

П Р О Т О К О Л

рабочего совещания специалистов СССР и ГДР по
обсуждению вопросов подготовки совместных
биологических экспериментов в космических
полетах

г.Москва, 28 ноября - 1 декабря 1982 г.

В Институте медико-биологических проблем Минздрава СССР (ИМБП) состоялось рабочее совещание специалистов СССР и ГДР, на котором был рассмотрен ход выполнения работ по подготовке совместных экспериментов по изучению влияния невесомости на взаимодействие микроорганизмов с культуральной средой (эксперименты «Структура» и «Бактериальная целлюлоза»).

В совещании приняли участие:

От ГДР - д-р Х.Пиккерт, д-р К.Заттлер (Институт технической химии ЛН

От СССР - Е.А.Ильин, Г.П.Парфенов, М.Г.Таирбеков, В.К.Голов (ИМБП МЗ СССР)

С.С.Григорян, С.А.Регирер (Институт механики МГУ)

В.И.Полежаев, Ю.Д.Чашечкин (Институт проблем механики АН СССР)

Эксперимент "Структура"

1. Специалисты СССР и ГДР обсудили результаты исследований, проведенных в ГДР в ходе подготовки эксперимента, и призвали их достаточными для проведения полетного эксперимента.

2. Сторона ГДР подготовила и передала советской стороне материалы по физико-химическим характеристикам компонентов культуральной среды.

Советские специалисты выразили удовлетворение объемом представленных данных и отметили их достаточность для проведения предварительных теоретических исследований и разработки математической модели распределения микроорганизмов в среде с полиэлектролитом.

Для более полной интерпретации результатов полетного эксперимента целесообразно в будущем дополнительно представить советской стороне данные о коэффициентах диффузии, теплопроводности, теплоемкости и поверхностного натяжения питательной среды, смешанной с полиэлектролитом

3. Специалисты ГДР изучат возможность измерения заряда и электрофоретической подвижности микроорганизмов и, в случае положительного решения, проведут эти измерения до мая 1983 г.

Кроме того, в январе 1983 г. советской стороне будут переданы ре-

зультаты оптической и электронной микроскопии осадка, получаемого в наземных экспериментах.

1. Советские специалисты информировали специалистов ГДР о результатах биотехнических испытаний прибора "Флокс" (зав.№ 06). Испытания проводились на базе ИМБП МЗ СССР в сентябре 1982 г.

4.1. Прибор "Флокс" испытан на проверку устойчивости к механическим и климатическим воздействиям.

4.2. При проверке прибора на функционирование отмечено заедание 4-из 8 штоков.

4.3. прибор "Флокс" (зав.№ 06) передал специалистам ГДР для выяснения причины возникновения проявившегося в процессе испытаний дефекта.

4.4. Специалисты ГДР в срок до 31 января 1983 г.:

- установят причину заедания штоков в процессе испытание прибора "Флокс"
- разработают мероприятия по исключению возможности возникновения дефекта в полетных образцах приборов и передадут в СССР (ИМБП МЗ СССР) необходимые материалы;
- устранят дефект в приборе "Флокс" № 06 и возвратят его ИМБП МЗ СССР для проведения повторных биотехнических испытаний.

4.5. Советские специалисты в месячный срок после получения прибора "Флокс" проведут его повторные биотехнические испытания и о результатах сообщат специалистам ГДР.

4.6. Для проверки работоспособности полетных образцов прибора "Флокс" до их заправки штатными компонентами специалисты ГДР предложили провести совместное советскими специалистами функциональные испытания приборов ? 1983 г. на базе Института технической химии АН ГДР.

5. Для обеспечения полетного эксперимента сторона ГДР поставит в СССР в специальной транспортной таре 4 прибора "Флокс" (в том числе I - СИП, I - наземный контроль) в згправлонно. * состоленн".

5.1. Заправка приборов компонентами среды и микроорганизмами должна производиться не ранее чем за 3 суток до начала полетного эксперимента.

5.2. Советская сторона сообщит о сроках поставки приборов в СССР не позднее чем за 7 суток.

Эксперимент "Бактериальная целлюлоза"

6. Специалисты СССР и ГДР продолжили обсуждение методик и целей эксперимента "Бактериальная целлюлоза" пришли к заключению о целесообразности проведения предварительных теоретических и экспериментальных исследований.

7. Советские специалисты предложили ? расширить программу наземных и космических исследований процесса образования бактериальной целлюлозы применительно к решению задач в интересах народного хозяйства, для чего;

7.1. Сторона ГДР передаст в январе 1983 г. материалы (публикации и научные отчеты) по существующим методикам проведения экспериментов по синтезу целлюлозы, данные о процессах ее образования и свойствах (степени кристаллическости, параметрах текстуры и т.п.)

7.2. Советская сторона разработает проект программы и план совместных работ (срок - март 1983 г.), направленных на выяснение:

а) влияния различных факторов (геометрии поверхности раздела газ-жидкость, вязкости и состава жидкости, вибраций, температуры, невесомости и т.п.) на процесс образования целлюлозы и ее свойства,

б) оптимальных условий процесса и технологических схем получения целлюлозы.

7.3. Стороны изучат целесообразность и необходимость привлечения к этим работам других заинтересованных организаций.

7.4. Стороны считают что разработку, обсуждение и оформление окончательной программы

исследований эк-та "Бактериальная целлюлоза" целесообразно провести до 1 декабря 1983 г.

8. На ? совещании был рассмотрен проект научно-методической записки по предлагаемым советскими специалистами исследованиям распределения одноклеточных организмов в жидкой питательной среде в условиях невесомости.

Специалисты ГДР и СССР согласились сосредоточить в настоящее время совместные усилия на подготовке экспериментов "Структура" и "Бактериальная целлюлоза", имея в виду, что результаты этих экспериментов должны быть учтены при определении целей и задач будущих исследований.

9. Результаты совместных разработок и исследований по экспериментам "Структура" и "Бактериальная целлюлоза" явятся достоянием обеих сторон и будут оформлены в виде совместных научных публикаций, заявок на предполагаемые изобретения, и т.п.

От СССР

Е.А.Ильин
Г.П.Парфенов
М.Г.Таирбеков
ВЗ.К.Голов
С.С.Григорян
С.А.Регирер
В.И.Полежаев
Ю.Д.Чашечкин

От ГДР

Х.Пиккерт
К.Заттлер

Р Е Ц Е Н З И Я
на эксперимент "Бактериальная целлюлоза"

Замысел предлагаемого эксперимента очень интересен. Коль скоро бактериальная целлюлоза производится на границе раздела жидкой газовой фаз, то результаты эксперимента будут не тривиальными, т.к. разделение фаз - гравитационно-зависимый, конвекционный процесс. Утверждение, что структурное оформление целлюлозных волокон, в основном, происходит под влиянием силы тяжести является преувеличением. Основное влияние оказывают все-таки силы электромагнитного молекулярного взаимодействия. Но вполне правомерно ожидать, что в условиях невесомости могут возникнуть целлюлозные волокна со специфической структурой и необычными техническими свойствами. Может быть в ходе эксперимента следует исключить основательное встряхивание сосудов, необходимое для образования высокодисперсной смеси газо-жидкости. Может быть более интересные результаты будут получены, если разделение жидкой и газовой фаз в невесомости и зависящий от него синтез целлюлозы, будут проходить сами собой, естественно.

Ст.научн.сотр., канд.биол.наук

/Парфенов Г.П./

РЕЦЕНЗИЯ
на эксперимент "Структура"

Данный эксперимент хорошо продуман и имеет здоровую научную основу.

Предлагается изучить агрегацию полиэлектролита на поверхности микроорганизмов в условиях невесомости. Совершенно очевидно, что как дисперсия флоколлирующего вещества в жидкой фазе, так и распределение бактериальных клеток, являются гравитационнозависимыми. Прохождение этого процесса в условиях невесомости, по мнению авторов, должно привести к образованию структуры с идеальной геометрией. Можно думать, что идеальная геометрическая структура будет получена только в том случае, если в невесомости возникнет "идеальное" распределение жидкой и газовых фаз, а также бактериальных клеток и полиэлектролитов. А что такое "идеальные" распределения, наверное, мы пока не можем описать в строгих физико-химических терминах. Следует надеяться, что проведение эксперимента будет полезно, также и в этом отношении.

Ст. научн. сотр., канд. биол. наук

/Парфенов Г.П./

Р Е Ц Е Н З И Я
на эксперимент "Лучевые (радиационные) мутации"

Исследователи из Института селекции растений в Кветленбурге пред-
лагают регистрировать генетические изменения в воздушно-сухих семенах
ячменя после космического полета. Всегда подкупает простота этих экс-
пе-
риментов. Нет ничего проще, чем поместить семена на борт космического
аппарата в любой подходящей таре. Видимо, именно поэтому опытов с су-
хими семенами, в том числе и с ячменем, был проведен не один десяток.
Выводы из этих экспериментов, несмотря на некоторые противоречия,
впол-
не определены: факторы космических полетов существенно не влияют на
частоту цитогенетических изменений и не модифицируют радиационных
мута-
ции. Теоретически этот результат был предсказан в 1935 году Г. Мёлле-
ром относительно влияния галактического космического излучения, и в
1965 году О.Газенко и Г.Парфеновым относительно влияния невесомости.

Несмотря на все вышесказанное, предложение немецких генетиков
следует поддержать. Дело в том, что они обещают проанализировать семе-
на ячменя на возникновение мутаций во втором и третьем поколении. Со-
ветские генетики ограничились только цитогенетическим анализом. Про-
вести генетическое исследование в прямом смысле этого слова у них так
и не нашлось времени. Единственным исключением является опыт с араби-
допсисом на борту "Космоса-1129", который имел некоторые недостатки.

Старший научный сотрудник,
канд. биол. наук

/Парфенов Г.П./

РЕЦЕНЗИЯ
на эксперимент "Размножение вирусов"

Единственным основанием для эксперимента является утверждение авторов научно-методической записки "под влиянием невесомости не включено, что процессы метаболизма, обеспечивающие резистентность (к вирусным инфекциям), будут протекать с изменениями".

Вся сумма теоретических и экспериментальных данных о метаболизме растений в невесомости не позволяет согласиться с этим утверждением. Можно думать, что при изучении распространения вирусной инфекции на растения в невесомости могут быть получены интересные, неожиданные данные. Однако сейчас, когда отсутствуют приборы и системы, которые позволили бы выращивать высшие растения в течение времени, достаточного для смены поколения, исследование распространения вирусной инфекции и резистентности к нему, кажутся преждевременными. Тем более, что для них не видно серьезных теоретических оснований.

Старший научный сотрудник,
канд. биол. наук

/Парфенов Г.П./

Р Е Ц Е Н З И Я

на эксперимент "Вариация (изменчивость) вируса"

Авторы научно-методической записки рассчитывают, что в условиях невесомости изменится количество активно-функционирующих фрагментов генома вируса мозаики гельминтоспореоза ячменя. Авторы записки далее пишут, что "количество фрагментов генома изменяется в определенных, но неизвестных условиях". Видимо, предполагается, что невесомость и будет как раз таким условием. Эксперименты с вирусами бактерий, растений и человека в невесомости дали отрицательный результат, то есть изменчивости вирусов после космических полетов не наблюдали. Этого и следовало ожидать, исходя из всего того, что мы знаем о влиянии факторов окружающей среды на молекулярные генетические процессы.

Старший научный сотрудник,
канд.биол.наук

/Парфенов Г.П./

Р Е Ц Е Н З И Я

на эксперимент "Дифференцировка-эмбриогенез"

Как это видно из научно-методической записки, предлагается изучать влияние невесомости на клеточные структуры спаржи, моркови и томатов в темноте и при освещении. Из записки не видно, что принципиально нового будет в предлагаемые эксперименты по сравнению с опытами на биоспутниках "Космос-782" и "Космос-1129", проведенных Р.Бутенко с сотрудниками и Ф.Стюардом с сотрудниками на культуре моркови. Их результаты были совершенно определенные: невесомость не повлияла на соматический эмбриогенез, дифференцировку и органогенез. Кроме того, можно ожидать, что необходимость освещения с интенсивностью 6000 люкс для световой засти опыта натолкнется на значительные технические трудности.

Составители записки совершенно правы, что "полное уничтожение силы тяжести с помощью эксперимента на Земле невозможно", однако, полная компенсация действия силы тяжести на растения, вполне возможна. Это подтверждается постоянным совпадением результатов в опытах с растениями в невесомости и на клиностагах.

Старший научный сотрудник,
канд.биол.наук

/Парфенов Г.П./

РЕЦЕНЗИЯ
на предложения ГДР по проведению
в космических полетах экспериментов
"Репарация клеток" и "Спектр лимфоцитов".

Эксперименты предлагает для совместного выполнения с ИМБП Центральный институт молекулярной биологии АН ГДР.

Целью первого эксперимента является проверка наблюдения, сделанного ранее немецкими специалистами на лимфоцитах космонавта Зигмунда Йена. Получены данные, согласно которым энзиматическая система репарирующая повреждения ДНК, в условиях реального космического полета работает недостаточно эффективно.

