung immer noch.

4.8.2 Hitzebeständigkeit

Der superhydrophobe und olephobe Charakter ist nach der Hitzebehandlung immer noch vorhanden. Durch Wasser findet keine Benetzung der Oberfläche statt. Die Oberfläche wird durch n-Dekan ebenfalls nur schlecht benetzt.

4.8.3 Kratzfestigkeit

Durch die Untersuchung der Kratzfestigkeit wird deutlich, dass die Oberflächen einen Kontakt mit einer Pinzette nicht aushalten. Die Oberflächenstruktur wird dadurch zerstört und die amphiphoben Merkmale gehen verloren.

5 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde die Herstellung von superamphiphoben Oberflächen beschrieben und durchgeführt. Superamphiphobe Oberflächen zeichnen sich dadurch aus, dass ihre Kontaktwinkel mit polaren sowie unpolaren Flüssigkeiten größer 150° sind. Es zeigt sich, dass sich die Kontaktwinkel mit Wasser zwischen 160° - 165° befinden. Die ermittelten Werte liegen im Bereich der Literaturwerte. Die Messungen mit n-Dekan zeigen, dass die Kontaktwinkel der Proben bei 130 - 140° liegen. Das bedeutet, dass eine Herstellung der superamphiphoben Oberfläche verfehlt wurde. Dennoch ist es wichtig anzumerken, dass der eigentliche Effekt, der Effekt der Amphiphobie, auf den Proben vorherrscht. Die Kontaktwinkel mit n-Dekan und Wasser zeigen trotzdem, dass die Probenoberflächen weder von polaren noch von unpolaren Flüssigkeiten benetzt werden kann.

Ebenso war es wichtig, eine selbstreinigende Beschichtung herzustellen, die dem Lotuseffekt nachempfunden ist. Die Kontaktwinkel mit Wasser zeigen, dass die Voraussetzungen dafür gegeben sind. Durch das Auftragen von Sand wurde festgestellt, dass Verschmutzungen durch das Abperlen des Wassers aufgenommen und von der Oberfläche gespült werden (vgl. Anhang Abb. 28). Dies beweist, dass die Adhäsion zwischen den Schmutzpartikeln und den Wassertropfen größer ist als die Adhäsion von der Oberfläche zu den Schmutzpartikeln.

Young und Cassie-Baxter zeigten, dass eine erhöhte Rauigkeit auf Oberflächen den Effekt der Hydrophobie erhöht. Die REM Aufnahme zeigt, dass dieses Merkmal ebenfalls auf den Oberflächen vorhanden ist.

Ebenfalls gelang es, die entscheidenden Parameter während der chemischen Gasphasenabscheidung mit TEOS, Ruß und NH_3 zu ermitteln. Die abgeschiedene Silikamasse steht im direkten Zusammenhang zur aufgetragenen Rußmasse und zur Konzentration von NH_3 . Durch eine erhöhte Rußmasse ist es somit möglich, die Silikapartikel schneller abzuscheiden.

6 Ausblick

Mit der hier vorgestellten Arbeit ist es möglich, amphiphobe Oberflächen auf Glasobjektträgern herzustellen. Der Lotus-Effekt kann aufgrund der beschriebenen Methoden in die Technik übertragen werden.

Desweiteren ist noch zu klären, inwiefern es möglich ist, die Oberfläche robuster zu gestalten. Speziell bei der Kratzfestigkeit ist noch Optimierungspotenzial. Weiterhin ist es von Interesse daran zu arbeiten, wie der Kontaktwinkel von n-Dekan erhöht werden kann, um eine Oberfläche zu erreichen, die superamphiphobe Eigenschaften besitzt. Damit diese Methode auf Fenstergläser übertragen werden kann, ist zu klären wie die Oberfläche durchsichtig gemacht werden kann.

