

原子力显微镜和皮革胶原纤维精细结构研究

吉晓江 田云飞 赵纯培 陈 红

(四川大学分析测试中心 四川成都 610064)

王英梅 李志强 陈 敏 廖隆理

(四川大学皮革工程系 四川成都 610065)

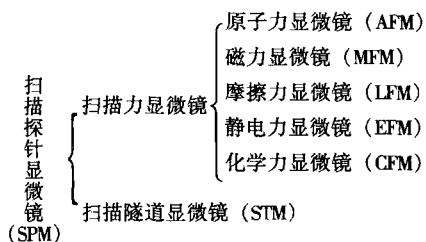
摘 要 本文简要说明了原子力显微镜 (AFM) 的原理, 和它在猪皮胶原纤维精细结构研究中的情况。

关键词 原子力显微镜 (AFM) 扫描探针显微镜 (SPM) 皮革 基础纤维 纳米分析

1 前 言

原子力显微镜 (AFM) 是在 1986 年由斯坦福大学 Binnig、Quate 和 Gerbtr 发明。在这之前的 1982 年, IBM 的苏黎世实验室中由 Binnig 和 Rohrtr 发明了扫描隧道显微镜 (STM)。STM 的出现极大地提高了材料表面原子级分辨率的研究水平, 发明者由此获得了 1986 年的诺贝尔物理奖。

之后, 随着表面科学、生命科学、材料科学研究的进一步发展, 诞生了一系列的新型显微技术。如研究磁材料的磁畴结构和有机、生物分子磁性的磁力显微镜 (MFM)^{1,2}。利用材料表面不同组分的不同摩擦特性进行形貌分析的摩擦力显微镜或称为横向力显微镜^{3,4}。利用力显微镜针尖的高化学灵敏性来探测材料表面的分子间相互作用并成象的化学力显微镜 (CFM)^{5,6}。以及材料表面不同物质的静电特性进行象分析的静电力显微镜 (EFM)。我们把以上所述显微镜都归为扫描探针显微镜 (SPM)⁷, 并分类如下:



近年来发展起来的这些新型的显微术其突出的优点是:

- a. 具有原子级高分辨率, 是作纳米材料分析的有力工具;
- b. 可根据研究材料的不同要求在真空条件下或在水或其它溶液中观测;
- c. 如无特殊要求, 可在大气中直接进行表面显微分析, 而无需特殊处理;
- d. 对样品无破坏, 是一种无损检测技术;
- e. 可得到样品的三维形貌图像;
- f. 可对材料表面进行粒度, 厚度, 粗糙度等的观察和计算统计。

它们已被广泛应用于生物材料, 无机材料, 有机材料等的表面显微研究中。

2 原子力显微镜原理

在上述 SPM 家族中, 本文重点介绍 AFM。它的结构由光学显微镜 (CCD)、激光器 (Laser)、扫描器 (Scanner)、悬臂 (Cantilever)、光斑位置检测器 (PSD)、控制及数据处理系统组成 (见图 1)。

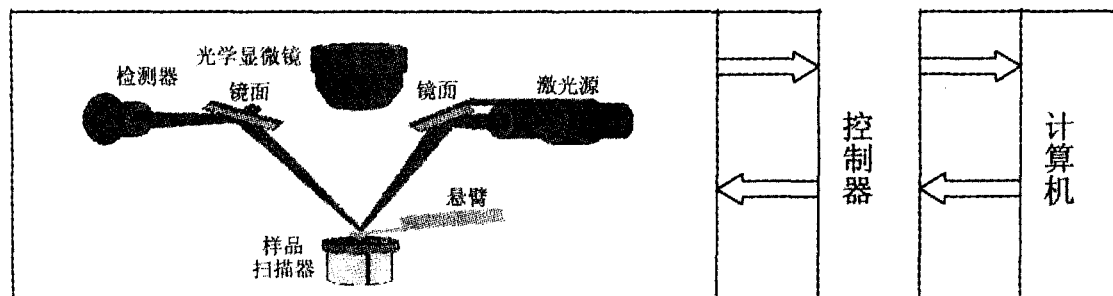


图 1 AFM 结构图

当样品安置在扫描器上后,安装在悬臂前端的探针尖锐针尖与样品接近到发生原子间作用力,这时激光器发出激光经过光学系统聚焦在悬臂上,经悬臂背面反射激光到光斑位置检测器。当样品在扫描器上进行扫描时,由于样品表面的原子与悬臂探针尖端原子间相互作用力,悬臂将随样品表面凹凸变化而形变起伏,从而使反射的激光光束发生偏移。在光斑位置检测器上检测到激光光斑位置的变化,再将这一位置变化转变为电压变化,通过控制器传送给计算机进行数据处理,从而可直接得到材料表面的形貌。