Наблюдение представляет серьезный интерес и заслуживает проверки. Технология эксперимента достаточно полно продумана и может быть обеспечена специалистами ГДР. Начальные этапы (взятие крови и выделение лимфоцитов на градиенте плотности) могут быть выполнены сотрудниками ИМБП. Для выполнения эксперимента требуется 10 мл венозной крови, взятой у космонавтов до и после полета.

Исследования по второй теме соответствуют как проблемам современной клеточной иммунологии, так и задаче оценки состояния иммунной системы космонавтов.

Наиболее важным и перспективным разделом программы является предложение о создании моноклональных антител с использованием гибридной техники, которые необходимы для тестирования маркеров поверхности субпопуляций лимфоцитов человека. Однако в рецензируемом проекте эксперимента отсутствует указание, какие лаборатории будут создавать гибридомы и моноклональные антитела, а также какие маркеры лимфоцитов человека предполагается исследовать. Для достижения конкретной договоренности по второму эксперименту необходимо получить от немецкой стороны разъяснения по поводу этих двух вопросов.

Выполнение второго эксперимента, по мнению авторов проекта, возможно после получения мазков крови, взятой из пальца у космонавтов до, во время и после космического полета, после чего стекла с мазками подсушиваются и доставляются в лабораторию.

Доктор мед.наук

И.В.КОНСТАНТИНОВА

" " _____ 1981 г.

Об эксперименте "ТКАНЕВАЯ КУЛЬТУРА П"

Накопленный к настоящему времени экспериментальный материал цитологических и цитофизиологических исследований тканевых культур, экспонировавшихся на различных космических кораблях, позволил сделать важные для космической биологии выводы о том, что ФКП и, в первую очередь невесомость, не оказывают губительного действия на изолированные клетки млекопитающих. Рост тканевых культур в условиях невесомости происходит без видимых сдвигов основных физиологических процессов и структурной организации клеток, в том числе, генетического аппарата. Последний оказался интактным по отношению к невесомости - исследованные цитогенетические показатели ("геномные", хромосомные и генные мутации) не выходят за пределы спонтанного мутирования. Несмотря на вышеуказанное, в странах, участвующих в космических исследованиях, существуют перспективные программы дальнейшего использования культур клеток и тканей в полетных экспериментах для решения ряда вопросов космической биологии.

На основе анализа имеющихся материалов можно полагать, что основными задачами будущих "космических" экспериментов с тканевыми культурами станут изучение ранее неисследованных процессов, явлений и вопросов, на которые до сих пор не получено однозначного ответа. Такими, по нашему мнению, являются:

- 1, темпы клеточного размножения в условиях невесомости; отдельно должен быть решен вопрос об интенсивности репродукции вирусов;

- 2, состояния мембранных структур у клеток, "родившихся" в

усло-

виях космического полета;

3, особенности минерального обмена клеток в невесомости;

4, исследования цитоскелета – структур, интенсивно изучающихся в последние годы. Цитоскелет представляет собой совокупность актин-

и миозинсодержащих фибриллярных образований, обеспечивающих кинетику

клеток.

Предлагаемый эксперимент в соответствии со сказанным выше не-

сомненно заслуживает внимания и должен быть осуществлен. Он позво-

лит получить дополнительные сведения к уже имеющейся информации,

а также оригинальные данные о практически неизученных структурах и процессах (структуры клеточной оболочки, репродукция вируса и т.д).

Некоторые вопросы по предлагаемому эксперименту нуждаются в

дополнительном обсуждении, что можно будет сделать при рассмотрении

программы эксперимента. В частности, недостаточно убедительно аргу-

ментирсвана смена объекта исследования (клетки человека вместо

исследовавшихся ранее клеток линии 79-4 китайского хомячка).

Вопрос об интенсивности размножения клеток в условиях невесо-

мости требует параллельного изучения роста в невесомости культур клеток, свободных от вирусных инфекций, и клеток спонтанно размножающихся в суспензии (например, клетки лимфобластомы).

Суспензион-

ные культуры более применимы для определения темпов клеточного де-

ления в условиях полета, где конвекционные потоки отсутствуют.

Представляется целесообразным при рассмотрении программы обсу-

дить вопрос об уменьшении числа изучаемых тестов. Следует определить наиболее важные с тем, чтобы получить экспериментальные данные,

пригодные для количественной оценки изучаемых показателей.

Рассмот-

реть возможность одновременного экспонирования в полете двух разных

клеточных линий. Советская сторона может взять на себя выбор и от-

работку условий культивирования клеток в суспензии. Для этого потребуется не более 6 месяцев с момента согласования программы.

Зав.лабораторией 86

/Ф.З.Сушков/

7 сентября 1981 г.

Рецензия на эксперимент "Основные клетки костного мозга"

Исследование свойств стволовых кроветворных клеток костного мозга в невесомости проводилось в ИМБП на крысах с биоспутников "Космос-605, 630, 782, 936, 1123 (Швец В.Н., Дружинин Ю.П., Вацек А.). Эти первые работы показали, что популяция стволовых клеток крови не остается безучастной к факторам космического полета (ФКП). Обнаружено, что количество и дифференцировка этих клеток нарушается. Остается неясным, связаны ли указанные изменения с прямым влиянием ФКП или они опосредованы через изменение функции других заинтересованных систем организма. Высказана гипотеза, что нарушение дифференцировки стволовы:

клеток (в частности, ослабление эритроидной дифференцировки) в невесомости связано с дисфункцией костно-мышечной системы. Согласно другой гипотезе, изменение эритропоза в космическом полете обусловлено нарушением лимфоидного (иммунного) механизма регуляции кроветворения.

Из выше сказанного следует, что для расшифровки механизма нарушения количества и дифференцировки стволовых кроветворных клеток в невесомости необходимы дальнейшие исследования не только *in vivo*, но и *in vitro*. Однако в последнем случае пока не разработаны методы, позволяющие выращивать стволовые клетки в условиях, свободных от регулирующего влияния целостного организма, используемые в мировой практике методы клонирования кроветворных клеток *in vitro* позволяют выявлять свойства только коммутированных клеток, дифференцировка которых в том или другом направлении уже predetermined. В этой связи предлагаемый эксперимент "Основные (лучше стволовые) клетки костного мозга" является преждевременным и его следовало бы обозначить как эксперимент по "Культивированию кроветворных клеток". В такой интерпретации прове-

дение эксперимента является целесообразным, тем более в программе сотрудников ГДР планируется оценивать макрофагально-гранулоцитарные

колонии, которые формируются коммитированными клетками, а не стволовым.

Указанный эксперимент является актуальным, поскольку он затрагивает вопрос о физиологических механизмах, регулирующих и контролирующих гистогенез кроветворения в невесомости. Знание этих механизмов даст возможность правильно оценить и прогнозировать гематологические сдвиги, возникающие у человека в космическом полете.

При ознакомлении с программой создается впечатление, что специалисты из ГДР скромно ограничивают круг своих задач, и это понятно, так как изучение функции костного мозга в невесомости является сложной и большой проблемой. В связи с этим нам представляется важным проведение комплексного исследования по изучению кроветворения в космическом полете. Подобная программа должна затрагивать все звенья системы крови (лимфоидную, миелоидную и стромальную ткани, а также соединительнотканые элементы).

В дополнение к программе "Основные клетки костного мозга" можно предложить для обсуждения вопросы, имеющие научное значение для космической биологии и медицины. К ним относятся следующие:

1. Количественная оценка клеток крови и кроветворных органов с помощью анти-стволовой, анти-Т и анти-В-сывороток.
2. Получение чистых популяций стволовых клеток, Т- и В-лимфоцитов путем сортировки этих клеток разными методами с целью оценки их функционального состояния.
3. Изучение характера дифференцировки стволовых и коммитированных клеток методом клонирования в разных экстремальных условиях.
4. Исследование взаимосвязи между стромальной и кроветворной тканями.
5. Состояние соединительнотканых элементов, входящих в состав кроветворных органов.
6. Поиск и апробирование биологически активных препаратов, влияющих на пролиферацию и дифференцировку стволовых клеток, Т- и В-лимфоцитов

Ответ на поставленные вопросы позволит достичь конечной цели - вскрыть патогенетический механизм нарушения кроветворения в невесомос-

ти и в соответствии с этим разработать профилактические мероприятия, направленные на сохранение функции системы крови в длительных космических полетах.

На основании изложенного выше ИМБП может оказать техническую и орга
низационную помощь в проведении эксперимента "Культивирование кроветворных клеток" в краткосрочных полетах. Дополнительные вопросы, предлагаемые для рассмотрения, могут быть решены совместно в лабораторных условиях после согласования программы.

Зав. лабораторией
доктор биологических наук

Швец В.Н.

15.09.81 г.

Эксперимент "Структура"

Содержание

1. Общие основы полиэлектролит - флокуляции
2. Цель эксперимента "Структура"
3. Ход решения проведения эксперимента
4. Развитие аппаратуры для проведения эксперимента в космических условиях
5. Методика обработки

1. Общие основы полиэлектролит - флокуляции

Возможности для флокуляции суспендированных бактерий существенно определяются свойствами внешнего ограничения клеток бактерий. Так как бактерии вообще имеют отрицательный заряд, то их флокуляция за счет реакций с противоположно заряженными коллоидами, например с катионными полиэлектролитами, является возможной. При отсутствии или недействии электростатического заряда бактерий эта возможность флокуляции отпадает.

В последние годы усилилось применение полиэлектролитических флокулирующих средств в различных областях применения. То же самое справедливо при исследованиях для разработки теории о механизме полиэлектролит - флокуляции. Для полиэлектролит-флокуляции - как и для каждого процесса - начальное и конечное состояние системы является исходной точкой всех обсуждений. Начальное состояние системы характеризуется тем, что имеются:

1. Суспензия частиц
2. Раствор полиэлектролитического флокулирующего средства. Полиэлектролит растворен в жидкости, которая по возможности подобно суспендирующему средству, но которая по крайней мере должна быть смешиваемая с ним и объем раствора полиэлектролита значительно меньше объема суспензии частиц. Решающим фактором для конечного состояния системы является присутствие хлопьев, состоящих из много тысяч до миллионов частиц в суспендирующей жидкости. Переход с начального состояния в конечное состояние происходит в элементарных шагах, непосредственно связанных между собой. Как механизм полиэлектролитической флокуляции предполагается образование поперечных связей полимера. Тем, что две или несколько суспендированных частиц совместно несут длинные цепи молекул полимера, т.е. их адсорбируют, они физически держатся вместе и образуют зародыш хлопьев, дальнейшей адсорбцией и образованием поперечных связей происходит построение хлопьев до окончательной величины. Из этих представлений вытекает следующая схема реакции:

1. Дисперсия раствора флокулирующего средства в жидкой фазе суспензии
2. Диффузия флокулирующего средства к поверхности раздела твердой и жидкой фаз
3. Адсорбция флокулирующего средства на поверхности раздела твердой и жидкой фаз
4. Столкновение частицы, несущей адсорбированную молекулу полиэлектролита с другой частицей
5. Адсорбция этой молекулы полиэлектролита на второй частице с образованием поперечной связи полимера
6. Последовательная адсорбция и последовательные столкновения, и дальнейшее образование поперечных связей, ведущие к построению конечных хлопьев

Адсорбция полиэлектролитов является необратимым процессом. Для того, чтобы достигать одновременную адсорбцию добавленного флокулирующего средства эффективное диспергирование флокулирующего средства в фазе суспензии является необходимым.

2. Цель эксперимента "Структура"

Сила тяжести оказывает влияние на внутреннюю геометрию, на взаимное положение и на положение в пространстве образованных хлопьев. Попытка противодействовать воздействию силы тяжести в наземных условиях, приводит к частичному или полному разрушению образованных хлопьев.

Приведение этого процесса в условиях, близких к невесомости, исключит такие влияния и должно было бы приводить к формированию идеально сшитых образований. Путем обработки космического эксперимента и сравнения при этом полученных результатов с результатами эксперимента, который был проведен в наземных условиях, можно прийти к дальнейшим выводам относительно характера взаимодействий между бактериями и органическими полиэлектролитами и о внутренней структуре образованных хлопьев.

При помощи результатов эксперимента "Структура" можно обсудить возможности производства устойчивых, высокопористых и пространственно определенных тел из фиксированных микроорганизмов при получении их производительности. Эти специальные образования могли бы найти применение в качестве высокоактивных катализаторов для специфицированных синтезов продуктов или для управляемого производства ферментов и гормонов.

3. Ход решения для проведения эксперимента

3.1 Выбор микроорганизма

Для проведения эксперимента "Структура" должен быть в распоряжении микроорганизм, поверхность клетки которого имеет отрицательный электростатический заряд, который допускает реакцию с катионным полимерным флокулирующим средством. Из подборки штаммов ИТХ был выбран штамм бактерий *Methylosinus spec.*, который представляет собой требующийся ассимилятор метана серинового вида обмена веществ. Его отрицательный заряд поверхности определяется электрофоретической подвижностью.

