

УДК 54.053

**КРИОГЕННАЯ ПРИСТАВКА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРЫ
ГЕЛЕЙ, ЭМУЛЬСИЙ И ДИСПЕРСИЙ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОЙ
МИКРОСКОПИИ**

Матвеев В.В., Чалых А.Е.

ИФХЭ РАН, 119071, Москва, Ленинский пр-т, д.31, корп.4

chalykh@mail.ru

Разработана конструкция криогенной приставки для электронномикроскопического исследования фазовой структуры жидких гелей, эмульсий, дисперсий. Описана методика проведения исследований.

ВВЕДЕНИЕ

В просвечивающей электронной микроскопии широкое распространение при исследовании жидких систем получили крио методы. В литературе [1-6] описаны различные способы препарирования таких систем: прямые методы (тонкие плёнки, ультратонкие срезы, порошки, тонкие фольги); косвенные методы (одноступенчатые и двухступенчатые реплики с нативной поверхности образцов и со сколов); криогенные методики препарирования (биологические объекты).

В данной работе описано устройство, позволяющее препарировать гели, эмульсии и дисперсий методом крио замораживания при низких температурах.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Приспособление было разработано для серийной вакуумной установки ВУП–5. Оно изготовлено из медных пластин толщиной ~5 мм, что позволяет быстро (со скоростью до 500 град/с) охлаждать жидкие образцы до температур жидкого азота.

На рис. 1 представлена схема разработанной приставки. Приставка состоит из трех частей: неподвижной пластины (1), откидывающейся крышки-пластины (2) и системы продольного перемещения пластин относительно пластины (1).

В пластинах (1) и (2) имеются 7 соосно расположенных отверстий диаметром ~ 4 мм. В пластине (2) эти отверстия сквозные, в пластине (1) – глухие. Центральное отверстие в пластине (1) имеет резьбу для штока (6), предназначенного для фиксации и стягивания пластин. В исходном собранном состоянии устройство (рис. 1) погружают в сосуд Дьюара, заполненной жидким азотом.

После охлаждения (время охлаждения соответствует времени прекращения кипения жидкого азота) приставка извлекается и помещается на специальную предварительно охлажденную подставку. В отверстия пластины (2) тем или иным способом заливаются исследуемые препараты, которые быстро (со скоростью ~ 500 гр/с) замораживаются. Заметим, что при такой скорости охлаждения, как правило, вода не кристаллизуется а переходит в стеклообразное состояние. Крайние отверстия пластины заполняются водой, которая выполняет двойную роль. Во-первых, в крио состоянии она вместе со штоком фиксирует пластины относительно друг друга. Во-вторых, служит контрольным образцом, подтверждающим стеклообразное состояние водной фазы.

Собранную таким образом приставку устанавливается и жестко закрепляется на предварительно охлажденном жидким азотом специальном столике в установке ВУП–5. Винт – толкатель (4) через втулку соединяется с муфтой, позволяющей передавать извне вращательное движение в вакуумную камеру. Затем из пластины (2) удаляется шток с резьбой, при этом устройство, как правило, остаётся в исходном положении.

Затем, из вакуумной камеры ВУП–5 откачивается воздух и при достижении необходимого давления (вакуума), вращением муфты толкателя

осуществляется перемещение верхней пластины относительно нижней. Возникающие сдвиговые напряжения скалывают объекты, а откидная пластина (2), за счёт пружины (5), перемещается вверх, открывая поверхности сколов для дальнейших манипуляций, в частности, для травления испарением и для получения реплик. После напыления углерода на поверхность скола и подтенения платиной в вакуумную камеру напускается воздух. Устройство снимается со столика и нагревается до комнатной температуры.

Из ячеек-отверстий по традиционной методике вылавливаются на медные сеточки реплики, промываются соответствующими растворителями или водой, высушиваются и помещаются в колонну электронного микроскопа.

