

1 Einleitung

Die Bedeutung der Fullerene für unser Wissen über neue chemische Verbindungen wurde durch die Verleihung des Nobelpreises 1996 an Kroto, Smalley und Curl hervorgehoben. Nachdem es Krätschmer et al. [KLF90] im Jahr 1990 gelang, Fullerene in großen Mengen herzustellen, gab es viele Spekulationen über mögliche Anwendungen. Die meisten davon ergeben sich aus den elektronischen und optischen Eigenschaften der Fullerene, die sich durch chemische Modifikation gezielt verändern lassen. Als Beispiel kann man den C₆₀ Komplex mit TDAE (Tetrakis(dimethylamino)ethylen) erwähnen, den ersten organischen Ferromagnet (mit einer Curie-Temperatur von T_c = 16 K) [YHO94].

Ein besonderes Merkmal der Fullerene ist die Möglichkeit, die Eigenschaften von 'innen' zu ändern, indem man den Kohlenstoff-Käfig mit Fremdatomen füllt. Der Gedanke, solche *endohedralen* Fullerene zu produzieren, löste bereits kurz nach der Entdeckung der Fullerene eine starke Faszination aus. Es wäre z.B. denkbar, da C₆₀ ein organisches Molekül ist, medizinisch wirksame Stoffe ins Innere des Käfigmoleküls zu implantieren, um das Ganze wie ein Trojanisches Pferd in den menschlichen Körper eindringen und an der richtigen Stelle wirken zu lassen.

Schon kurz nach der Entdeckung der Fullerene konnten endohedrale Metall-Komplexe massenspektrometrisch nachgewiesen werden [HOZ85,WEO88]. Später wurde gezeigt, daß C₆₀-Moleküle in *makroskopischen* Mengen mit einigen Gasatomen gefüllt werden können [SJC93, SCJ96]. Dabei werden aber die elektronischen Eigenschaften des Fulleren nicht geändert. Eingeschlossene Atome, die eine elektronische Wechselwirkung mit dem Käfig zeigen, sind von größerem Interesse. Allerdings konnten bis jetzt nur größere Fullerene (M@C_n, n ≥ 74), die Metallatome einschließen, separiert werden.

Eine besondere Aufmerksamkeit richtete sich auf Fullerene mit der Entdeckung der Supraleitung in dem mit Alkalimetallen dotierten C₆₀ [HRH91, HHR91] mit einer kritischen Temperatur T_c von 18 K bei K₃C₆₀ bzw. 28 K bei Rb₃C₆₀. Im Unterschied zu dotiertem C₆₀ konnten in dotierten größeren Fullerenen keine supraleitenden Zustände gefunden werden.

Die *exohedralen* Metallofullerene sind aber nur bedingt einsetzbar, weil sie sich an Luft entzünden. *Endohedrale* Metallofullerene sind im Gegensatz dazu an Luft stabil. Trotz zahlreicher Versuche konnte aber bis zum Beginn der hier vorgelegten Arbeit kein $M@C_{60}$ in makroskopischen Mengen hergestellt werden.

Ein neues Herstellungsverfahren zur Produktion makroskopischer Mengen endohedralear Alkali-Fullerene wurde von R. Tellmann et al. entwickelt [TKL96, Tel97]. Hierbei werden Monolagen von Fullerenen mit niederenergetischen Alkalimetall-Ionen bestrahlt, so daß die Ionen in die Fullerenmoleküle eindringen können, ohne sie dabei zu zerstören. Die detaillierte Beschreibung des Verfahrens ist in der Doktorarbeit von R. Tellmann zu finden.

In dieser Arbeit wurde das Herstellungsverfahren der endohedralen Lithium-Fullerene weiterentwickelt. Die Löslichkeit, die Trennung und die physikalisch-chemische Charakterisierung dieser Substanzen wurden untersucht.

Im folgenden Kapitel 2 werden einige für diese Arbeit relevante Aspekte der Fullerenforschung aus der Literatur zusammengefaßt. In Kapitel 3 und 5 sind die Entwicklung effizienter Herstellungs- und Trennungsvorgänge von $Li@C_{60/70}$ beschrieben, die eine Präparation von Probenmengen im mg-Bereich gestatten und eine Charakterisierung dieser Substanzen ermöglichen. Aufgrund der Löslichkeitsproblematik von Fullerenen, wurden die hergestellten Schichten zuerst ohne weitere Reinigung untersucht. Neben der Massenspektrometrie, erfolgte die Untersuchung der Schwingungs-Dynamik mit IR- und Raman-Spektroskopie. Die Meßergebnisse wurden mit theoretischen Rechnungen verglichen (Kapitel 4).

Die Absorptionsspektroskopie und Stabilitätsuntersuchungen von gereinigtem $Li@C_{60/70}$, werden in Kapitel 6 vorgestellt. In Kapitel 7 wird die Möglichkeit, reine $Li@C_{60}$ -Schichten durch Sublimation herzustellen, beschrieben und die Charakterisierung der Schichten vorgenommen. Im letzten Kapitel werden die wichtigsten Ergebnisse zusammengefaßt.