3.2 Выбор органического полиэлектролита

В качестве катионного полимерного флокулирующего средства применяется поли-диметилдиаллилхлорид аммония (*Poly-DMDAAC*), который был разработан и изготовлен в Институте химии полимеров Тольтов-Сеехоф.

Из химической структуры гомополимеризата следует, что положительный заряд квартарного - N - атома не зависит от водородного показателя pH.

Флокулирующее средство применяется в концентрации 3% относительно концентрации сухого вещества бактерий.

Сразу после добавления Флокулирующего средства начинается флокуляция.

3.3 Выбор реактивов полимеризации

Для фиксации развитого состояния хлопьев применяется известный с диск-электрофореза "Cyanogum". Он представляет собой смесь из 95% акриламида и 5% метиленбисакриламида. Он растворяется с 10%-ой концентрацией в суспензии бактерий. Присутствие мономера в растворе не влияет на реакцию между суспендированными клетками *Methylosinus spec.* и катионным полиэлектролитом. После образования флокул вследствие добавления *Poly-DMDAAC* добавлением следов тетраметиленамина и инициатора персульфат аммония мономеры акриламид-метиленбисакриламид полимеризуются в полутвердый гель.

4. Развитие аппарата для проведения эксперимента "Структура" в космических условиях

Аппаратура состоит из 4 независимо друг от друга металлических реакционных сосудов одинаковой конструкции, смонтированные на рамке из алюминия.

Каждый реакционный сосуд представляет собой 3-камерную систему.

На более большой камере (цилиндр, $d = 25$ мм, $h = 35$ мм) находятся 3 меньшие камеры (цилиндр $d = 10$ мм, $h = 20$ мм) с подвижными порциями, носящими на концах перерированные капилляры. Поршни рукояткой можно вертикально передвигать. Соединение между двумя меньшими камерами и большей камерой, служащей реакционной камерой, в начале эксперимента запрещается фольгой из РТ ?. В большей камере находится суспензия бактерия, включая мономеров, необходимых для реакции фиксации. В первом меньшем цилиндре хранятся водный раствор флокулирующего средства, во второй - водный раствор инициатора. Нажатием на рукоятки поршней можно проделывать отверстие в фольге капилляром, находящимся на конце поршня и таким образом можно дозировать флокулирующее средство для запуска реакции флокуляции и инициатор для запуска реакций полимеризации для фиксации всего содержимого реакционной камеры.

Рама, несущая 4 реакционных сосуда, находится в корпусе из листовой стали с габаритами 67x72x180 мм.

Общий вес аппаратуры наполненной реактивами составляет 730 г.

5. Методика обработки

Для обработки эксперимента вынимают укрепленное содержимое из реакционной камеры.

Делаются разрезы в трех пространственных плоскостях, затем они готовятся для фотографии оптическим и электронным микроскопом. На полученных снимках измеряют расстояния между хлопьями и с микроорганизма до макроорганизма. Из полученных данных восстанавливается внутренняя структура хлопьев и конструкция скопления хлопьев. Результаты проведения экспериментов в условиях, близких к невесомости и в наземных условиях изображаются моделью.

Взаимодействия поверхностей микроорганизмов с синтетическими органическими полиэлектролитами (эксперимент "структура")

1. Основные положения

Можно констатировать взаимодействия между образовавшимися активными центрами поверхностей микроорганизмов и носителями заряда органического полимерного электролита.

Как для каждого другого процесса и для этой реакции исходным пунктом всех рассмотрении является начальное и конечное состояние системы. Начальное состояние системы отличается тем, что имеются суспензия из отдельных частиц (микроорганизмов) и раствор органического полимерного электролита. Для конечного состояния системы определяющим критерием является наличие структурированных агломератов, состоящих из отдельных частиц, в жидкости суспензии. Предполагается, что в основе механизма взаимодействия поверхностей микроорганизмов с полиэлектроли-

тами лежит образование полимерных мостиков. Вследствие того, что две суспендированные частицы или несколько из них совместно несут длинные цепи полимерных молекул, это значит адсорбируют, они физически держаны вместе, и тем самым образуют зародыши хлопав. Путем дальнейшей адсорбции и образования мостиков осуществляется построение агломератов до тех пор, пока они достигают их окончательных размеров. Адсорбция полиэлектролитов является необратимым процессом.

2. Цель эксперимента

Образованные агломераты находятся под воздействием гравитации, что влияет на их внутреннюю геометрию, их положение друг к другу и их положение в пространстве. Попытка, в земных условиях противодействовать влиянию гравитации путем подачи энергии ведет к частичному или полному разрушению структурированных агломератов. Осуществление процесса взаимодействия поверхностей микроорганизмов с органическими полиэлектролитами в условиях близко от O_g позволяет почти исключить

такие воздействия.

Поэтому целью этого физико-химического эксперимента являлось образование идеально структурированных агломератов микроорганизмов в условиях близко от O_g .

На основе полученных результатов из космического эксперимента и их сравнения с результатами проведения опыта в земных условиях должны быть обсуждены возможности изготовления стабильных, высокопористых и определенных в их пространственном расположении тел из зафиксированных микроорганизмов или других биологически активных материалов.

Такие тела могли бы быть использованы, например в медицине, в качестве имплантантов для определенного синтеза ферментов и для снабжения живых организмов ферментами.

3. Способ решения для проведения эксперимента

3.1. Выбор микроорганизма

Для осуществления взаимодействия микроорганизмов с полиэлектролитами требуется использования микроорганизма, поверхность которого имеет электростатические заряд. Из коллекции штаммов Института технической химии имеется в распоряжении штамм бактерии *Methylosinus spec*, который является облигатным метаниспользующим штаммом с сериновым путем обмена веществ, у *Methylosinus spec*, отрицательный поверхностный заряд, который был определен путем электрофоретической подвижностью.

монополимеризата этого соединения вытекает, что положительный заряд четвертичного атома азота независимый от величины рН. Сразу после добавления полиэлектролита к суспензии бактерии начинается образование хлопьев.

Исходя из концентрации биомассы от 0,5 до 1,0 мг на мл суспензии, концентрация полиэлектролитов в размере 1,5 % в пересчете на абсолютно сухую биомассу представляет собой оптимальную концентрацию.

3.3. Выбор веществ полимеризации

Чтобы оценить результат взаимодействия поверхностей микроорганизмов с полиэлектролитом в условиях близко от O_g . требуется исключить влияние отрицательного ускорения при приземлении космического корабля и в следующем влияние гравитации. Это достигается фиксированием состояния после проведения реакции между микроорганизмом и полиэлектролитом. Фиксирование представляет собой реакцию полимеризации, которая из-за образования геля ведет к упрочнению общего содержания реакционного сосуда.

Для этого применяется известное из диск-электрофореза вещество

"**Cyanogum**" . Оно представляет собой смесь из 95 % акриламида и 5 % метилен-бисакриламида. "**Cyanogum**" в концентрации 10 % растворяется в суспензии бактерий. Наличие вещества "**Cyanogum**" в растворе не оказало влияния на реакцию между суспендированными клетками **Methylosinus spec**, и катионным полиэлектролитом.

После реакции между клетками бактерий и полиэлектролитом, в результате которой образуются структурированные агрегаты посред-

ством добавления следов тетраметиленамина и персульфата ам-

мония вызывается полимеризация вещества "**Суаногум**" к гелю.

4. Аппаратура для проведения эксперимента

Реакционный сосуд представляет собой трехкамерную систему. На

одной большей камере (в виде цилиндра диаметром 25 мм и высотой 35 мм) установлены две более маленькие камеры (в виде

цилиндра диаметром 10 мм и высотой 28 мм), которые были оснащены подвижными кольбами, которые на их концах носят перфорированные пустотельные иглы. Кольбы можно двигать в вертикальное направление посредством рукоятки. Связь между обоими более маленькими цилиндрами и большим цилиндром, служащим реакционным пространством, в начале опыта прерывается фольгой из политетрафторэтилена.

В реакционном пространстве (большом цилиндре) находятся суспензия бактерий, а также требуемые для фиксирования мономеры (**Суаногум**)

В первом более маленьком цилиндре сохраняют водный раствор органического полиэлектролита и во втором водный раствор инициатора реакции полимеризации (персульфата аммония).

Достаточно нажать на рукоятки колб, чтобы с помощью установленной на конце кольбы пустотельной иглы протолкнуть через фольгу, чтобы независимо друг от друга дозировать полиэлектролит для реакции взаимодействия с бактериальными клетками, а также инициатор реакции полимеризации для упрочнения общего содержания реакционного пространства.

Аппаратура состоит из четыре независимых друг от друга реакционных сосудов одинакового построения, которые были смонтированы на одной рамке. Рамка находится в корпусе (внешние размеры составляют 67 x 72 x130 мм). Общий вес заполненной веществами аппаратуры составляет примерно 730 г.

5. Метод оценки эксперимента

В аппаратуре параллельно проводятся четыре варианта опыта:

Первый вариант: Суспензия бактерии
Вещества для полимеризации
(Упрочнение содержания реакционного сосуда)
Полиэлектролит

Второй вариант: Суспензия бактерии
Вещества для полимеризации
(Упрочнение содержания реакционного сосуда)

Третьим вариант: Суспензия бактерий
Вещества для полимеризации
(Нет упрочнения содержания реакционного
сосуда)
Полиэлектролит

Четвертые вариант: Суспензия бактерий

Упрочненное содержание реакционного сосуда первого и второго вариантов поразделяется по высоте на определенные зоны и подготавливаются препараты для свето-микроскопической оценки (фазовоконтрастных снимок). Таким образом структурный результат взаимодействия микроорганизмов с полиэлектролитом сделан доступным для оценки. Из содержания реакционных сосудов третьего и четвертого варианта изготавливают препараты в целях проведения электронно-микроскопической оценки. Из этих снимок должны быть определены воздействия веществ на морфологию бактерий, в частности на их поверхностные структуры во время эксперимента. Осуществляется сравнение всех результатов, полученных при проведении эксперимента в условиях близко от 0_{σ} и в условиях 1_{σ} , а также описание результатов-на модели.

ПРОТОКОЛ

рабочего совещания специалистов СССР и ГДР по
обсуждению вопросов подготовки совместных
биологических экспериментов в космических полетах

г.Москва, 9-11 февраля 1983 г.

В Институте медико-биологических проблем Минздрава СССР,
Институте механики МГУ и Институте проблем механики АН СССР
со-
стоялось рабочее совещание специалистов СССР и ГДР, на котором
бил рассмотрен ход выполнения работ по подготовке совместных
экс-
периментов по изучению влияния невесомости на взаимодействие
микроорганизмов с культуральной средой (эксперименты
"Структура"
и "Бактериальная целлюлоза").

В совещании приняли участие:

От ГДР - Х.Пиккерт, Р.Ротер (Институт технической химии АН ГДР)

От СССР - В.И.Милявский, Г.П.Парфенов, М.Г.Таирбеков,

В.К.Голов,

Н.М.Тихонравова, В.И.Фофанов, В.И.Мышко, В.И.Сафонов

(ИМБП МЗ СССР)

С.С.Григорян, С.А.Регирер (Институт механики МГУ)

В.И.Полежаев, В.А.Кондрашов (Институт проблем меха-
ники АН СССР).

Специалисты СССР и ГДР продолжили обсуждение хода подготовки
некоторых физико-химических и гидродинамических процессов в
экс-
перименте "Структура".

I. Сторона ГДР передала советской стороне материалы по
результатам анализа дефекта, проявившегося в процессе испытании
прибора
"флоркс" № 06 в сентябре 1982 г. в СССР.

1.1. Специалистами ГДР установлено, что из-за самопроизвольной полимеризации мономера до твердого пористого состояния в зоне мембран подвижность некоторых штоков прибора "Флокс" № 06 исключалась.

1.2. Полимеризация одного из компонентов заправки прибора вызвана нештатным длительным (с июля по сентябрь 1982 г.) хранением прибора в заправленном состоянии при температуре 20°С.

1.3. Специалисты ГДР подтвердили, что полетные образы прибора "Флокс" не требуют доработок.

Самопроизвольная полимеризация компонентов в процессе проведения полетного эксперимента "Структура" исключается, так как общее время эксплуатации прибора при температуре 20-25°С не превышает 3 суток до проведения штатных операций при допустимой длительности 7 суток.

2. Советской стороне был передан прибор "Флокс" № 06 в снаряженном состоянии для проведения повторных биотехнических испытаний.

3. Советская сторона до конца февраля 1983 г. проведет повторные биотехнические испытания прибора "Флокс" № 06. В периодах между испытаниями прибора его хранение будет осуществляться при температуре 0 ÷ +4°С.

О результатах испытаний советская сторона сообщит перепиской.

По окончании испытаний прибор будет передан специалистам ГДР

для
анализа.

4. Стороны подтвердили, что для обеспечения полетного экспе-

римента "Структура" сторона ГДР поставит в СССР:

- 2 прибора "Флокс" в апреле 1983 г. для обучения операторов;

- 4 прибора "Флокс" в заправленном состоянии в специальной транспортной таре в сроки по согласованию.

