



Gitterebenen-Auflösungstest

Die Auflösung von Kristall-Gitterebenen ist ein brauchbarer Test, um das Leistungsvermögen eines Elektronenmikroskops, speziell im Hinblick auf mechanische und elektrische Stabilität, festzustellen. Die Kristallebenen-Abstände sind durch die Daten aus der Röntgenanalytik sehr genau bekannt und daher kann die Vergrößerungseinstellung bei hohen Vergrößerungen sehr genau kalibriert werden.

Die Kristalle sind auf einem Kohle-Lochfilm aufgebracht und, wenn immer möglich, sollten die kleinen Kristalle beobachtet werden, die über Löchern des Trägerfilm liegen, damit sich die störende Struktur des Trägerfilms nicht auswirkt.

Gute Kristalle können normalerweise geortet werden, indem man das Beugungsdiagramm ansieht. Solange nicht ein einzelnes, klares Kristallmuster sichtbar ist, können auch die Gitterebenen nicht gesehen werden. Wenn ein passender Kristall ausgesucht wurde, sollte eine sehr hohe elektronenoptische Vergrößerung benutzt werden, um auf dem Fluoreszenzschirm unter dem Sichtteleskop eine klare Auflösung der Gitterebenen zu erreichen. Der Fokus der Objektivlinse muß sorgfältig eingestellt werden, um den optimalen Kontrast zu erreichen. Die Kontrastphase eines gegebenen Gitterebenenabstands hängt von der Defokussierung der Objektivlinse ab.

Wenn der Kontrast nicht ausreichend ist, kann man eine sichtbare Verbesserung erreichen, indem man die Kondensorlinse defokussiert (Erniedrigen des Beleuchtungs-Halbwinkels).

Eine weitere Verbesserung kann dadurch erreicht werden, daß man den Beleuchtungsstrahl so kippt, daß der zentrale und der abgelenkte Strahl der ersten Ordnung symmetrisch zur Instrumentenachse liegen (achten Sie dabei darauf, daß die Objektivblende groß genug ist, um die gebeugten Strahlen durchzulassen).

S 136 Kupferphtalocyanin Gitterebenenabstand 1,03nm

Diese Verbindung hat einen weit auseinanderliegenden Gitter-ebenenabstand. Das Material ist jedoch strahlempfindlich und man sollte deshalb vor dem Fotografieren einen Kristall nicht zu lange betrachten.

Die elektronenoptische Vergrößerung sollte nicht über 100.000x liegen, da sonst die Strahlintensität zu hoch wird. Die Kristallebenenabstände liegen parallel zur langen Achse des Kristalls



S 135 Gerichtete Gold-Kristalle

Das aufgedampfte Gold wird durch spezielle Behandlung in eine (100) Richtung gebracht. Dadurch ergeben sich Gitterebenenabstände von 0.204nm für die (200)-Ebene und von 0.143nm für die (220)-Ebene. Wenn die Dicke des Kristalls ausreichend ist und die Objektivblende für den erforderlichen Beugungsstrahl groß genug ist, kann bei geeigneter Fokusseinstellung die Ebene von 0.102nm dargestellt werden. Deshalb ist dieses Testobjekt für Elektronenmikroskope mit höherer Auflösung geeignet.

S 122 Asbest (Crocidolit)
Gitterebenenabstände 0.903nm und 0.452nm

Diese Kristalle haben die Form langer Nadeln und zeigen gute Beugungsmuster. Die 0.903nm Abstände (020) sind entlang der Achse der Faser, die 0.452nm Abstände (021) erscheinen in einem Winkel von 60° dazu.

Einige der Kristalle werden durch den Einfluß des Elektronenstrahls kugelförmige Strukturen zeigen, aber ein Großteil der Kristalle ist davon nicht betroffen und die Gitterebeneabstände sind klar zu erkennen.

S 118 Kaliumchloroplatinat
Gitterebenenabstand 0.563nm

Um diese Verbindung als ausreichend dünne Kristalle zu erhalten, wird die Präparationsmethode nach Komoda und Sakata (1959) benutzt. Dabei wird die Verbindung mit Gelatine vermischt und auf eine heiße Oberfläche gesprüht, so daß die Tropfen sehr schnell trocknen und die Kristalle gezwungen sind, unter der Gelatineschicht in flacher Form zu wachsen.

Die gesprühten Tropfen können in der endgültigen Form erkannt werden. Wählen Sie davon einen mit dünnen Kristallen am Tropfenrand. Wenn das Testobjekt einem Strahl mit hoher Intensität ausgesetzt wird, bleiben die Gelatinekristalle stabil. Sie haben anscheinend keine klar definierten Oberflächen, können aber durch Elektronenbeugung lokalisiert werden.

Referenz:

T. Komoda und S. Sakata (1959). Direct Observation of K_2PtCl_4 and K_2PtCl_6 crystal lattices and the specimen technique, J. Electron microscopy 1,120.

S 140 Carbon Black in Graphitform
Gitterebenenabstand 0.34nm

Diese Carbon-Black-Teilchen in Graphitform haben Gitterstrukturen, die den Umrissen der Teilchen folgen. Um das Instrument genau zu testen, sollte man sich einen Ausschnitt suchen, in dem die Gitterebenenabstände in verschiedenen Richtungen verlaufen.