3 猪皮纤维精细结构研究

皮革的组织结构研究在皮革科学中占有极其重要的地位,长期以来中外科学家在这一领域作了不懈的努力,并取得了许多有重要理论价值和应用价值的研究成果。由于动物皮是一种复杂的生物组织,它的组织结构与皮革性能质量的关系,以及制革过程中组织结构的变化对皮革物理机械性能的影响仍是急待深入研究的基础课题。

四川大学皮革组织学研究室,对此进行过大量的研究,对猪皮的纤维形态,纤维结构变化和酶作用机理方面提出了新的见解,他们已经用光学显微镜,透射电子显微镜(TEM),扫描电子显微镜(SEM)进行过观察和研究,但在纤维水平上对猪皮胶原精细结构进行系统描述和量化表征还十分有限。我们利用AFM对猪皮胶原精细结构进行探索观察,以求突破。

3.1 仪器型号功能

本文是用日本精工公司的SPA400型扫描探针显微镜进行观测,使用了AFM和DFM功能。

3.2 样品的制备

本文样品由我校皮革组织学研究室提供。是由成都半年生100公斤左右公猪宰杀后取得。在半小时内快速完成剥皮、去肉、脱脂、取样。再用10%甲醛溶液固定后冷冻切片,并放在载玻片上以待观察。

3.3 测试结果

经AFM放大80000倍后,可观察到如图2,图3所示的猪皮胶原纤维的形貌图像。

图2为天然猪皮基础纤维(fibril)是清晰的周期结构,每个周期长度平均约68.5nm,每条基础纤维高度为30纳米左右;