5. Стороны подтвердили необходимость проведения приемо-сда-

точных и функциональных испытаний полетных образцов приборов и

совместного контрольного эксперимента во II-м квартале 1983 г.

6. Специалисты СССР и ГДР признали целесообразным провести

модельные исследования гидродинамических процессов в приборе "Флокс" с использованием методов кино-фоторегистрации.

Специалисты ГДР изучат возможность реализации этих исследований в рамках подготовки эксперимента "Структура".

7. Специалисты ГДР передали научные отчеты и публикации, представляющие интерес для проведения теоретических исследований и разработки математической модели распределения микроорганизмов в среде с полиэлектролитом, а также перечень литературы применительно к эксперименту "Бактериальная целлюлоза".

8. Стороной ГДР передан отчет о работе Рабочей группы

ГДР по космической биологии и медицине в 1982 г., а также материалы с результатами исследований по размножению метилассимилирующих бак терий в условиях Земли и невесомости для рассмотрения возможности их опубликования в СССР.

От СССР

В.И.Милявский

Г.П.Парфенов

И.Г.Таирбеков

В.К.Голов

Н.М.Тихонравова

С.С.Григорян

С.А.Регирер

В.И.Полежаев

В.И.Фофанов

От ГДР

Х.Пиккерт

Р.Ротер

1. Исследования по образованию бактериальной целлюлозы бактериями *Acetobacter xylinum* окт./1983 г.

Работа описывает биохимические и микробиологические основы эксперимента и охватывает следующие пункты:

- 1) Обобщение до сих пор имеющихся знания о структуре и синтезе целлюлозы бактериями *A. xylinum*.
- 2) Выявление микроструктуры целлюлозных волокнистых слоев в условиях природной и повышенной гравитации.
- 3) Выявление механизма синтеза и образования целлюлозных волокнистых слоев.

Оба комплекта (2 и 3) включают применение различных методов анализ, как например, метод измерения вязкости, хроматографии, электронно-микроскопических снимок, седиментационных исследований, дифракции рентгеновских лучей, исследования ядерного магнитного резонанса, доказательства ферментов. Кроме того требуется постоянно уточнить поставленные задачи.

- 4) Цель и обоснование эксперимента в условиях невесомости.

2. Разработка опытной аппаратуры июнь/1985 г.

Исходя из сведений о требованиях и стабильности культуры *Acetobacter vinelandii* и из во время эксперимента проводимых анализов (фотографических снимок по заданной схеме) и учитывая подробные заданные условия (вес аппаратуры, возможность хранения реакционных кювет), будет разработана и построена аппаратура для проведения опытов.

3. Испытание опытной аппаратуры дек./1985 г.

4) Определение и испытание опытного режима

Исходя из специфического построения опытной аппаратуры, из проводимых в условиях невесомости приемов работы и заданных возможностей, будет разработан и опробован опытный режим, который подробно описывает, как осуществляется

- заполнение и засев опытных кювет в лаборатории.
- сборка аппаратуры
- транспортировка на космодром и космическую станцию.
- начало эксперимента.
- текущий контроль аппаратуры и фотосъемка реакционных кювет
- окончание эксперимента.
- хранение до транспортировки в лабораторию.
- транспортировка в лабораторию в целях оценки опыта.

5) Проведение опыта казалось бы возможным с сентября 1986 г.

Г. Тарареев Г.П

№	Наименование этапов работ	Страны-испол	Сроки
1.	исследование роли силы тяжести в росте и развития. Общесбиологическое дование	СССР	
1.1	Изучение влияния невесомости на взаимодействие микроорганизмов с полимерами (эксперименты "Структура" и "Бактериальная целлюлоза")		
1.1.1	Подготовка полетных образцов приборов "Блок" для проведения экспериментов "Структура"	ГДР	II кв. 1983 г.
1.1.4	Разработка и согласование программы исследований в эксперименте "Бактериальная целлюлоза"	ГДР СССР	IV кв. 1983 г.
1.1.5	Отработка методики проведения экспериментов "Бактериальная целлюлоза"	ГДР	III кв. 1983 г. IV кв. 1984 г.

П Р О Т О К О Л

рабочего совещания специалистов ГДР
и СССР по обсуждению совместных
биологических экспериментов.

г.Москва, 21-23 июля 1982 г.

В Институте медико-биологических проблем Минздрава СССР состоялось рабочее совещание специалистов ГДР и СССР по обсуждению совместных экспериментов "Структура" и "Бактериальная целлюлоза".

В совещании приняли участие

от ГДР: д-р Х.Пиккерт (Институт технической химии АН ГДР,
г.Лейпциг)

от СССР: Фофанов В.И., Парфенов Г.П., Таирбеков М.Г., Голов В.К.,
Тихонравова Н.М. (ИМБП МЗ СССР)
Григорян С.С., Регирер С.А., Каменева М.В., Лосев Е.С.
(Институт механики МГУ им.Ломоносова),
Чашечкин Ю.Д. (Институт проблем механики АН СССР).

1. Специалисты ГДР и СССР обменялись мнениями о современном состоянии вопроса по изучению поведения жидких гетерогенных сред в условиях измененной силы тяжести и согласились о целесообразности исследований особенностей формирования макро-и микроструктур при взаимодействии микроорганизмов и макромолекул. Стороны подтвердили необходимость подготовки и проведения экспериментов "Структура" и "Бактериальная целлюлоза", предложенных специалистами ГДР.
2. Советские специалисты отметили большое научно-практическое значение предложенных экспериментов. Решено, что они примут участие в экспериментах на всех этапах: при подготовке, проведении, анализе полученных результатов, публикации материалов.
 - 2.1. Специалисты СССР (Институт механики МГУ и Институт проблем механики АН СССР) выразили готовность разработать математическую модель распределения в условиях измененной силы тяжести компонентов жидких сред, используемых в экспериментах "Структура" и "Бактериальная целлюлоза" и провести расчеты применительно к условиям опытов..
Специалисты ГДР в срок до 31 октября 1982 г. представят по эксперименту "Структура" необходимые исходные данные по физико-химическим характеристикам компонентов среды.
 - 2.2. Специалисты Института медико-биологических проблем МЗ СССР выполнят работу по организации и проведению полетных и наземных контрольных экспериментов, а также необходимые до- и послеполетные исследования по согласованной программе.

3. Специалист д-р Х.Пиккерт согласился с предложением специалистов СССР о целесообразности проведения цикла модельных исследований в наземных условиях с использованием различных режимов кликостатирования в ходе подготовки эксперимента "Структура". Сторона ГДР рассмотрит возможность проведения данного цикла исследований на базе Института технической химии АН ГДР.
4. Д-р Х.Пиккерт передал советским специалистам образец прибора "Флокс" № 06 (эксперимент "Структура") и техническую документацию.
 - 4.1. Специалисты СССР выпустят необходимую техническую документацию и проведут испытания прибора "Флокс" в течении 1982 года. О результатах испытаний сообщат в ГДР перепиской.
 - 4.2. Специалисты ГДР в срок до 31 октября 1982 г. проведут уточнение эксплуатационной документации на прибор "Флокс" с учетом замечаний советских специалистов, высказанных на рабочем совещании.
 - 4.3. Для обобщения результатов исследований, проведенных в ГДР в ходе подготовки эксперимента "Структура", и рассмотрения уточненной эксплуатационной документации необходим проезд специалистов ГДР в г.Москву в сентябре-октябре 1982 г.
5. Специалисты ГДР и СССР считают целесообразным проведение полетного эксперимента "Структура" с использованием двух приборов "Флокс".
 - 5.1. Советская сторона в срок до 30 марта 1983 года изучит возможность установки на борт объекта 2-х приборов.
 - 5.2. Сторона ГДР до конца 1982 года рассмотрит возможность изготовления дополнительных приборов.
 - 5.3. Для проведения тренировок операторов по работе с прибором "Флокс" сторона ГДР в апреле 1983 года поставит в СССР два образца приборов в незаправленном состоянии.
6. Окончательная обработка данных и перспективный анализ результатов экспериментов проводится в Институте технической химии АН ГДР при участии советских специалистов (1984-1986 г.г.).
7. Д-р Х.Пиккерт передал "План подготовки эксперимента "Бактериальная целлюлоза". На совещании обсуждены теоретические аспекты этого эксперимента. Отмечая научное значение планируемых исследований стороны считают, что для подготовки практической необходима встреча специалистов СССР с ответственным исполнителем от ГДР д-ром Заттлером.
8. На совещании обсуждены предложения специалистов СССР о проведении совместного полетного эксперимента по изучению характера распределения популяции одноклеточных организмов в среде.
 - 8.1. Советские специалисты подготовят и направят в ГДР до 31 октября 1982 г. научно-методическую записку по предлагаемому эксперименту.
 - 8.2. Специалисты ГДР изучат возможность участия в данном эксперименте.

9. Признан целесообразным приезд во II кв.1983 г. специалистов СССР в Институт технической химии АН ГДР (г.Лейпциг) для согласования полетной программы, и методики проведения эксперимента, программы до- и послеполетных исследований, а также проведения функциональных испытаний полетных образцов приборов "Флокс".

Советская сторона изучит возможность командирования специалистов в ГДР и о результатах сообщит перепиской до конца 1982 года.

10. Специалисты ГДР и СССР считают возможным подготовить эксперимент "Структура" для его реализации в III кв. 1983 г.

встреча прошла в деловой и дружественной обстановке.

от Г Д Р

Х.Пиккерт

от СССР

М.Г.Таирбеков

Г.П.Парфенов

В.К.Голов

В.И.Фофанов

ЭКСПЕРИМЕНТ "СТРУКТУРА".

На основании анализа многочисленных экспериментальных данных, можно считать установленным, что невесомость не оказывает прямого действия на структурно-функциональное состояние одноклеточных свободно живущих организмов. Эффект невесомости или силы тяжести весьма вероятен на функциональные характеристики клеточных популяций. В этом случае влияние гравитационного поля (или его отсутствие) может быть косвенным (опосредованным) - через изменение среды. Так как большинство одноклеточных организмов имеет тенденцию к образованию колониальных форм, то показатели их жизнедеятельности (скорость деления, плотность, размер колоний) будут определяться параметрами окружающей среды. Взаимодействие клеток с окружающей средой осуществляется благодаря наличию клеточных мембран - основных регуляторов метаболизма клетки.

Как известно, стенки клеток большинства микроорганизмов имеют ярко выраженные коллоидальные структуры, приводящие как к взаимодействию между микроорганизмами, так к взаимодействию между микроорганизмами и ингредиентами питательной среды в виде электростатических сил отталкивания или притяжения.

Ожидается, что в условиях невесомости распределение микроорганизмов в полиэлектrolите будет соответствовать идеальной структурной "решетке". Результаты эксперимента могут найти применение в биотехнике и медицине для создания новой технологии получения ферментов.

В 1982 году, в соответствии с программой биологических исследований в космических полетах, проводимых в кооперации со специалистами социалистических стран, в лаборатории 33, совместно с лабораторией 47, велась подготовка эксперимента "Структура" на борту орбитальной станции "Салют". Эксперимент готовится совместно со специалистами Института технической химии АН ГДР (г. Лейпциг).

Для эксперимента специалистами ГДР разработан прибор "ФЛОКС", состоящий из четырех автономных камер. Каждая камера имеет реакцион-

ный сосуд, в который оператором в условиях невесомости подается суспензия микроорганизмов. В течение нескольких часов произойдет распределение объекта в полиэлектrolите. Для фиксации образовавшейся структурной "решетки" в реакционный сосуд оператором подается инициатор полимеризации.

Прибор для эксперимента заправляется специалистами ГДР за трое суток до установки на борт транспортного корабля. Хранение и транспортировка прибора в заправленном состоянии осуществляется в специальном термостате при температуре +4°C.

К настоящему времени изготовлен образец прибора "ФЛОКС" для биотехнических испытаний. По результатам проведенных климатических и механических испытаний прибора подтверждена герметичность прибора, однако при изготовлении опытной партии должны быть учтены ряд замечаний для обеспечения работоспособности прибора.

В соответствии с планом проведения совместных работ и подготовки эксперимента "Структура", к настоящему времени завершены биологические и технические испытания прибора "ФЛОКС". Проведение эксперимента "Структура" на орбитальной станции "Салют-7" планируется на 3 квартал 1983 года. Предварительный анализ результатов и написание экспресс-отчета планируется в 4 квартале 1983 года совместно с Институтом технической химии АН ГДР.

При помощи результатов эксперимента "Структура" можно обсудить возможности производства устойчивых, высокопористых и пространственно определенных ? из фиксированных микроорганизмов при получении их производительности. Эти специальные образования могли бы найти применение в качестве высокоактивных катализаторов для специализированных ? продуктов или для управления производства ферментов и гормонов.

ЗАМЕСТИТЕЛЮ ДИРЕКТОРА
ИМБП МЗ СССР
КУЗЬМИЧЕВУ Ю.П.