Anhang

Tabelle 9: Kontaktwinkelwerte mit Wasser

| Probe | Lauf Nr | Kontakwinkel (L) | Kontaktwinkel (R) |
|--------------|----------------|-------------------------|--------------------------|
| 3A | 6 | 155,0 | 154,9 |
| | 7 | 156,7 | 156,7 |
| | 8 | 155,4 | 155,3 |
| 3D | 9 | 162,8 | 162,7 |
| | 10 | 162,0 | 162,1 |
| | 11 | 163,3 | 163,3 |
| | 12 | 161,5 | 161,5 |
| 9A | 13 | 161,1 | 161,2 |
| | 14 | 163,9 | 163,8 |
| | 15 | 164,9 | 164,9 |
| | 16 | 162,4 | 162,2 |
| 9B | 17 | 161,1 | 161,1 |
| | 18 | 162,9 | 163,0 |
| | 19 | 164,5 | 164,4 |
| | 20 | 163,7 | 163,7 |
| 10A | 21 | 164,0 | 164,0 |
| | 22 | 163,7 | 163,7 |
| | 23 | 165,2 | 165,3 |
| | 24 | 165,4 | 165,3 |
| 10B | 25 | 163,0 | 163,0 |
| | 26 | 162,3 | 162,3 |
| | 27 | 164,6 | 164,6 |
| | 28 | 162,2 | 162,1 |
| 4C | 29 | 162,6 | 162,6 |
| | 30 | 161,4 | 161,4 |
| | 31 | 161,7 | 161,8 |
| | 32 | 162,5 | 162,5 |
| 0 | 33 | 149,4 | 149,4 |
| | 34 | 150,3 | 150,4 |
| | 35 | 150,0 | 149,8 |
| | 36 | 150,2 | 150,2 |

Tabelle 10: Kontaktwinkelwerte mit Dekan

| Lauf Nr | Probe | Kontaktwinkel (L) | Kontaktwinkel (R) |
|---------|-------|-------------------|-------------------|
| 1 | 3A | 11,2 | 11,2 |
| 2 | 3D | 128,7 | 129,1 |
| 3 | | 129,1 | 129,5 |
| 4 | | 131,6 | 131,5 |
| 5 | | 131,4 | 131,2 |
| 6 | | 132,9 | 132,9 |
| 7 | | 135,4 | 135,2 |
| 8 | | 134,5 | 134,2 |
| 9 | | 128,1 | 128,1 |
| 10 | | 130,2 | 130,8 |
| 11 | | 127,7 | 128,6 |
| 12 | 9A | 135,4 | 135,5 |
| 13 | | 136,6 | 136,6 |
| 14 | | 137,6 | 137,6 |
| 15 | | 139,5 | 139,2 |
| 16 | | 135,6 | 135,6 |
| 17 | | 136,4 | 136,4 |
| 18 | | 138,3 | 138,3 |
| 19 | | 140,3 | 140,2 |
| 20 | | 138,8 | 138,8 |
| 21 | | 141,8 | 141,9 |
| 22 | 9B | 140,1 | 140,0 |
| 23 | | 140,6 | 140,6 |
| 24 | | 142,5 | 142,5 |
| 25 | | 142,4 | 142,4 |
| 26 | | 141,8 | 141,9 |
| 27 | | 142,2 | 142,1 |
| 28 | | 142,4 | 142,2 |
| 29 | | 142,1 | 142,1 |
| 30 | | 142,4 | 142,5 |
| 31 | | 140,8 | 140,6 |
| 32 | 10A | 133,0 | 133,1 |
| 33 | | 132,5 | 132,7 |
| 34 | | 132,4 | 132,6 |
| 35 | | 132,8 | 132,9 |
| 36 | | 133,4 | 133,5 |
| 37 | | 135,9 | 135,9 |
| 38 | | 135,0 | 135,0 |
| 39 | | 133,0 | 133,0 |
| 40 | | 134,6 | 134,5 |

| | | | |
|----|-----|-------|-------|
| 41 | | 134,3 | 134,3 |
| 42 | 10B | 136,4 | 136,3 |
| 43 | | 134,8 | 134,8 |
| 44 | | 134,5 | 134,3 |
| 45 | | 135,8 | 135,8 |
| 46 | | 134,7 | 134,5 |
| 47 | | 134,9 | 134,8 |
| 48 | | 135,3 | 135,2 |
| 49 | | 134,0 | 133,9 |
| 50 | | 133,2 | 133,1 |
| 51 | | 133,1 | 133,1 |
| 52 | 4C | 139,6 | 140,0 |

