

УДК 541.64:677.4

**О МЕТОДИКЕ ПОЛУЧЕНИЯ УЛЬТРАТОНКИХ СРЕЗОВ  
С АКРИЛОВЫХ ВОЛОКОН**

*Кулакова Н. А., Литвинов И. А.*

Исследованы срезы ряда исходных и окисленных волокон полиакрилонитрила, полученные под различными углами к оси волокна и перпендикулярно оси волокна. Показано, что наименьшая деформация полифибрillярной структуры волокон происходит при резании под двойным углом: угол резания между кромкой ножа и осью волокна в плоскости среза составляет 20–40°, и само волокно наклонено к плоскости среза на угол порядка 5°. Полученные результаты могут быть с успехом применены для исследования других типов волокон и анизотропных материалов.

Получение ультратонких срезов с волокон сопряжено с рядом трудностей, заключающихся в смятии срезов в направлении резания и деформации объектов, что приводит к артефактам и затрудняет интерпретацию наблюдаемых морфологических картин.

Качество срезов с волокон, и в частности с акриловых волокон, в большой степени зависит от правильности выбранного направления резания относительно оси волокна. Отклонение от оптимального угла резания, который, по-видимому, характерен для каждого типа волокон, часто приводит к искажению морфологии исследуемых волокон и может привести к ошибочной трактовке их структуры. Причем, чем выше ориентация волокна, тем труднее получить качественные срезы. Это обусловлено различием в прочностных характеристиках волокон вдоль оси волокна и в перпендикулярном направлении и, следовательно, различным поведением волокон при ультрамикротомировании.

В настоящем сообщении отработку методики ультрамикротомирования, выбор оптимального угла резания проводили на исходных и окисленных волокнах полиакрилонитрила диметилформамидного способа формования. Выбор этих двух типов модельных объектов обусловлен тем, что окисленные волокна [1, 2] имеют низкую прочность вдоль оси волокна [3], а значит, в этом отношении приближаются к изотропным объектам, и поэтому следует ожидать меньшей деформации таких волокон при резании, чем исходных более прочных волокон.

Методику подготовки волокон к исследованию проводили следующим образом. Пучок волокон длиной 15 мм приклеивали силикатным kleem, стойким к ацетону, спирту, эпоксидным смолам и температурам до 60°, на металлическую рамочку, изогнутую в форме буквы П. Для лучшей адгезии смолы к волокнам образцы сначала выдерживали последовательно в ацетоне, этиловом спирте и смеси эпок-аралдитовых смол с ацетоном в соотношении компонентов 1 : 2, 1 : 1, 2 : 1 в течение 60 мин. в каждой смеси. Окончательную заливку проводили в смеси эпок-аралдитовых смол и катализатора следующего состава (мл): ЭПОН-812 – 15; DDSА – 33, аралдит-М – 9; дибутилфталат – 1,0; ДМР-30 – 2.

Залитые волокна оставляли на 12 час. на воздухе и затем термостатировали при температуре 60°.

Для определения оптимального угла резания, т. е. угла, при котором срез волокна практически не деформирован или смят, было выбрано четыре направления ориентации оси волокна по отношению к режущей кромке ножа: 1) ось волокна лежит в плоскости среза и параллельна кромке ножа; 2) ось волокна лежит в плоскости среза и перпендикулярна кромке ножа; 3) ось волокна расположена под некоторым углом к плоскости среза и к кромке ножа (резание под двойным углом); 4) ось волокна перпендикулярна плоскости среза (поперечный срез).

Для более четкого выявления границ морфологических образований часть срезов волокон проправливали в тлеющем разряде аргона на турбомолекулярной установке ВАЕ 120 фирмы «BALZEPs» при непрерывном вращении объекта. Угол наклона плоскости сетки со срезами к направлению потока газа составлял 30°. Давление в системе при непрерывной подаче газа поддерживали в пределах  $1 \cdot 10^{-3}$  тор.