СЛУЖЕБНАЯ ЗАПИСКА

Специалистами 2-го сектора ИМБП, совместно со специалистами из ГДР в 1983-84 годах планируется проведение натуральных экспериментов "Структура" и "Бактериальная Целлюлоза". Одним из исполнителей этих экспериментов является инженер лаборатории №33/211 тов. Мустафаев Г.Ю. Обязанности Мустафаева Г.Ю. заключаются в координации работ между советскими исполнителями экспериментов из различных учреждений и в математическом моделировании процессов, имеющих место в данных экспериментах.

Прошу Вас разрешить тов. Мустафаеву Г.Ю. участвовать в совещании специалистов СССР и ГДР, которое будет проходить в ИМБП 16 - 18 ноября 1982 года.

Заведующий 2 сектором

Е.А. ИЛЬИН

ЗАМЕСТИТЕЛЮ ДИРЕКТОРА

ИМБП МЗ СССР

КУЗЬМИЧЕВУ Ю.П.

СЛУЖЕБНАЯ ЗАПИСКА

Специалистами 2-го сектора ИМБП, совместно со специалистами из ГДР в 1983-84 годах планируется проведение натуральных экспериментов "Структура" и "Бактериальная Целлюлоза". Одним из исполнителей этих экспериментов является инженер лаборатории №33/211 тов. Мустафаев Г.Ю. Обязанности Мустафаева Г.Ю. заключаются в координации работ между советскими исполнителями экспериментов из различных учреждений и в математическом моделировании процессов, имеющих место в данных экспериментах.

Прошу Вас разрешить тов. Мустафаеву Г.Ю. участвовать в совещании специалистов СССР и ГДР, которое будет проходить в ИМБП 16 - 18 ноября 1982 года.

Заведующий 2 сектором

Е.А. ИЛЬИН

СЛУЖЕБНАЯ ЗАПИСКА

(о поездке Г.П.Парфенова и В.К.Голова в Институт
технической химии АН ГДР, г.Лейпциг) .

В соответствии с протоколом рабочего совещания специалистов СССР и ГДР от 21-23 июля 1982 года, пункт 9, был признан целесообразным приезд во втором квартале 1983 года сотрудников Института медико-биологических проблем МЗ СССР в Институт технической химии АН ГДР, г.Лейпциг, для согласования полетной программы и методики проведения эксперимента "Структура", согласования программы до- и послеполетных исследований этого эксперимента и для проведения функциональных испытаний полетных образцов прибора "Флокс". Приборы "Флокс" разрабатываются для обеспечения летных и контрольных серий эксперимента "Структура". В настоящее время с НПО "Энергия" согласовано проведение бортового эксперимента "Структура" в августе месяце 1983 г.

При посещении Института технической химии будет также обсуждаться план подготовки эксперимента "Бактериальная целлюлоза".

Исполняется входящий 08/912
от 16 июля 1981 г.

Заместителю председателя Совета
по международному сотрудничеству
в области исследования и использо-
вания космического пространства
АН СССР "Интеркосмос"
т.В.С.Верещетину

117901, ГСП, Москва, В-71,
Ленинский пр. д.14

Сотрудники Института медико-биологических проблем МЗ СССР провели экспертную оценку предложенных учеными ГДР биологических экспериментов по программе "Интеркосмос" на период 1981-1991 г.г. Вышеупомянутые предложения вместе с рецензиями экспертов рассматривались на Совете по международным научным связям Института.

Направляю Вам заключение по экспериментам, вытекающие из решения Совета, и прошу, в случае Вашего согласия, адресовать его профессору К.Гроте в Берлин, ГДР.

Приложение: Упомянутое заключение на 4-х л.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

о возможности проведения биологических экспериментов, предложенных специалистами ГДР в рамках программы "Интеркосмос".

Безусловную положительную оценку получил эксперимент "Структура", цель которого изучить реакции отрицательно заряженных микроорганизмов с катионным полиэлектролитом и полимеризацию этих структур после добавления инициатора полимеризации. Предполагается, что при отсутствии конвекции и седиментации можно будет получить полимер с идеальной внутренней геометрией. Полимеры с такой структурой могут оказаться эффективными катализаторами при производстве ферментов и гормонов.

Очень интересен замысел эксперимента "Бактериальная целлюлоза". Поскольку бактериальная целлюлоза производится на границе раздела жидкой и газовой фаз, то результаты эксперимента, надо полагать, будут нетривиальны, так как разделение фаз гравитационно зависимый конвекционный процесс. Советские специалисты считают, что результаты получатся более интересными, если разделение жидкости и газовой фаз в невесомости будет происходить естественно, без "основательного встряхивания сосудов".

При обсуждении эксперимента "Основные клетки костного мозга" отмечалось, что его лучше бы было обозначить как "культивирование кроветворных клеток", поскольку пока не разработаны методы, позволяющие выращивать стволовые клетки в условиях, свободных от регулирующего влияния целостного организма. Советские специалисты считают возможным сделать предложенный эксперимент частью комплексного исследования по изучению кроветворения в космическом полете - исследования, которое охватывало бы все звенья системы крови, - лимфоидную, миелоидную и стромальную ткани, а также, соединительнотканые элементы. Специалисты ИМЕЛ готовы оказать техническую и организационную помощь в проведении данного эксперимента, а также по согласованию со специалистами ГДР взять на себя выполнение некоторых тестов.

Эксперимент "Тканевая культура-2" заслуживает внимания и может быть осуществлен практически. Отмечается, что недостаточно убедительно аргументирована смена объекта исследования - клетки человека вместо исследовавшихся в эксперименте "Тканевая культура-1" клеток китайского хомячка. Вопрос об интенсивности репродукции вирусов должен быть решен отдельно. Во всяком случае, в невесомости следует изучать параллельно культуры клеток, свободных от вирусных инфекций. Интересно было бы использовать суспензионные культуры, например, клетки лимфобластомы. Они более пригодны для определения темпов кле-

точного деления в невесомости, где конвекционные потоки отсутствуют. Советская сторона готова взять на себя отработку методики культивирования клеток в суспензии.

В сущности, цель эксперимента "Репарация клеток" заключается в проверке наблюдения, сделанного немецкими специалистами при обследовании космонавта З.Йена, в лимфоцитах которого недостаточно эффективно работала энзиматическая система, репарирующая повреждения ДНК. Схема эксперимента достаточно хорошо продумана и может быть обеспечена специалистами ГДР. Вопрос о 10 мл венозной крови, которую необходимо взять у космонавтов для выполнения эксперимента до и после полета, вероятно, может быть согласован в рамках программы клинического обследования.

Исследования по эксперименту "спектр лимфоцитов" соответствуют направлению развития современной клеточной иммунологии. В практическом плане их можно рассматривать как оценку состояния иммунной системы космонавта. Наиболее важным разделом эксперимента является предложение о создании моноклональных антител с использованием гибридной техники для тестирования маркеров лимфоцитов человека. Применение данной методики для изучения крови космонавтов, очевидно, будет зависеть от предварительных лабораторных и клинических исследований по созданию гибридом и моноклональных антител, а также выбора маркеров лимфоцитов человека. Для достижения конкретной договоренности по этому эксперименту от немецкой стороны требуется дальнейшие разъяснения.

Опыты на биоспутниках "Космос-782" и "Космос-1129" с соматическими тотипотентными клетками растений убедительно показали, что невесомость не влияет на соматический эмбриогенез, дифференцировку и органогенез высших растений. Кроме того на основании многочисленных экспериментальных данных невесомость в настоящее время не может рассматриваться как мутагенный агент, а галактическое космическое излучение недостаточно интенсивно для вызывания обнаружимого количества мутаций. Соответствующие расчеты были проделаны Генрихом Мёллером еще в 1935 г. Учитывая вышеизложенное, советская сторона не видит достаточных оснований для проведения эксперимента "Дифференцировка - Эмбриогенез".

Интересный эксперимент "Вариация (изменчивость) вируса" в настоящее время кажется недостаточно убедительно обоснованным для проведения его в условиях космического полета. Изучение закономерностей изменения числа активно функционирующих фрагментов генома вируса, очевидно, является проблемой молекулярной биологии. Среди "неизвестных условий", при которых может измениться количество фрагментов генома, невесомость, видимо, следует искать в последнюю очередь, так как влияние гравитационных сил

примерно на 21 порядок величины слабее влияния электромагнитных взаимодействий, обеспечивающих целостность генома.

Что рассчитывать, что при изучении распространения вирусной инфекции растений в невесомости будут получены интересные и неожиданные данные. Однако, в настоящее время, когда отсутствуют системы, которые позволяли бы выращивать высшие растения в невесомости в течение срока, достаточного для смены поколения, исследование распространения вирусной инфекции растений и резистентности к ней, кажется преждевременным. Тем более, что для этого исследования нет серьезных теоретических оснований. Видимо, это понимают и немецкие коллеги, потому что единственным доводом в пользу эксперимента является утверждение: "под влиянием невесомости не исключено, что процессы метаболизма, обеспечивающие резистентность и вирусным инфекциям, будут протекать с изменением".

Исследователи из института селекции растений в Кведлинбурге предлагают регистрировать генетические изменения в воздушно-сухих семенах ячменя после космического полета. Предложение немецких селекционеров следует поддержать, несмотря на то, что опытов с сухими семенами в космических полетах было проведено достаточно много. Эти опыты показали, что факторы космического полета существенно не влияют на частоту цитогенетических изменений и не модифицируют радиационных мутаций. Однако, анализ воздушно-сухих семян после полета всегда ограничивался цитогенетическим исследованием. Генетических исследований в прямом смысле этого слова, основанных на гибридологическом анализе поколения, до сих пор не было. В предлагаемом немецкой стороной эксперименте советские генетики могли бы взять на себя цитогенетических анализ полетного и контрольного материала.

Для составления графика подготовки и проведения эксперимента, окончательного согласования программ исследований, решения технических и организационных вопросов желателен скорейший приезд ответственных и компетентных специалистов из ГДР в Советский Союз. Во время этой ближайшей встречи понадобится первичная техническая документация, а также модели приборов, подробные научно-методические записки по экспериментам и приблизительные графики их проведения.

П р о т о к о л

рабочей встречи по обсуждению хода подготовки
совместных биологических экспериментов

г.Лейп?, 30 мая - 3 июня 1983 г.

Специалисты СССР и ГДР продолжили обсуждение вопросов подготовки совместных экспериментов "Структура" и "Бактериальная целлюлоза".

1. Стороне ГДР передан прибор "Флокс" в ОО для проведения совместного анализа дефектов, проявившихся в процессе испытаний прибора в СССР в феврале 1983 г.
2. В результате анализа прибора № 06 отмечено:
 - 2.1. Стоки на 3 и 5 имеют деформацию, что приводит к их заеданию при выполнении рабочих операций с прибором.
 - 2.2. На поверхности 4 поршней из 8 наблюдается коррозия.
3. Специалисты согласились, что с целью исключения возможности проявления дефекта в процессе проведения натурального эксперимента необходимо провести доработки прибора "Флокс":
 - 3.1. Поршень и сток капсул подачи поилиэлектролита и инициатора полимеризации изготавливать в виде одной детали.
 - 3.2. В капсулах подачи поилиэлектролита и инициатора полимеризатора установить ?, что позволяет исключить проникновение жидкости через уплотнение поршня и уменьшить рабочее усилие оператора при проведении эксперимента.
4. Сторона ГДР проведет доработки всех приборов "Флокс" и их самостоятельное функционирование испытания и сообщит в СССР о результатах этих испытаний в срок до 30 октября 1983 г.
5. Во время встречи специалистов СССР и ГДР провели совместно функциональные испытания приборов "Флокс" при их штатной заправке с использованием мембран, изготовленных из различных материалов.
 - 5.1. Испытания подтвердили правильность выбранной технологической схемы проведения эксперимента.
 - 5.2. Отмечена необходимость уменьшения усилия срабатывания прибора при подаче электролита и инициатора полимеризации. С этой целью все приборы "Флокс" должны быть доработаны в соответствии с п.3 настоящего протокола.
6. Специалисты СССР и ГДР согласились, что официально приемо-сдаточные испытания приборов "Флокс" целесообразно провести после проведения согласованных доработок.

7. Сторона ГДР и IV квартале 1983 г. передает советской стороне 5 доработанных приборов:

- 1 прибор для проведения испытаний в полном объеме;
- 2 прибора с необходимым комплектом мембран для обеспечения многократной перезаправки для обучения и тренировки операторов;
- 2 прибора (полетные образцы) для проведения официальных приемосдаточных испытаний и проверок на функционирование.

7.1. Приборы для проведения упомянутых работ должны быть в заправленном состоянии; допускается заправка приборов водой.

7.2. После завершения испытаний 3 прибора "Флокс" должны быть возвращены в ГДР для их подготовки к полетному эксперименту. Заправка приборов штатными компонентами будет проводиться после соответствующего уведомления стороной СССР.

8. Сторона ГДР не позднее IV квартала 1983 года проведет испытания прибора "Флокс", заправленного штатными компонентами, в транспортном термостатируемом контейнере для отработки режима транспортирования. Одновременно должны быть отработаны условия эксплуатации транспортного контейнера. Материалы с результатами указанных работ сторона ГДР передает в СССР одновременно с поставкой приборов "Флокс" в IV кв. 1983 г.