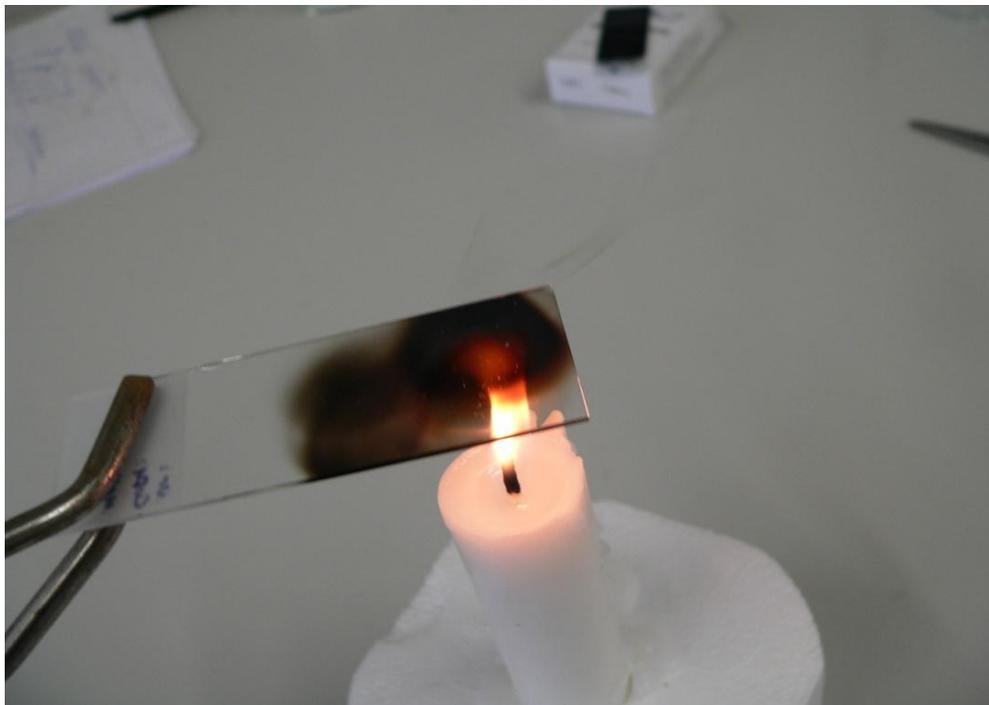


Abbildung 23: Vorgang des Berußens



Abbildung 24: Honig. Die Oberfläche wird ebenfalls von dem hoch viskosen Honig nicht benetzt.



Abbildung 25: Zerstörte Objektträger



Abbildung 26: Vergleich SiO₂-Netzwerk und dem Endprodukt. Probe 10 A ist mit FTS beschichtet und superhydrophob. Probe 5 A besteht aus einem SiO₂-Netzwerk und ist superhydrophil.