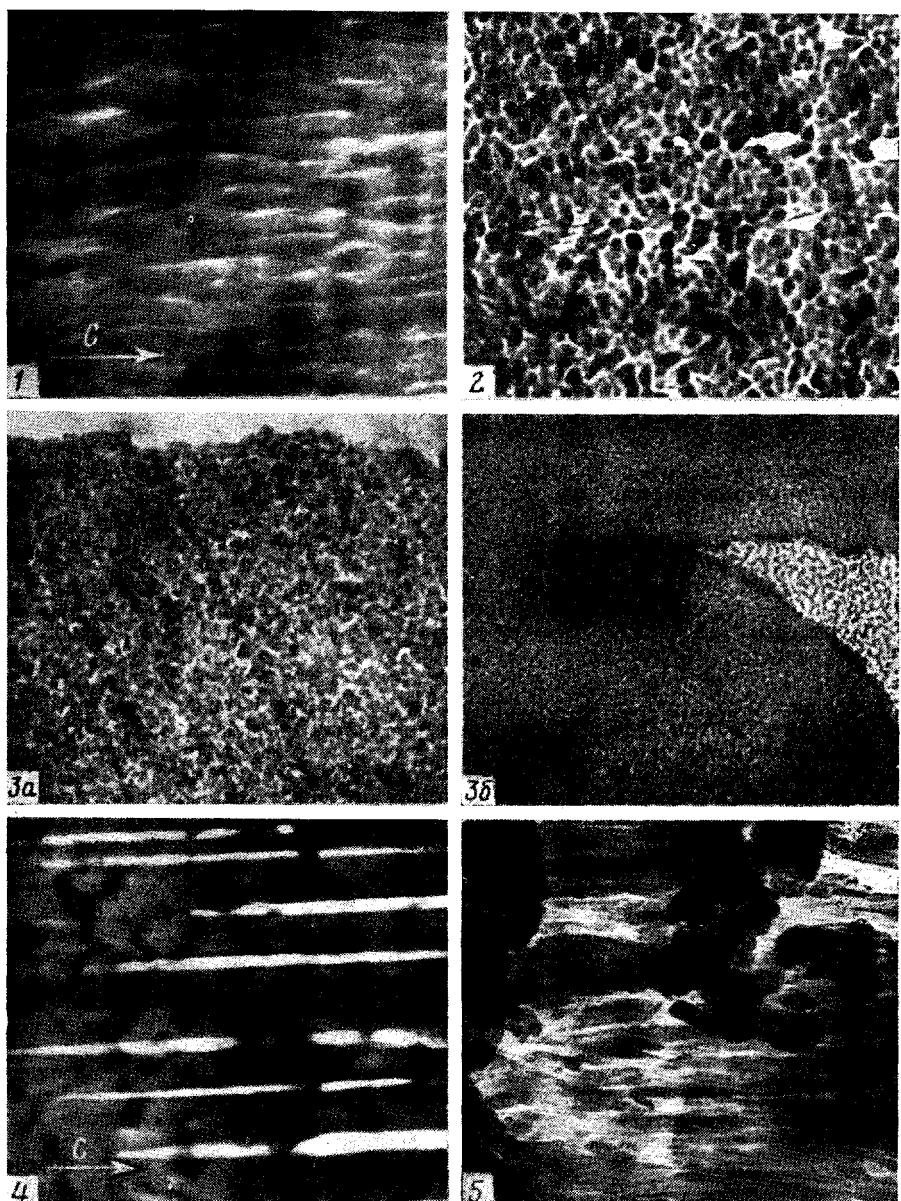


Рис. 1. Ультратонкий срез волокна, стрелкой показана ось волокна;  $\times 22\ 000$   
Рис. 2. Фрагмент поперечного среза с исходного волокна диметилформамидного спо-  
соба формования;  $\times 44\ 000$

Рис. 3. Поперечный срез с окисленного волокна до (а) и после травления (б);  
 $\times 44\ 000$

Рис. 4. Ось волокна лежит в плоскости среза и перпендикулярна кромке ножа;  
 $\times 22\ 000$

Рис. 5. Срез с исходного волокна диметилформамидного способа формования под  
двойным углом;  $\times 44\ 000$

Ток разряда для исходных волокон был равен 20 мкА, для окисленных волокон — 50 мкА при рабочем напряжении 3—5 кВ.