9. Специалисты СССР и ГДР провели серию совместных экспериментов с использованием различных концентраций суспензии бактерий, мономера, полиэлектролита и инициатора полимеризации, в том числе в приборе "Флокс". Полученные результаты были обсуждены, а образовавшийся полимер подвергнут исследованиям с использованием метода оптической микроскопии. Стороне СССР переданы фотоматериалы по оптической и электронной микроскопии полученного полимера.

10. Специалисты уточнили программу полетного эксперимента "Структура" и методику до- и послеполетных исследований. Для правильной интерпретации результатов эксперимента в процессе его проведения необходимо регистрировать время проведения рабочих операций с прибором "Флокс" и температуру воздуха.

11. Специалисты СССР и ГДР обсудили возможность практического использования данных эксперимента "Структура" в интересах здравоохранения.

12. Специалисты СССР ознакомили специалистов ГДР с предложениями по программе лабораторных исследований в рамках подготовки эксперимента "Бактериальная целлюлоза". Окончательное оформление программы и плана совместных работ по этой проблеме проведет сторона ГДР.

Упомянутые материалы будут переданы в СССР в I квартале 1984 г.

Специалисты СССР:

Г.П .Парфенов
В.К.Голов

Специалисты ГДР:

Х.Пиккерт
Р.Ротер
К. Заттлер

ПРОЕКТ

программы исследования по теме "Бактериальная целлюлоза".

Пункт 7.2. Протокола рабочего совещания специалистов СССР и ГДР по обсуждению вопросов подготовки совместных биологических экспериментов в космических полетах, состоявшиеся в Москве 28 ноября - 1 декабря 1982 года, обязывал советскую сторону предложить проекты, программы и планы совместных работ по эксперименту "Бактериальная целлюлоза".

1. Советская сторона предлагает провести предварительные наземные эксперименты с целью выяснения влияния физических факторов на процесс образования целлюлозы и ее свойства: скорость синтеза, степень кристалличности, параметры текстуры и другие характеристики, представляющие технологический и практический интерес.

а) Организовать процесс синтеза бактериальной целлюлозы на поверхности раздела "газ-жидкость" в сосудах-трубках разного диаметра и с различной смачиваемостью, а также на границах пузырьков различного диаметра внутри жидкости.

б) Выяснить влияние вибраций сосуда и вибрационного перемешивания жидкости с газом на процесс образования целлюлозы.

в) Провести эксперименты, предложенные в подпунктах "а" и "б", при добавлении в жидкость веществ, изменяющих ее вязкость или коэффициент поверхностного натяжения, а также при разных температурах.

г) на основе результатов, полученных в экспериментах в соответствии с подпунктами "а", "б" и "в", провести исследования по организации оптимального технологического процесса производства бактериальной целлюлозы, обладающей указанными потребителем характеристиками.

2. Результаты наземных экспериментов должны быть оформлены в виде совместного отчета, возможно, научных статей. На этой основе будет уточнена программа полетных экспериментов.

3. Лабораторные исследования, в соответствии с подпунк-

тами "а", "б" и "в", проводятся стороной ГДР. Советские специалисты участвуют в планировании и обработке результатов экспериментов, а также периодически принимают участие в подготовке и проведении опытов в ГДР.

Проект составили:

Григорян С.С. (Институт механики МГУ)
Парфенов Г.П. (ИМЕЛ МЗ СССР)
Регирер С.А. (Институт механики МГУ)
Голов В.К. (ИМЕЛ МЗ СССР)

23.05.83г.

ОТЧЕТ

о приеме в Институте медико-биологических проблем ИЗ СССР специалистов ГДР

В период с 9 по 11 февраля 1983 г. в Институте медико-биологических проблем ИЗ СССР состоялся прием специалистов ГДР, на котором был рассмотрен ход выполнения работ по подготовке совместных экспериментов по изучению влияния невесомости на взаимодействие микроорганизмов с культуральной средой (эксперименты "Структура" и "Бактериальная целлюлоза").

В совещании приняли участие:

от ГДР - Х.Пиккерт, Р.Ротер (Институт технической химии АН ГДР),
от СССР - В.И.Милявский, Г.П.Парфенов, М.Г.Таирбеков, В.К.Голов,
Н.М.Тихонравова, В.И.Фофанов, В.И.Мышко, В.И.Сафонов (ИМБП СССР),
С.С.Григорян, С.А.Ретирер (Институт механики МГУ), В.И.Полежаев,
В.А.Кондрашов (Институт проблем механики АН СССР).

Целью приема являлось продолжение обсуждения хода подготовки совместного эксперимента "Структура".

Специалисты ГДР передали советской стороне материалы по результатам анализа дефекта, проявившегося в процессе испытаний прибора "Флокс" № 06 в сентябре 1982 г. в СССР. Прибор "Флокс" № 06 после устранения дефекта возвращен советской стороне для проведения повторных испытаний. О результатах испытаний стороне ГДР будет сообщено перепиской, а прибор "Флокс" передан специалистам ГДР для анализа образовавшегося полимера.

Было подтверждено, что для проведения эксперимента "Структура" сторона ГДР поставит в СССР:

- 2 прибора "Флокс" в апреле 1983 г. для обучения операторов;
- 4 прибора "Флокс" в исправном состоянии в специальной транспортной таре в сроки по согласованию.

Стороны подтвердили необходимость проведения приемо-сдаточных и функциональных испытаний полетных образцов приборов и совместного контрольного эксперимента во II-м квартале 1983 г.

Во время посещения Института механики МГУ и Института проблем механики АН СССР (10 февраля 1983 г.) были обсуждены некоторые физико-химические и гидродинамические процессы, которые могут иметь место в ходе эксперимента "Структура", специалистами ГДР были переданы научные отчеты и публикации, представлявшие интерес для прове-

дения теоретических исследований и разработки математической модели распределения микроорганизмов в среде с полиэлектролитом, а также перечень литературы применительно к эксперименту "Бактериальная целлюлоза".

Рассмотрены были такие вопросы о проведении модельных исследований гидродинамических процессов в приборе "Флокс" с использованием методов кино-фоторегистрации.

Эффективность приема:

Обсуждение хода подготовки эксперимент "Структура" подтвердил техническую и методическую готовность сторон СССР и ГДР провести полетный эксперимент во II половине 1983 г.

Technische Dokumentation der Apparatur "Flocks"

1. Technische Beschreibung des Gerätes

Da unter den nahe Og-Bedingungen ein begrenzter Energieaustausch unkritisch ist, ein Stoffaustausch aber vermieden werden muß, war eine Apparatur zu entwickeln, die ein geschlossenes System darstellt. Dieses Problem wurde durch die Konstruktion einer Apparatur gelöst, die aus drei miteinander verbundenen Kammern besteht, welche nach außen abgedichtet sind. Der untere, größere Zylinder stellt das Reaktionsgefäß dar, die auf seiner Oberseite nebeneinander angeordneten gleich dimensionierten Zylinder dienen zur Aufbewahrung der für den Versuch erforderlichen Chemikalien.

Im Inneren der beiden kleineren Zylinder befindet sich ein Kolben, der hohl, gasgefüllt und an seiner Unterseite mit einer elastischen Membran versehen ist. Durch Anbringen von Arretierungsscheiben am Griff des Kolbens kann sein Hub eingestellt werden. Dadurch sind verschiedene Volumina dosierbar. An der Unterseite des Kolbens ist eine Nadel befestigt.

Zwischen den beiden kleineren Zylindern und dem Reaktionsgefäß befindet sich eine Membran aus Polyethylen, so daß ohne Betätigung des Kolbens keine Reaktion erfolgen kann. Wird der Kolben vertikal bewegt, so durchstößt die Nadel die Membran und die im Vorratszylinder befindliche Flüssigkeit tritt in den Reaktionsraum ein.

In den abschraubbaren Boden des Gerätes ist ein Kohlraum eingearbeitet, der gasgefüllt und zum Reaktionsraum hin mit einer elastischen Membran verschlossen ist. Sein Innendruck beträgt ca. 100 kPa. Dieser Raum dient zum Druckausgleich beim Zudosieren von Flüssigkeiten bzw. beim Durchmischen.

Die Apparatur besteht aus 4 voneinander unabhängigen Reaktionsgefäßen von gleichem Aufbau, die auf einem Rahmen montiert sind. Der Rahmen befindet sich in einem Gehäuse. Am Boden des Gehäuses befindet sich eine Halteschleife.

Zum Ausschließen einer unbeabsichtigten Betätigung der Kolben bei geöffnetem Gehäuse sind farbige Sicherungsschieber eingefügt, die wiederum durch 2 an der Oberplatte der Rahmraube angebrachte Stifte abgesichert sind.

Bei Reaktionsbeginn wird durch einen auf den Griff des Kolbens ausgeübten Druck mit der Nadel die Polyethylenmembran durchstoßen und die im Vorratszylinder befindliche Flüssigkeit in den Reaktionszylinder eingespritzt. Gleichzeitig wird der Druckausgleichsraum komprimiert. Zieht man den Kolben wieder hoch, dringt Flüssigkeit in den Vorratszylinder ein und der Druckausgleichsraum nimmt sein vorheriges Volumen wieder ein. Dies ist notwendig, damit der Inhalt des zweiten Vorratszylinders ebenfalls zudosiert werden kann.

Im ersten Vorratszylinder (mit grün gekennzeichnetem Griff) ist eine wässrige Lösung des organischen Polyelektrolyten deponiert, im zweiten (mit rot gekennzeichnetem Griff) die wässrige Lösung des Initiators zur Polymerisation (Ammoniumpersulfat). Durch Zudosierung des Polyelektrolyten wird die Flockungsreaktion eingeleitet, die nach beendeter Flockulation und erfolgter Ruhephase zu dosierender Initiatorlösung bewirkt die Verfestigung des gesamten Inhalts des Reaktionsgefäßes.

2. Bedienungsanleitung

1. Bei Versuchabeginn ist das Gerät in die linke Hand zu nehmen, wobei der Handteller durch die Halteschleife gesteckt wird und den Boden des Gerätes umfaßt. Dann erfolgt die Öffnung des Deckels, indem mit dem Daumen der rechten Hand der Knopf an der Vorderseite des Gehäuses nach innen gedrückt wird und der Deckel somit nach oben geklappt werden kann.
2. Anschließend wird der grüne Sicherungsschieber mit dem schmalen Griff nach vorn herausgezogen. Dann werden die dadurch freigegebenen grünen Griffe 1,2,3 und 4 in der Zahlenreihenfolge jeweils dreimal langsam nach unten gedrückt und wieder nach oben gezogen. Zum

Abichluß müssen sich die Griffe am oberen Anschlag befinden. Der grüne Sicherungsschieber ist wieder einzuführen.

3. Der Deckel des Gerätes ist wieder zu schließen. Dabei ist darauf zu achten, daß die beiden Arretierstifte der Oberplatte des Gerätes in die Löcher der Sicherungsschieber eingepaßt werden.
4. Nach 24 Stunden erfolgt wiederum das Öffnen des Deckels, indem mit dem Daumen der rechten Hand der Knopf an der Vorderseite des Gehäuses nach innen gedrückt wird und der Deckel somit nach oben geklappt werden kann.
5. Der rote Sicherungsschieber mit dem breiten Griff ist waagrecht nach vorn herauszusehen, Dann sind die roten Griffe mit den Zahlen 5, 6, 7 und 8 in der Reihenfolge jeweils einmal langsam nach unten zu drücken und wieder nach oben zu ziehen, Zum Abschluß müssen sich die Griffe im oberen Anschlag befinden, Danach ist der rote Sicherungsschieber wieder einzuführen.
6. Der Deckel des Gehäuses ist wieder zu schließen. Dabei ist darauf zu achten, daß die beiden Arretierstifte der Oberplatte des Geräte Rahmens in die Löcher der Sicherungsschieber eingepaßt werden.

