

## ЛИТЕРАТУРА

1. В. В. Коршак, Термостойкие полимеры, изд-во «Наука», 1969.
2. Ю. В. Моисеев, П. П. Нечаев, З. В. Геращенко, Я. С. Выгодский, Г. Е. Заиков, Международный симпозиум по макромолекулярной химии, т. 5, Хельсинки, 1972, 121.

## KINETIC METHOD OF ESTIMATION OF THE CYCLIZATION DEGREE OF POLYIMIDES

*M. M. Nechaev, Yu. V. Moiseev, S. V. Vinogradova,  
Ya. S. Vygodskii, G. E. Zaikov, V. V. Korshak*

### Summary

A new kinetic method is suggested for determination of the cyclization degree of soluble polyimides based on different hydrolytic stability of imide and uncyclized *o*-carboxyamide bonds.

УДК 541.64:620.187

## НОВЫЙ СПОСОБ ПРЕПАРИРОВАНИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ ВОЛОКОН

*E. X. Разиков, X. Т. Перемколова, И. И. Исамухамедова,  
Х. У. Усманов*

Для изучения внутренней фибриллярной структуры природных и искусственных целлюлозных волокон обычно используют два метода препарирования образцов для электронно-микроскопических исследований. Первый метод — механическое диспергирование, т. е. обработка в дезинтеграторах с последующим ультразвуковым воздействием [1—4], второй — получение ультратонких срезов [5—9]. Однако оба метода имеют существенные недостатки.

Метод диспергирования, хотя и позволяет получать важную информацию о фрагментах фибриллярной структуры и об отдельных структурных элементах целлюлозных волокон, не дает возможности судить о реальной их микроструктуре, так как он основан на разрушении структуры волокна. Второй метод является весьма трудоемким, причем для микротомирования требуется нахождение эффективной закрепляющей среды для фиксации волокон.

В литературе имеются некоторые работы, в которых были сделаны попытки применить метод скола полимера на холода с последующим снятием реплики с поверхности сколов [10—13].

Однако таким путем можно изучить лишь довольно толстые волокна (филаменты), а в случае целлюлозных волокон, диаметр которых не превышает 20—25 мкм, структуру их поперечных сечений. Внутреннюю фибриллярную (продольную) структуру целлюлозных волокон таким способом невозможно исследовать.

Поэтому цель данного исследования — разработка простого и быстрого метода препарирования для электронно-микроскопической оценки внутренней микроструктуры целлюлозных волокон, основанного на принципе последовательного отделения слоев волокон начиная с поверхности до их центра.

### Экспериментальная часть

В качестве объектов исследования были взяты хлопковое волокно и образец, модифицированный путем радиационно-химической прививки полиметакриловой кислоты (ПМАК) (привес 60%).

Пучок волокон расчесывается так, чтобы получился слой параллельно расположенных волокон. Далее пластиинка из зеркального стекла, толщиной 12 мм, размерами 50 × 100 мм устанавливается плоскостью 12 × 50 мм на среднюю часть слоя волокон так, чтобы оси волокон были направлены перпендикулярно к длине пластиин-

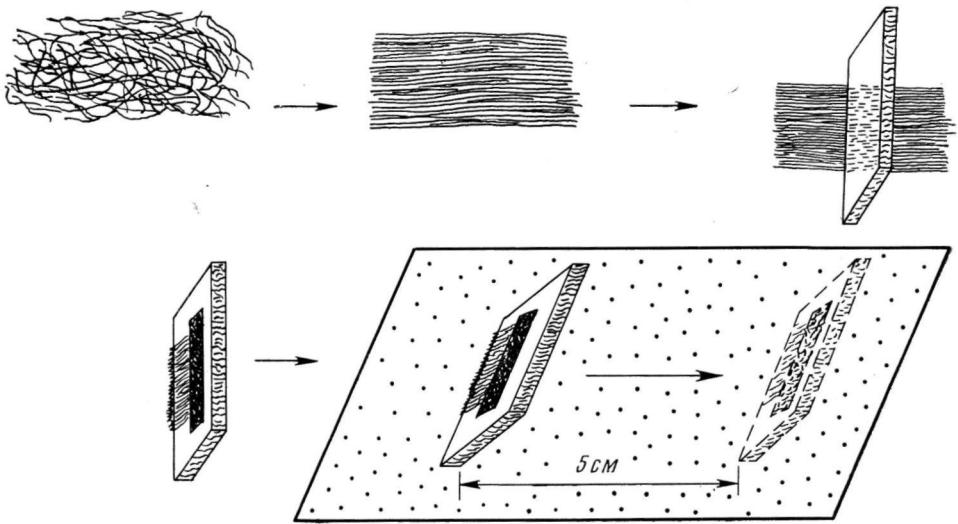


Рис. 1. Схематическое изображение способа препарирования целлюлозных волокон

ки. Оба конца слоя волоконгибаются под углом  $90^\circ$  и закрепляются по бокам пластинки с помощью лейкоцластира. Затем берется матовое стекло, с одной стороны гладкое, с другой — зернистое, размером  $120 \times 90 \times 1$  мм, прилагаемое к комплекту фотолабораторного фонаря ФЛФ-2. Пластинку с прикрепленным к ней слоем волокон устанавливают на зернистую поверхность матового стекла так, чтобы слой волокон располагался между матовым стеклом и пластинкой. Удерживая прикрепленные концы слоя волокон, двигают пластинку в одну сторону в направлении, совпадающем с осью волокон, сохраняя при этом вертикальность пластинки. Пройдя расстояние, равное 5 см, образец (пластинка с слоем волокон) отрывается от поверхности матового стекла, поверхность стекла очищается промывкой водой и вновь повторяют движение пластиинки. Чтобы достичь фибрillлярных слоев, расположенных ближе к центру хлопковых волокон, приходится совершить до 10 циклов движений пластиинки с волокнами. После этого из слоя волокон получается, по известной методике [4, 14], двухступенчатая реплика, которую рассматривают под электронным микроскопом.