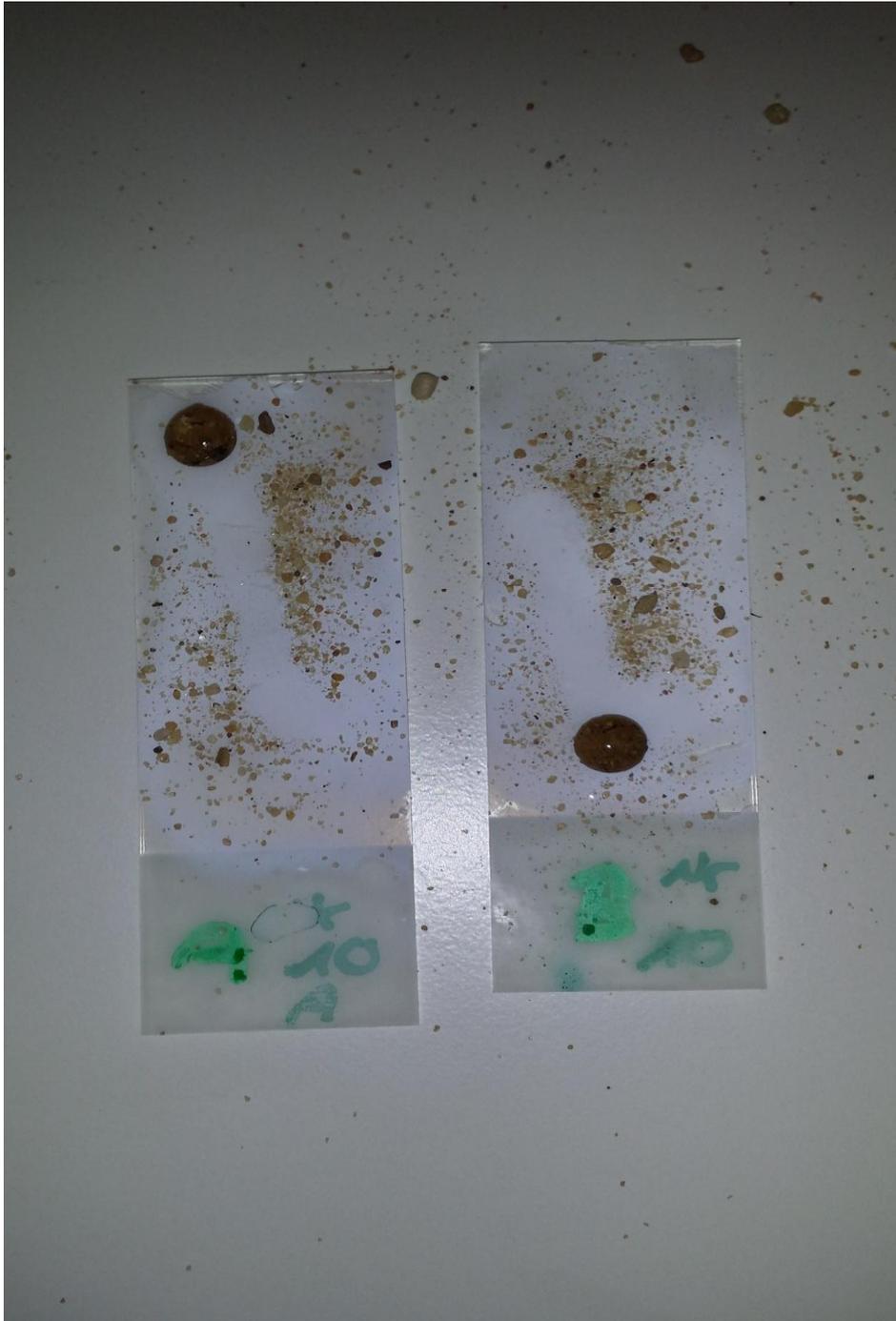


Abbildung 27: Selbstreinigungseffekt

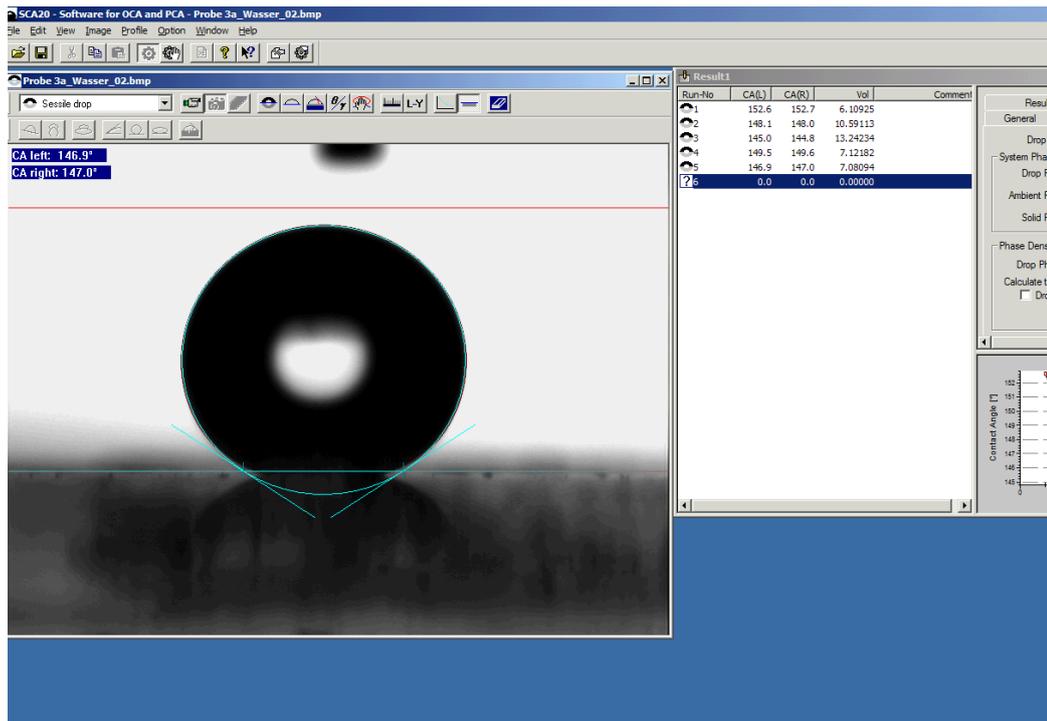


Abbildung 28: Kontaktwinkel mit Wasser



Abbildung 29: Probe 9 b. Kontaktwinkel mit Wasser

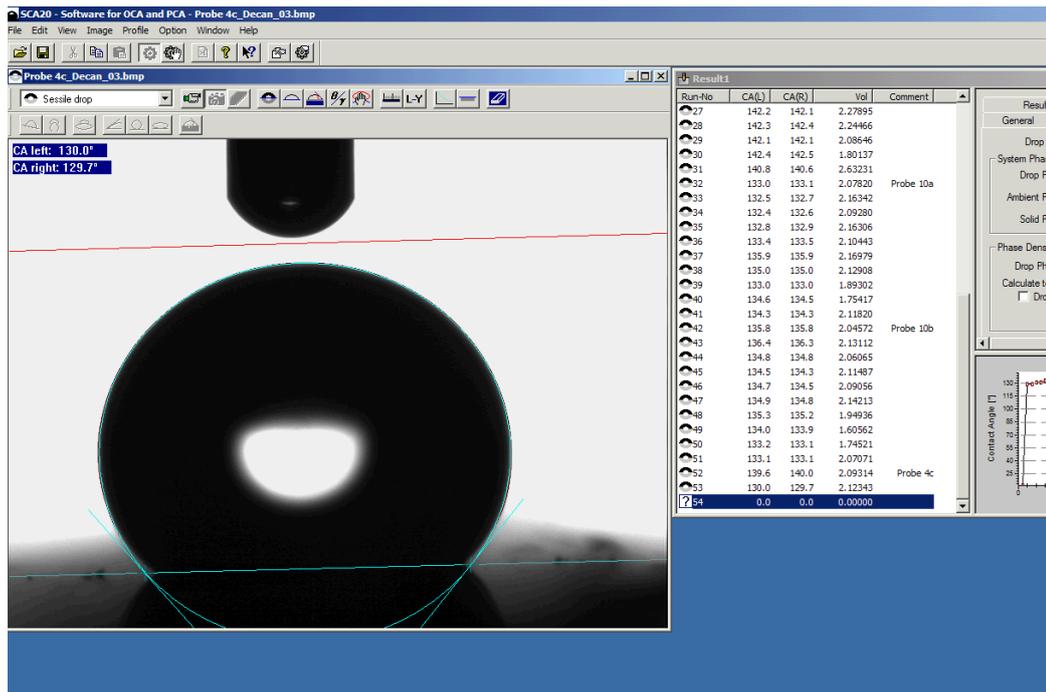


Abbildung 30: Kontaktwinkel mit Dekan



Abbildung 31: Probe 9 A. Kontaktwinkel mit Dekan

Literaturverzeichnis

- [1] Mariarosa Raimondo; Magda Blosi; Aurora Calderelli; Guia Guarini; Frederico Veronessi. Wetting behavior and remarkable durability of amphiphobic alloys surface in a wide range of environmental conditions, Chemical Engineering Journal, 258 (2014) 101-109
- [2] Dengteng Ge; Lili Yang; Youfa Zhang; Yudi Rahmawan; Shu Yang. Transparent and Superamphiphobic Surfaces from One-Step Coating of Stringed Silica Nanoparticle/Sol Solutions, Particle Journal 763-770
- [3] www.nanotol.de/lotuseffekt (Stand 10.09.2014)
- [4] <https://www.biotechnologie.de/BIO/Navigation/DE/Aktuelles/menschen,did=113130.html> (Stand 01.10.2014)
- [5] Akira Nakajima; Akira Fujishima; Kazuhito Hasimoto; Toshiya Watanabe. Preparation of Transparent Superhydrophobic Boehmite and Silica Films by Sublimation of Aluminium Acetylacetonate, Advanced Materials, 1365-1367
- [6] <http://www.erlus.de/ModelleSelbstreinigend/> (Stand 02.10.2014)
- [7] <http://www.nanotrends.eu/Nanoversiegelung/Lotuseffekt.php> (Stand 02.10.2014)