3. Maße des Gerätes

Außemaße des Gehäuses:	Länge:	73 mm
	Breite:	78 mm
	Höhe:	148 mm
Masse des Gerätes (unbefüllt):		810 g
Obere Zylinders:	d _i :	8 mm
	Hubhöhe:	10 mm
	Flüssigkeits:	je 0,475 cm ³
Reaktionszylinder:l	d _i :	23 mm
	Höhe:	30 mm
	Volumen:	12.46 cm ³
Druckausgleichsraum im Geräteboden:	d _i :	20 mm
	Höhe:	6 mm
	Volumen:	1.88 cm ³

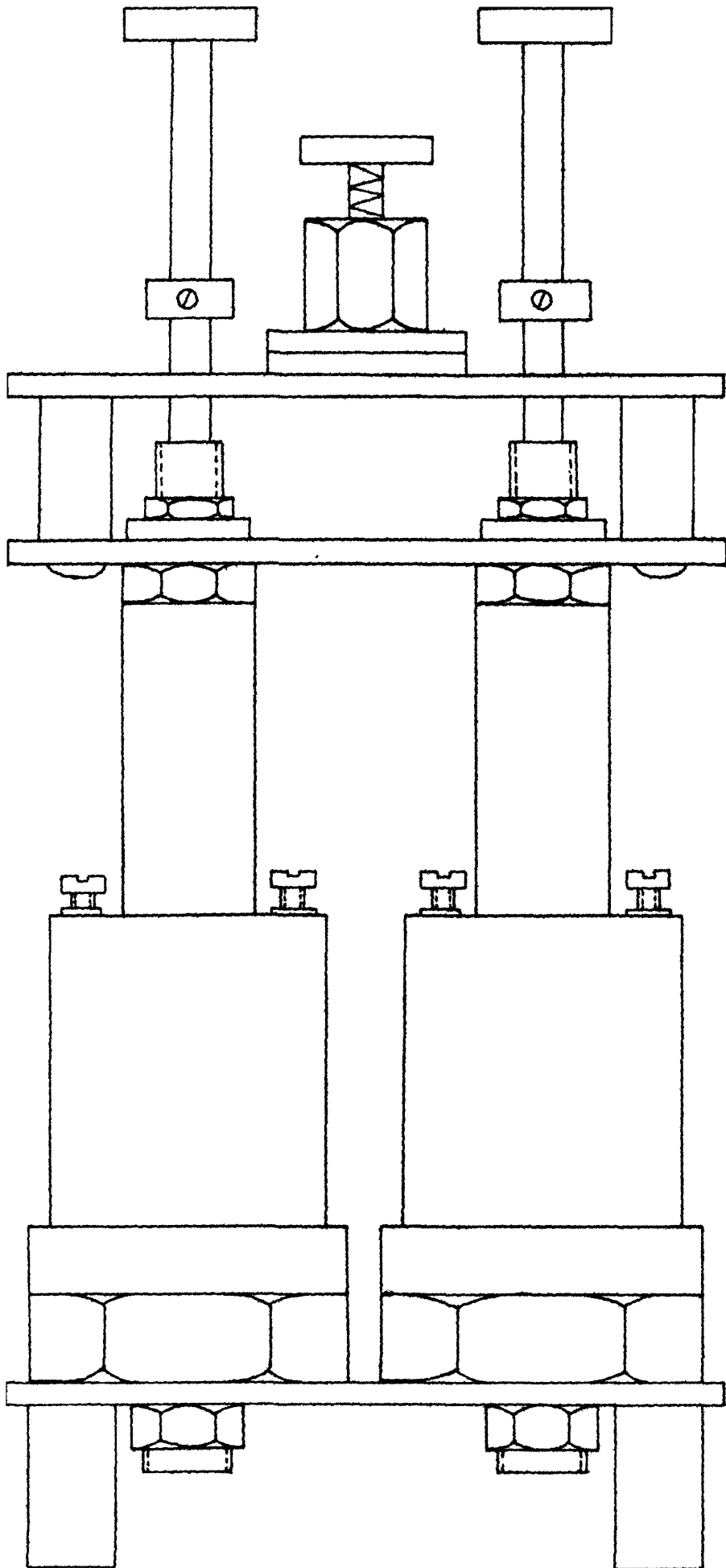
4. Liste aller nichtmetallischen Materialien

1. Nährsalzlösung	6.93 mg NH_4Cl 0.03 mg $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ 1.8 mg H_2SO_4 8.12 mg KH_2PO_4 7.83 mg K_2HPO_4 0,65 mg $\text{MoSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ 0.01 mg $\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ 0.01 mg $\text{MnSO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ 0.01 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ 0.01 mg $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 0.04 mg $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ 2.61 mg NaHCO_3
2. Bakterien	38.4 mg <i>Methylococcus capsulatus</i>
3. Koagulant	0.58 mg Poly-Dimethyldisilyl- ammoniumchlorid
4. Monomere	2850 mg Acrylamid 150 mg N,N' - Methylenebisacrylamid 120 mg Tetramethyldiamin
5. Initiator	12.0 mg $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$
6. Dichtungen	2250 mg Silikonkautschuk 7250 mg Polytetrafluorethylen 280 mg Naturkautschuk
7. Lack	2500 mg Alkydharzlack

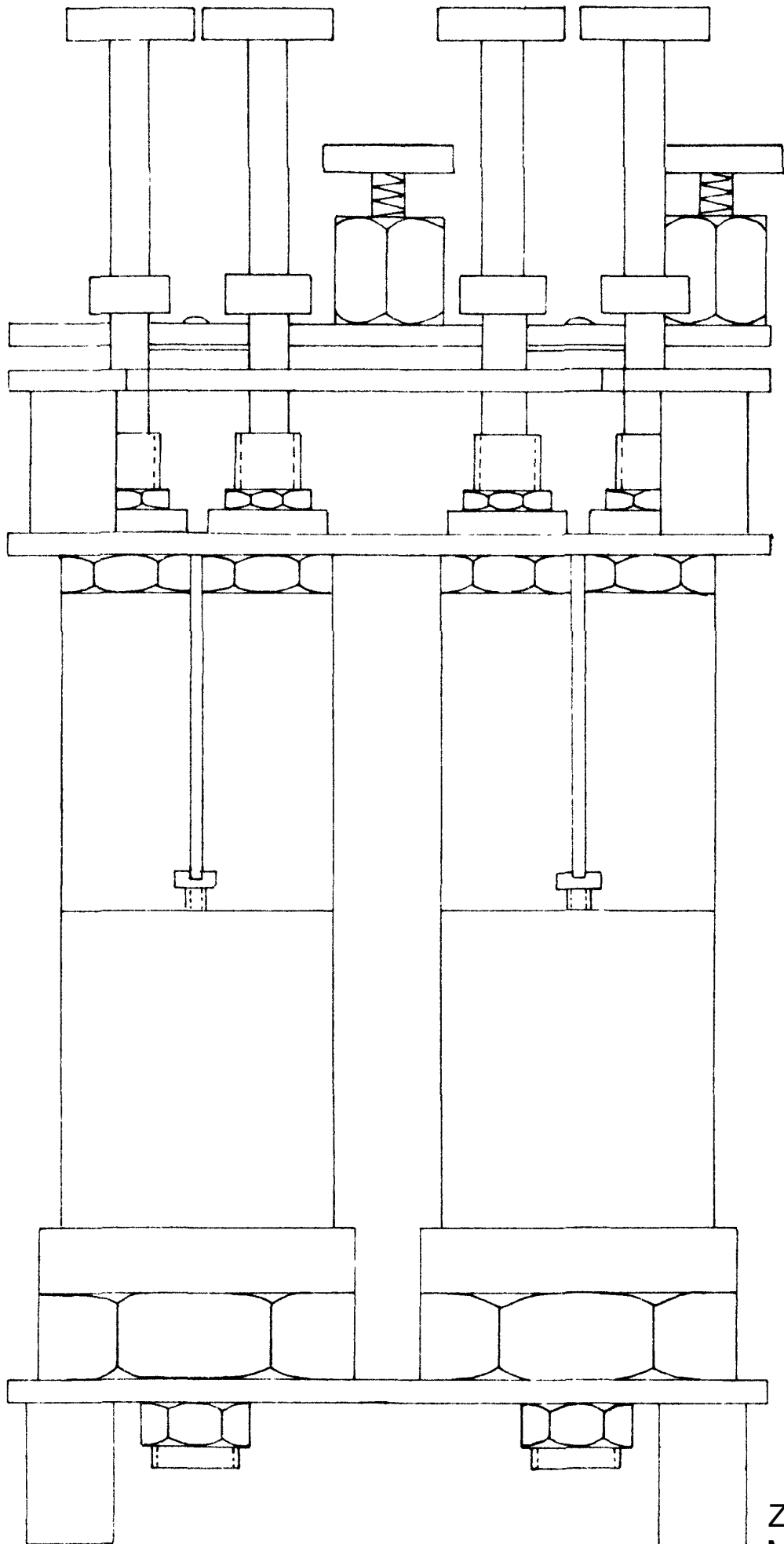
Alle verwendeten Reagenzien sind in den vorliegenden Konzentrationen weder toxisch noch brennbar.

5. Verzeichnis der Abbildungen

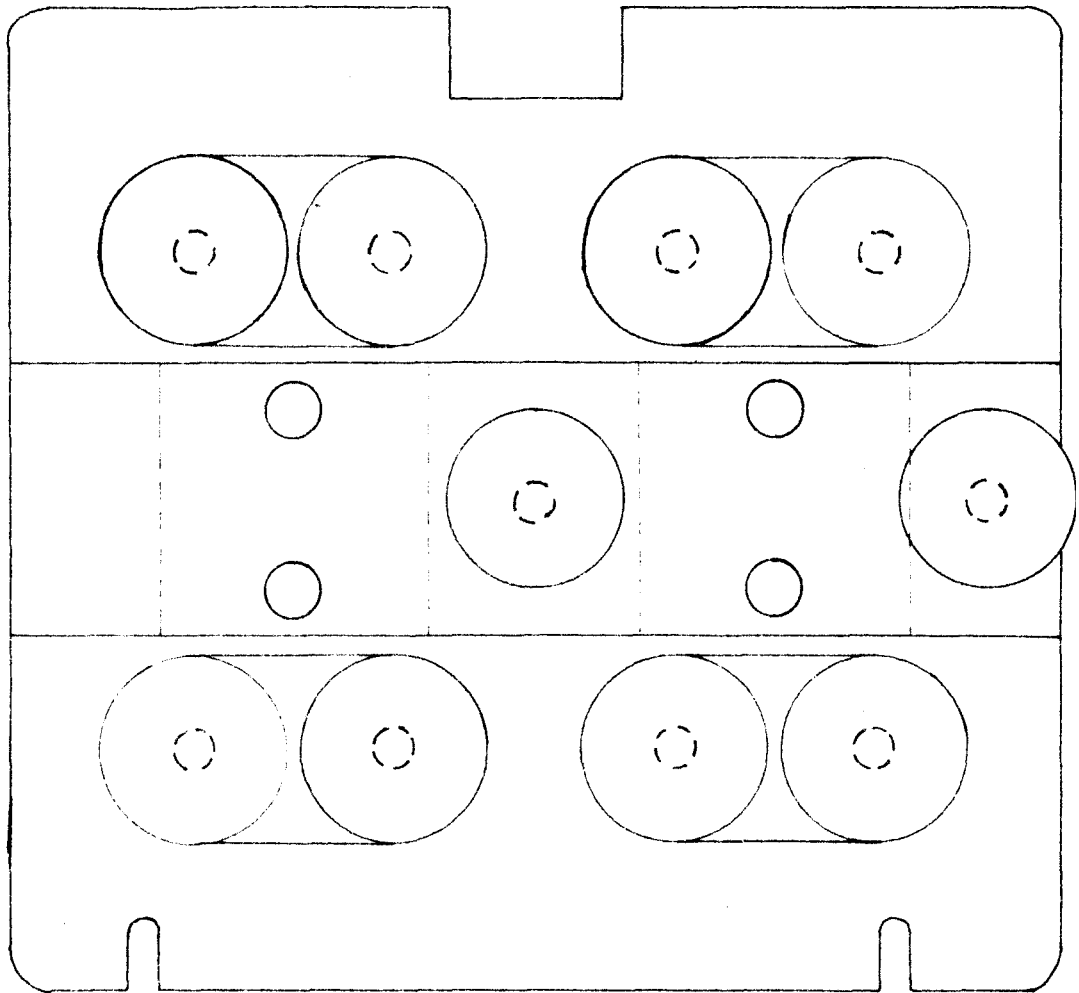
Zeichnung 1:	Vorderansicht des Gerätes
Zeichnung 2:	Seitenansicht des Gerätes
Zeichnung 3:	Draufsicht des Gerätes
Zeichnung 4:	Vorderansicht eines Reaktionszylinders
Zeichnung 5:	Seitenansicht und Draufsicht eines Reaktionszylinders
Zeichnung 6:	Schnittdarstellung des Kolbens und des Bodens
Foto 1:	Vorderansicht des Gerätes
Foto 2:	Seitenansicht des Gerätes
Foto 5:	Draufsicht des Gerätes
Foto 4:	Vorderansicht eines Reaktionszylinders
Foto 5:	Seitenansicht eines Reaktionszylinders
Foto 6:	Gesamtbild eines Reaktionszylinders
Foto 7:	Reaktionsraum bei entferntem Boden
Foto 8:	Kolben mit Befestigung, Arretierungsscheibe und Griff
Foto 9:	Boden des Gerätes mit Druckausgleichsraum
Foto 10:	Einzelteile des Bodens