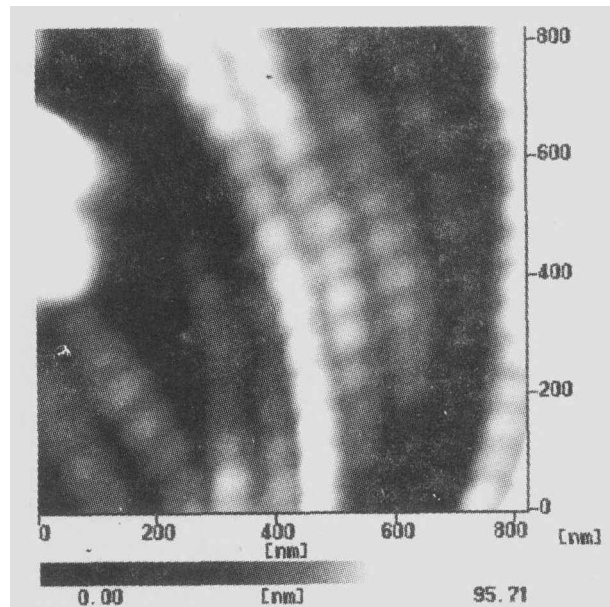


图2 天然猪皮基础纤维周期结构

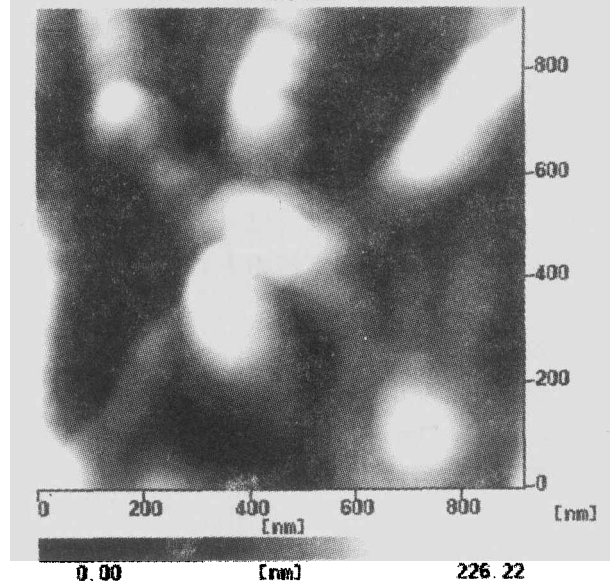


图3 猪皮胶原纤维中存在纤维分叉现象

4 结论

原子力显微镜是生物材料纳米级分析的有力工具,在猪皮胶原纤维精细结构研究中有突破性进展。有关专家将进一步用AFM观察分析皮革胶原纤维的一系列奇异现象,将陆续报道。

参考文献

- 1 C. L. Bai, P. C. Zhang, et al. J. Phys. Chem, 99, 1995: 8202; Yu Xu, Deqing Zhang, Pingcheng Zhang, Yungi Liu, Thin Solia Films, 284 ~ 285. 1996: 537
- 2 R. B. Proksch, T. E. Schaffer, B. M. Moskowitz, Appl. Phys. Lett., 66 (1995): 2582

(下转 43 页)

表 2 精密度实验

测定次数	百分含量 %	百分含量 %
1	14.14	16.12
2	14.08	16.20
3	14.09	15.94
4	14.12	16.24
5	14.15	16.01
6	13.95	16.39
7	14.35	16.03
8	14.11	16.17
9	14.21	16.56
10	14.29	16.47
平均值 X	14.15	16.21
变异系数 CV (%)	0.80	1.26

4 精密度实验

本实验对松油酸不同含量的样品分别进行 10 次的重复性测定, 变异系数为 0.80% ~

1.26% 详见表 2。

由表 2 结果可看出, 该方法的精密度较好, 完全能满足国外检测松油酸含量的分析要求。

5 结 语

本文建立了用大口径毛细管气相色谱法测定松籽油中的松油酸含量的检测方法, 本方法快速、准确、分离完全, 具有良好的灵敏度和精确度。

参考文献

- 1 Manku. M. S Journal of Chromatographic Science August, 1983, 8; 1~11
- 2 国家医药管理局中草药情报中心站, 植物药有效成分手册, 北京: 人民卫生出版社, 1986
- 3 傅沛云, 东北植物检索表, 北京: 科学出版社, 1995

Determination of pinolenic acid in pine nut oil for export by gas chromatography

Jiang Li

(Shenyang Entry-exit Inspection and Quarantine Bureau of the People's Republic of China Shenyang 110016)

Rong Hui Jin Yan Yu Fengqin

(Jilin Entry-exit Inspection and Quarantine Bureau of the People's Republic of China Jilin 130062)

Abstract Pinolenic acid in pine nut oil for export were detected by GC, and the method is simple, rapid and has good precision.

Key words pinolenic acid GC pine nut

(上接 41 页)

- 3 R. M. Oerney, E. Meyer, J. Frommer, et al.. Nature, 1992, 359: 33
- 4 E. Meyer. R. Overney, et al.. Thin Solid Film, 1992, 220: 132

- 5 A. Noy, D. V. Vezenov, C. M. Lieber. Annual Review of Materials Science, 1997, 27: 381
- 6 T. Ito, M. Namba, P. Buhlmann, Y. Ume zawa. Langmuir, 1997, 13: 4323
- 7 白春礼、田芳、罗克、扫描力显微术, 科学出版社, 2000

Atomic force microscope and studying the fine structure of leather collagen

Ji Xiaojiang, Tian Yunfei, Zhao Chunpei, ChenHong

(Analytical and Testing Center of Sichuan University, Chengdu Sichuan 610064)

Wang Yingmei, Li Zhiqiang, Chen Min, Liao Longli

(Leather Engineering Department of Sichuan University, Chengdu Sichuan 610065)

Abstract This paper introduces the Atomic Force Microscope, and which studying the fine structure of natural pig collagen.

Key words Atomic Force Microscope (AFM) Scanning Probe Microscope (SPM) Leather Fibril Nanometer Scale Analysis