По описанной выше методике весь эксперимент, включая получение реплик и изучение их под электронным микроскопом, занимает два рабочих дня.

На рис. 1 схематически изображены отдельные стадии разработанного метода препарирования, а на рис. 2 представлены электронные микрофотографии хлопкового волокна, препарированного по новому способу.

Из представленных электронно-микроскопических картин видно, что новый способ препарирования позволяет не только отчетливо рассмотреть фибрillлярную струк-

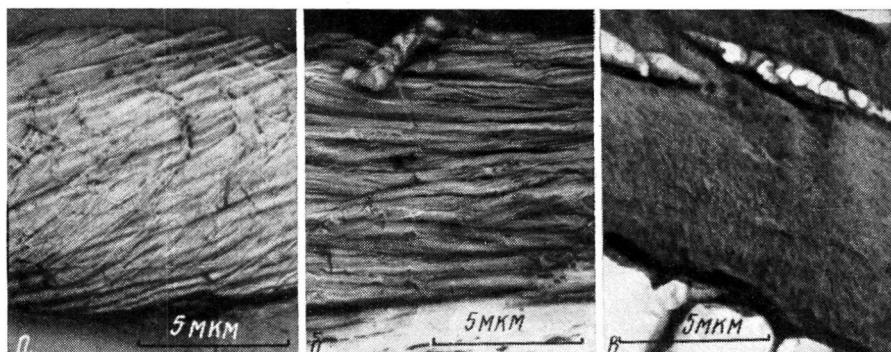


Рис. 2. Электронные микрофотографии внутренней микроструктуры хлопкового волокна, приготовленного по новому способу, после 5 (а) и 10 (б) циклов движений и хлопкового волокна, полученного ультрамикротомированием (ультратонкий продольный срез) (в)

туру хлопкового волокна, но также получить данные о структуре различных слоев его вторичной стенки (рис. 2, а, б). Для сравнения на рис. 2, в приведена и электронно-микроскопическая картина, обычно наблюдаемая для продольных срезов хлопковых волокон, из которой весьма трудно судить о фибрillярном характере его микроструктуры. Следует полагать, что предложенный метод «послойного сдирания» может найти применение при исследовании многочисленных синтетических полимерных волокон, если будут подобраны соответствующие условия, предотвращающие возможность микроплавления полимера во время препарирования.

#### Выводы

1. Разработан новый способ препарирования целлюлозных волокон для электронно-микроскопических исследований, сущность которого заключается в послойном сдирании волокон.
2. Установлено, что новый способ позволяет изучать микроструктуру различных слоев целлюлозных волокон.

Научно-исследовательский институт  
химии и технологий хлопковой  
целлюлозы

Поступила в редакцию  
26 XII 1971

#### ЛИТЕРАТУРА

1. W. Kinsinger, C. Hock, Industr. and Engng. Chem., 49, 1741, 1948.
2. V. Tripp, A. Moore, M. Rollins, Text. Res. J., 21, 886, 1951; 24, 956, 1954.
3. К. Х. Разиков, У. А. Азизов, Х. У. Усманов, Высокомолек. соед., 6, 1959, 1964.
4. Х. У. Усманов, Г. В. Никонович, Электронная микроскопия целлюлозы, Изд-во АН УзССР, 1962, стр. 22, 51.
5. Sjöstrand, Nature, 168, 646, 1951; Svensk papperstidn., 56, 806, 1953.
6. K. Porter, J. Blum, Anat. Rec., 117, 685, 1953.
7. H. Hanstra, Philips Techn. Rev., 17, 178, 1955.
8. К. Х. Разиков, Г. С. Маркова, Высокомолек. соед., 4, 913, 1962.
9. P. Kassenbeck, R. Hagege, Text. Res. J., 38, 196, 1968.
10. C. Bunn, A. Cobbold, R. Palmer, J. Polymer Sci., 28, 365, 1958.
11. В. А. Марихин, Л. П. Романкова, А. И. Слуцкер, Высокомолек. соед., 5, 1795, 1963.
12. В. А. Карагин, Н. Ф. Бакеев, С. Х. Факиров, Докл. АН СССР, 159, 885, 1964.
13. Ж. Г. Василенко, Н. В. Михайлов, В. А. Берестнев, Высокомолек. соед., А10, 2405, 1968.
14. Техника электронной микроскопии, под ред. Д. Кэя, изд-во «Мир», 1965, стр. 134.

---

#### NEW PREPARATION TECHNIQUE FOR EXAMINATION OF THE MICROSTRUCTURE OF CELLULOSE FIBERS

*K. Kh. Razikov, Kh. T. Peremkulova, I. I. Isamukhamedov,  
Kh. U. Usmanov*

#### Summary

A new preparation technique («layer-by-layer stripping») developed for electron-microscopic studies of the internal microstructure of cellulose fibers is described. The electron photomicrographs are given of various sections of a cotton fiber and of its copolymer with methacrylic acid grafted by the radiation-chemical method (increase in weight 60%), which have been prepared using the technique described. For comparison, electron-microscopic pictures are given which have been obtained from their ultra-thin longitudinal sections.