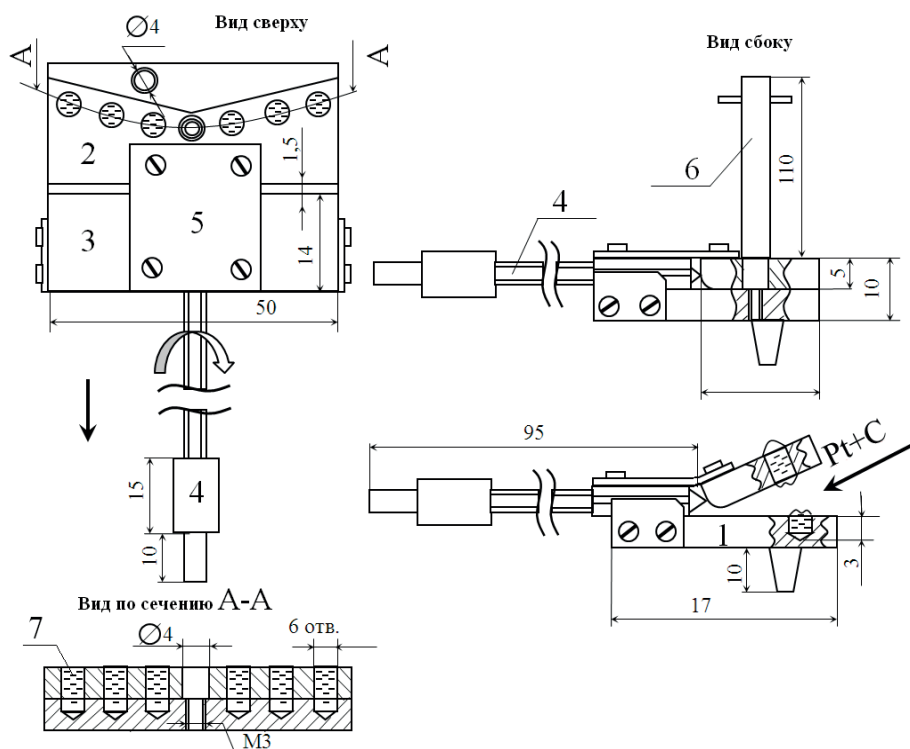


Рис. 1. Схема устройства криогенной приставки для изучения структуры жидких систем методом электронной микроскопии. Неподвижная пластина (1), подвижная крышка – пластина (2), держатель (3), винт-толкатель (4), плоская пружина (5), шток (6), отверстия для образцов (7).

На рис. 2 представлены типичные микрофотографии, демонстрирующие структурно-морфологическую организацию сеток водного раствора ксантогената целлюлозы [7].

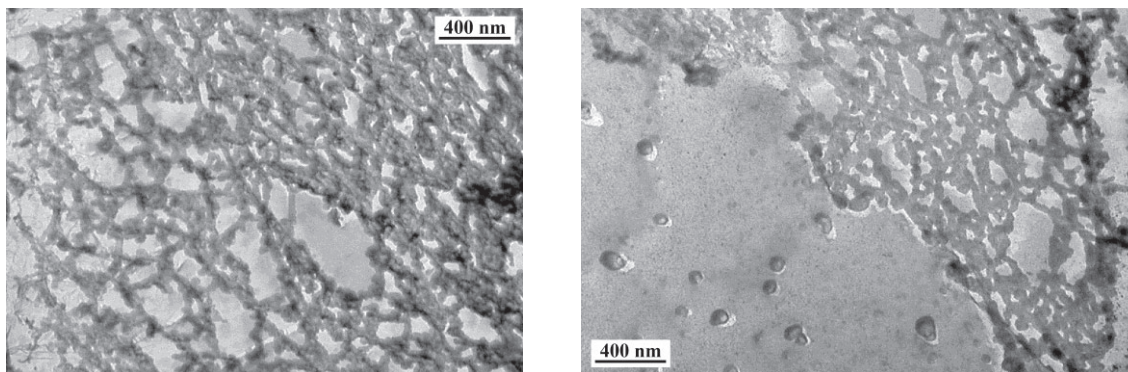


Рис. 2. Микрофотографии гелей различной концентрации ксерогеля, полученные с помощью описанной установки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Хокс П. Электронная оптика и электронная микроскопия. М.: Издательство «МИР», 1974.
2. Хейденрайх Р. Основы просвечивающей электронной микроскопии. М.: Издательство «МИР», 1966.
3. Томас Г., Горинг М.Дж. Просвечивающая электронная микроскопия материалов. М.: Наука, 1983.
4. Лукьянович В.М. Электронная микроскопия в физико-химических исследованиях. М.: Издательство Академии наук, 1960.
5. Шиммель Г. Методика электронной микроскопии. М.: Издательство «МИР», 1972.
6. Дембовская Ю.В. Электронная микроскопия в полиграфии. М.: «Книга», 1978.
7. Чалых А.Е., Матвеев В.В., Муравлев Д.А., Митюк Д.Ю., Филиппова О.Е. /Наноструктура сеток ксантана/ Российские нанотехнологии, издательство Парк-медиа (М.). 2017. Т.12, №1-2, С.4-9.