- [8] Dengteng Ge; Lili Yang; Youfa Zhang; Yudi Rahmawan; Shu Yang. Transparent and Superamphiphobic Surfaces from One-Step Coating of Stringed Silica Nanoparticle/Sol Solutions, Particle Journal 763-770
- [9] M. Nosonovsky; B.Bhushan, Multiscale Dissipative Mechanisms and Hierarchical Surfaces: Friction, Superhydrophobicity, and Biomimetics Nanoscience and Technology, 2008, 200-205
- [10] Stefan Sepeur, Nanotechnologie. Grundlagen und Anwendungen, 48-51
- [11] Feng Liu; Miaolian Ma; Deli Zang; Zhengxin Gao, Chengyu Wang. Fabrication of superhydrophobic/superoleophilic cotton for application in the field of water/oil separation, Carbonhydrate Polymers 103 (2014) 480-487
- [12] <http://cfn.physik.uni-saarland.de/Dokumente/Manuals/Rasterelektronenmikroskop.pdf> (Stand 11.09.2014)
- [13] <http://www.ikt.uni-erlangen.de/publikationen/online-aufsaeetze/oberflaechenspannung.pdf> (Stand 17.09.2014)

- [14] Mariarosa Raimondo; Magda Blosi; Aurora Calderelli; Guia Guarini; Frederico Veronessi. Wetting behavior and remarkable durability of aluminum alloys surface in a wide range of environmental conditions, Chemical Engineering Journal, 258 (2014) 101-109
- [15] Dengteng Ge; Lili Yang; Youfa Zhang; Yudi Rahmawan; Shu Yang. Transparent and Superamphiphobic Surfaces from One-Step Coating of Stringed Silica Nanoparticle/Sol Solutions, Particle Journal 763-770
