



## **Präparation STEM-Proben**

### **Nanopartikel (NPs) aus einer Lösung auf Cu-Grids aufbringen:**

1. Das Cu-Grid wenn möglich nur am Rand, außerhalb des Gitters, mit einer sehr feinen Umkehr-Pinzette anfassen. Arbeiten Sie ggf. unter einer Lupe. Die richtige Seite des Grids beachten – steht auf der Probenbox, die glänzendere Seite.

Innerhalb des Gitters ist die dazwischenliegende Kohlenstoffschicht und diese ist sehr empfindlich und kann brechen. Das Cu-Grid sollte nach der Präparation nicht gewellt sein. Wenn die sehr dünne Kohlenstoffschicht bricht und es wird dann aufgetropft, liegen meistens auf beiden Seiten des Grids Partikel, was nicht wünschenswert ist. Um die Pinzettenspitze herum liegen meistens mehr Partikel.

2. Das Herstellen der besten NP-Konzentration einer Suspension (z.B. in Ethanol) ist ein wichtiger Aspekt. Die Lösung der Suspension sollte nicht mit den NP reagieren oder die Partikel selbst auflösen.

Bei einer zu hohen NP-Konzentration können sich beim Trocknen Partikelklumpen bilden und diese übereinander liegen, so dass die Probe für eine Analyse nicht brauchbar ist.

Aus der Literatur wird gesagt, dass die geeignete Partikelkonzentration etwa 10-100 Mal höher zu konzentrieren ist, als für DSL. Allerdings abhängig von der NP-Größe, den Streueigenschaften und der Elektronendichte des Materials.

3. Aus dieser hergestellten Suspension wird ein Tropfen auf das TEM-Cu Grid aufgebracht und man lässt diesen trocknen. Die Partikel können sich während des Trocknungsprozesses neu anordnen. Erwünscht wäre eine Monolage. Ist es zu weiß, ist die Konzentration meist zu hoch gewesen und Partikel liegen übereinander. Ist es nicht überall, schauen wir uns die Probe trotzdem an.

4. Auch bei der Trocknung ist zu berücksichtigen, insbesondere wenn Sie mit organischen Molekülen arbeiten, wenn Sie Ihre Suspension über Nacht auf dem TEM-Gitter liegen lassen, bis sie trocken ist, trocknet neben den NPs auch z.B. Proteine und andere Komponenten aus Flüssigkeiten auf dem Gitter, oder kann auskristallisieren. Wenn Sie mit konzentrierten Flüssigkeiten und NPs arbeiten, die nicht sehr elektronendicht sind (wie z.B. Siliciumdioxid), können die getrockneten Moleküle es erschweren, die NPs auf dem Gitter zu unterscheiden (Artefakte).

5. Wenn Sie die Absicht haben, die Aggregation/Agglomeration von NPs in Ihren Medien zu analysieren, sollten Sie überlegen, ob die Agglomeration real ist oder ob sie ein Artefakt der TEM-Probenvorbereitung ist.

Suspensionen mit niedrigen NP-Konzentrationen lösen dieses Problem teilweise.

Letztendlich ist die Herstellung der Konzentration ein Erfahrungswert, der von Präparation zu Präparation verbessert und angepasst wird.

Nur am Rand des Cu-Grids dürfen möglichst nicht zu viele Partikel liegen, da sonst der STEM Halter verunreinigt wird und die Partikel ggf. auf den Detektor nach unten fallen können.