Детальное изучение полученных срезов в электронном микроскопе позволило выявить оптимальное взаимное расположение ножа и волокна при ультрамикротомировании. На основе статистической обработки большого количества микрофотографий были сделаны следующие выводы. Максимальная деформация волокон наблюдается в случае 1: волокно сминается в направлении резания, возникающая при этом полифибрillярная структура не соответствует реальной надмолекулярной структуре волокна. На рис. 1 представлен фрагмент среза волокна. Видна деформированная полифибрillярная структура волокна. Дефекты ножа, которые дают ряд полос, расположенных в перпендикулярном относительно ориентации волокна направлении, как видно из микрофотографии, практически не вносят дополнительного вклада в деформацию волокна при резании в выбранном направлении. В случае 4 иногда полифибрillярная структура не наблюдается. Часто наблюдается наведенная структура, совпадающая с направлением перемещения ножа, и сравнительно редко наблюдаются отдельные участки с практически недеформированной структурой (рис. 2). Указанная картина характерна для исходных волокон, на окисленных волокнах получаются срезы лучшего качества. Количество удовлетворительных срезов составляет 50—75 %. На рис. 3 представлены фрагменты срезов с окисленных волокон. После травления четко проявляются границы раздела микрофибрилл (рис. 3, б), слабо различимые на нетравленых срезах (рис. 3, а). Срезы удовлетворительного качества получаются в случае 2 и 3. В случае 2 обычно хорошо наблюдается пористая структура волокна (рис. 4). Ультратонкие срезы, получаемые при резании исследуемого объекта под двойным углом (случай 3), по-видимому, в наибольшей степени отвечают морфологии исследуемых волокон. Изучение полученных срезов в электронном микроскопе показало, что срезы исходных волокон практически не деформируются, если при резании угол между кромкой ножа и осью волокна в плоскости среза составляет 20—40° и само волокно наклонено к плоскости среза на угол порядка 5° (рис. 5). В случае жесткоцепных волокон, склонных к фибрillизации, как, например для полиакрилонитрильного волокна, информация, получаемая из продольных срезов (случай 3), в большей степени соответствует надмолекулярной структуре исследуемого образца.

Следует обратить внимание на один интересный факт, который наблюдался при ультрамикротомировании волокон. При исследовании срезов с высокориентированных полиакрилонитрильных волокон в электронном микроскопе всегда наблюдалась торцы микрофибрилл, количество которых менялось в зависимости от выбранного угла резания. Этот экспериментальный факт позволяет предположить, что микрофибрillы при резании разрываются как единое целое, происходит как бы микроскалывание волокна по микрофибрillам. При исследовании слабориентированных волокон подобной картины не наблюдалось. Дополнительное напыление золота под углом 15° на поверхность среза не выявляло рельефа поверхности. Объяснение различного поведения высоко- и слабориентированных полиакрилонитрильных волокон при ультрамикротомировании следует, вероятно, искать в различиях в прочностных характеристиках микрофибрill и межфибрillярных связок, что выходит за рамки данной работы.

Таким образом, на основании проведенного исследования можно заключить, что для успешного изучения надмолекулярной структуры акриловых волокон необходимо проводить ультрамикротомирование в нескольких направлениях, причем чрезвычайно важно правильно выбрать оптимальный угол резания. Полученные результаты могут быть с успехом применены для исследования других типов волокон и анизотропных материалов.

Поступила в редакцию  
2 VIII 1978

#### ЛИТЕРАТУРА

1. И. А. Литвинов, В. А. Каргин, Высокомолек. соед., A15, 1615, 1973.
2. И. А. Литвинов, Материалы XV Чехословацкой конференции по электронной микроскопии, Прага, 1977, стр. 14.
3. А. Т. Азарова, А. А. Конкин, В. О. Горбачева, Материалы II Международного симпозиума по химическим волокнам, т. 4, Калинин, 1977, стр. 86.

**ON THE TECHNIQUE FOR OBTAINING THE SUPER-FINE SECTIONS  
OF ACRYLIC FIBERS**

***Kulakova N. A., Litvinov I. A.***

**S u m m a r y**

The sections of a number of initial and oxidized fibres of polyacrylonitrile obtained at different angles to a fibre axis and perpendicular to this axis are investigated. It is shown that the least deformation of the polyfibrillar structure of fibres occurs at the cutting at a double angle: the angle of cutting between a knife cutting edge and a fibre axis situated in a section plane is 20–40°, and the very fibre is inclined to the section plane at the angle of an order of 5°. The results obtained can be with success applied to the study of another types of fibres and anisotropic materials.

---