- [16] Peter W Atkins; Julio de Paula, Physikalische Chemie, 5 Auflage, 682
- [17] kruss
www.kruss.de/de/service/schulung-theorie/glossar/freie-Oberflaechenenergie/
 (Stand 10.09.2014)
- [18] Peter W Atkins; Julio de Paula, Physikalische Chemie, 5. Auflage, 682
- [19] Kurt. W. Kolasinski, Foundation of Catalysis and Nanoscience, Surface Science, 3. Auflage, 234-235
- [20] S. Banerjee, Simple derivation of Young, Wenzel and Cassie-Baxter equations and its interpretations, Surface Division, Saha Insitute of Nuclear Physics, 2008
- [21] Jean Berthier; Ken Brakke, The Physics of Microdroplets, 36
- [22] Kurt W Kolasinski, Foundation of Catalysis and Nanoscience, Surface Science, 3. Auflage, 239-244
- [23] <http://www.ramehart.com/glossary.htm> (Stand 17.09.2014)
- [24] http://www.bionik-online.de/wp-content/uploads/2012/05/Lotus_01_Info1.pdf
- [25] www.nanotol.de/lotuseffekt (Stand 10.09.2014)
- [26] Stefan Sepeur, Nanotechnologie. Grundlagen und Anwendungen, 29-32
- [27] G.A. Ozin; A.C.Arsenault; L.Cademartiri, A chemical Approach to Nanomaterials, 2. Auflage, 151
- [28] Michael Satschko, Chemische Gasphasenabscheidung von keramischen Verschleißschichtschichten auf Basis von Chromcarbid und Titancarbis, Erlangen 2004, 16
- [29] http://www.cementline.com/Calcination_process/
- [30] Stefan Sepeur, Nanotechnologie. Grundlagen und Anwendung, 25-39

Abbildungsverzeichnis

| | | |
|---------------|---|----|
| Abbildung 1: | Wechselwirkung innerhalb der Flüssigkeit..... | 6 |
| Abbildung 2: | Oberflächenenergien..... | 6 |
| Abbildung 3: | Verhalten auf einer rauen Oberfläche..... | 7 |
| Abbildung 4: | Vergleich von Kohäsion und Adhäsion..... | 8 |
| Abbildung 5: | Kontaktwinkel und Kräftegleichgewicht im Dreiphasenpunkt..... | 10 |
| Abbildung 6: | Stadien der Benetzung..... | 12 |
| Abbildung 7: | Effekt der Selbstreinigung auf einem Lotusblatt..... | 13 |
| Abbildung 8: | Idealer Abstand von der Probe zur Flamme..... | 16 |
| Abbildung 9: | Chemische Gasphasenabscheidung mit NH ₃ und TEOS..... | 16 |
| Abbildung 10: | 1. Temperaturprogramm / Tmax= 600 °C..... | 17 |
| Abbildung 11: | 2. Temperaturprogramm / Tmax = 550 °C..... | 17 |
| Abbildung 12: | 3. Temperaturprogramm / Tmax = 500 °C..... | 18 |
| Abbildung 13: | Aufbau der Gasphasenabscheidung im Vakuum..... | 18 |
| Abbildung 14: | „sessile drop (needle in)..... | 19 |
| Abbildung 15: | Abhängigkeit der aufgetragenen Rußmasse von der Zeit..... | 27 |
| Abbildung 16: | Abhängigkeit der abgeschiedenen Silikamasse von der Rußmasse..... | 28 |
| Abbildung 17: | Beispiel zerstörter Oberflächen..... | 30 |
| Abbildung 18: | Beispiel intakter Oberflächen..... | 30 |
| Abbildung 19: | Kontaktwinkel mit Wasser..... | 31 |
| Abbildung 20: | Kontaktwinkel mit n-Dekan..... | 33 |
| Abbildung 21: | Rasterelektronenmikroskopanalyse von Probe 9 B..... | 34 |
| Abbildung 22: | Selbstreinigungseffekt..... | 35 |
| Abbildung 24: | Vorgang des Berußens..... | 41 |
| Abbildung 25: | Probe mit Honig..... | 42 |
| Abbildung 26: | Zerstörte Objektträger..... | 42 |
| Abbildung 27: | Vergleich SiO ₂ -Netzwerk und dem Endprodukt..... | 43 |
| Abbildung 28: | Selbstreinigungseffekt..... | 44 |
| Abbildung 30: | Probe 9 b. Kontaktwinkel mit Wasser..... | 45 |
| Abbildung 29: | Kontaktwinkel mit Wasser..... | 45 |
| Abbildung 31: | Kontaktwinkel mit Dekan..... | 46 |
| Abbildung 32: | Probe 9 A. Kontaktwinkel mit Dekan..... | 46 |

Tabellenverzeichnis

| | |
|---|-----------|
| Tabelle 1: Vergleich der Oberflächen/Volumina Verhältnisse..... | 5 |
| Tabelle 2: Benetzungsstadien im Bezug auf die Adhäsions- und Kohäsionsarbeit..... | 12 |
| Tabelle 4: Abhängigkeit der aufgetragenen Rußmasse gegen die Zeit | 26 |
| Tabelle 5: Abhängigkeitsmessung von Silikamasse zu Rußmasse | 27 |
| Tabelle 6: Abhängigkeitsmessung von Silikamasse zu Rußmasse | 28 |
| Tabelle 7: Objektträger im Vergleich..... | 29 |
| Tabelle 8: Mittelwerte der Kontaktwinkel mit Wasser | 37 |
| Tabelle 9: Kontaktwinkel mit n-Dekan | 32 |
| Tabelle 10: Kontaktwinkelwerte mit Wasser..... | 39 |
| Tabelle 11: Kontaktwinkelwerte mit Dekan..... | 40 |