Zeichnung 1
Maßstab 2:1

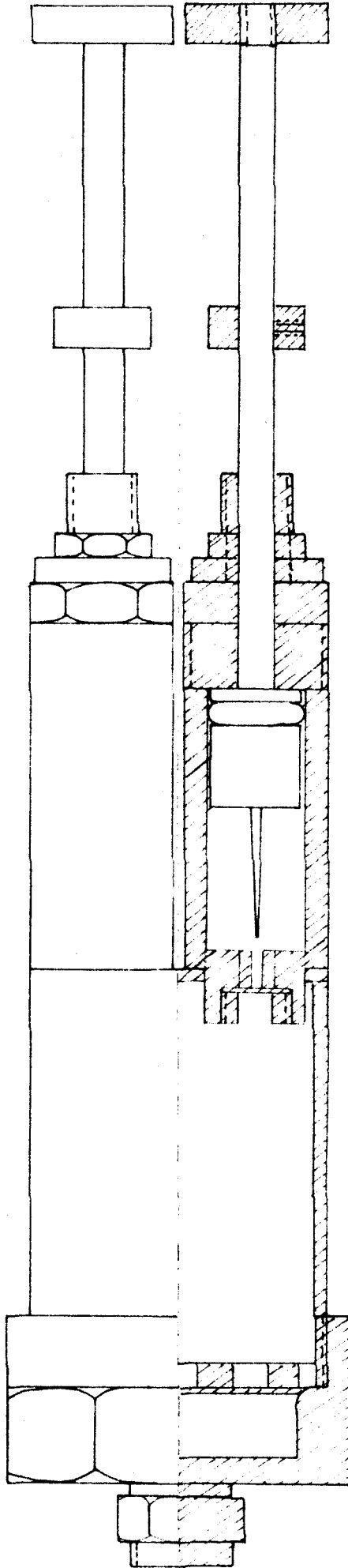


Zeichnung 2
Maßstab 2:1



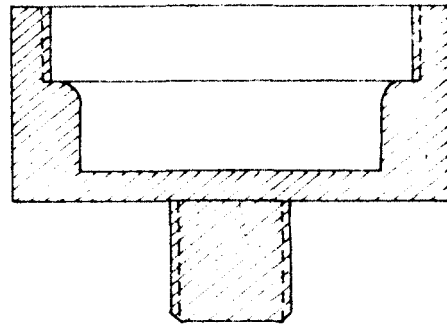
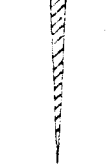
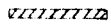
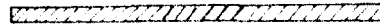
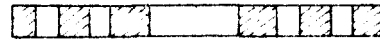
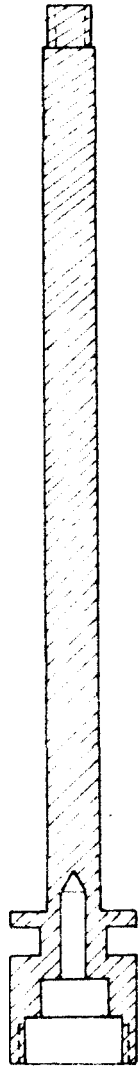
Maßstab 2:1

Zeichnung 3



Maßstab 2:1

Zeichnung 4



Maßstab 2:1

Zeichnung 6



Foto 1
Vorderansicht des
Gerätes

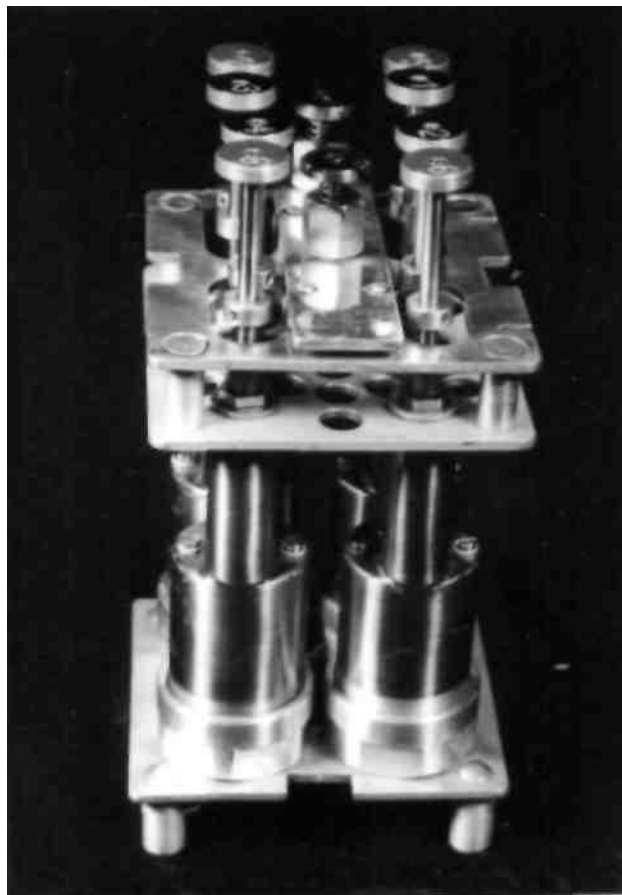


Foto 2
Seitenansicht des
Gerätes

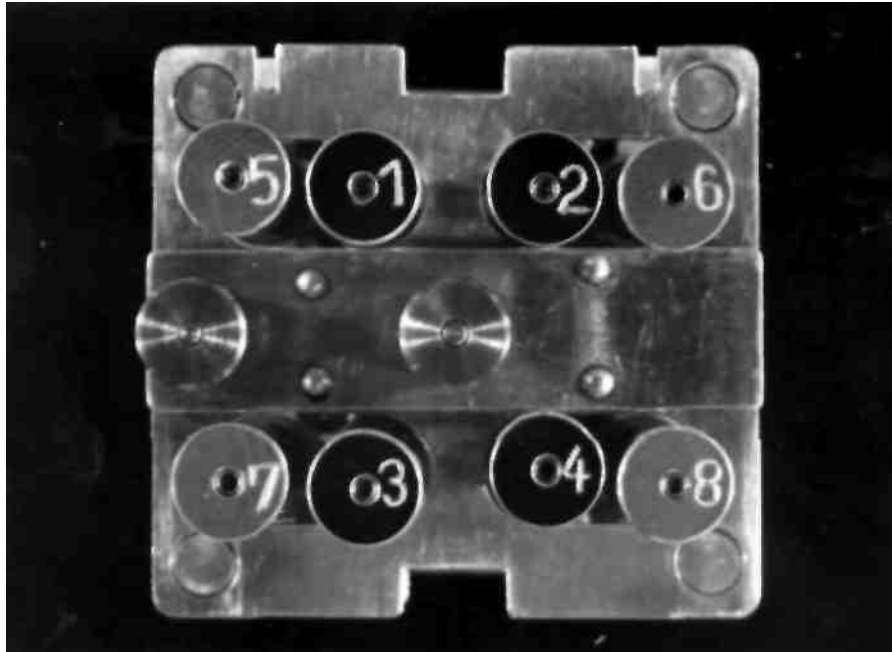


Foto 3: Draufsicht des Gerätes



Foto 4:
Vorderansicht eines
Reaktionszylinders



Foto 5
Seitenansicht eines
Reaktionszylinders



Foto 6: Gesamtbild eines Reaktionszylinders

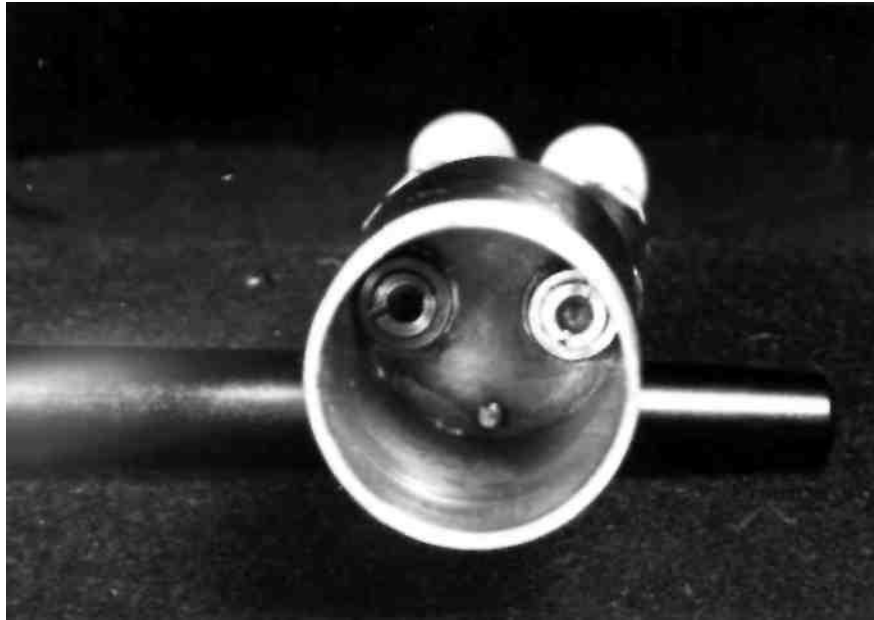


Foto 7: Reaktionsraum bei entferntem Boden



Foto 3: Kolben mit Befestigung, Arretierungsscheibe
und Griff

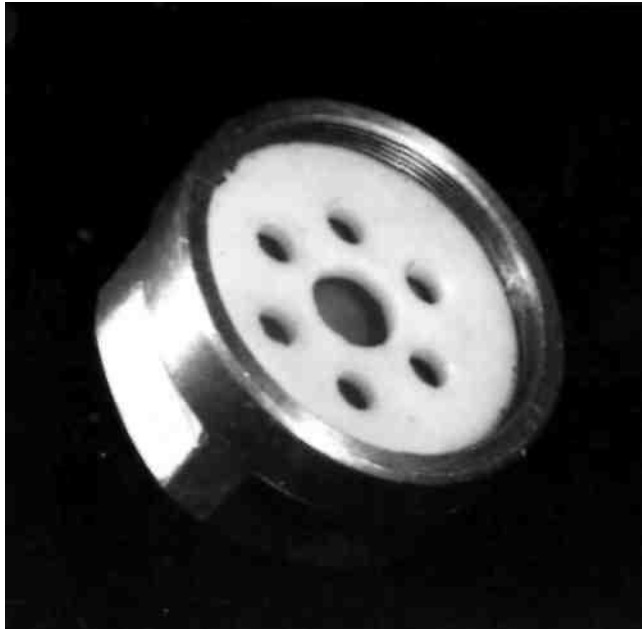


Foto 9: Boden des Gerätes mit Druckausgleichsraum

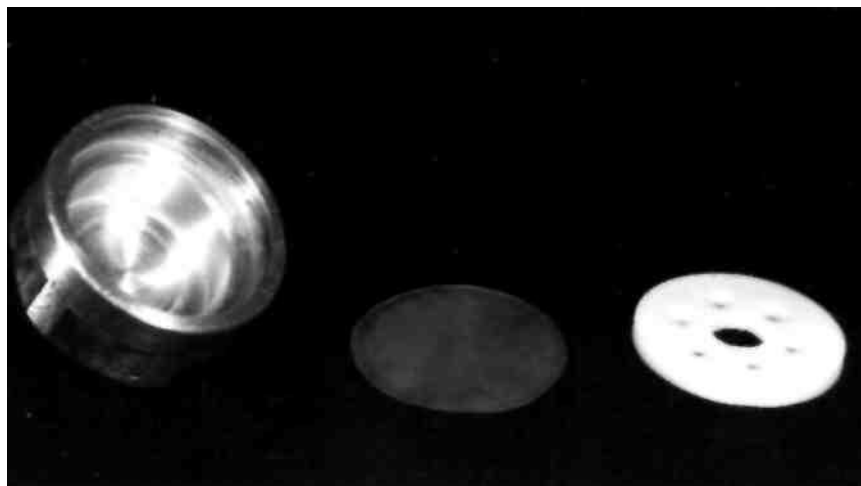


Foto 10: Einzelteile des Bodens



PATENTSCHRIFT 127 729

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.²

(11) 127 729 (44) 12.10.77 2(51) C 08 F' 110/10
(21) WP C 08 f / 195 736 (22) 12.11.76

- (71) Akademie der Wissenschaften der DDR, Berlin, DL
- (72) Hahn, Mathias, Dipl.-Chem.; Jaeger, Werner, Dr. Dipl.-Chem.;
Wandrey, Christine, Dipl.-Chem.; Ballschuh, Detlef, Dr.
Dipl.-Chem., DL
- (73) siehe (72)
- (74) Akademie der Wissenschaften der DDR, Institut für Polymerchemie
Patentbüro, 153 Teltow, Kantstraße 55
- (54) Verfahren zur Herstellung von hochmolekularen, wasserlöslichen
Polyammoniumverbindungen

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von hochmolekularen, wasserlöslichen Polyammoniumverbindungen, die u.a. für den Einsatz als Konduktivharz für die Beschichtung elektrisch leitfähiger Papiere, - als Textilveredlungsmittel und als Flockungsmittel Anwendung finden. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung hochmolekularer, wasserlöslicher polymerer und Copolymerer der diäthylenungesättigten Dialkylammoniumverbindungen zu entwickeln, das gegenüber bereits bekannten technischen Lösungen unter dem Einfluß der äußeren Atmosphäre arbeitet. Durch das Verfahren erhält man Produkte, die in den Eigenschaften mit unter inerter Atmosphäre hergestellten Polymerlösungen vergleichbar sind. Erfindungsgemäß wird die wässrige Lösung, die Komonomer und ein Chelatisierungsmittel vorgelegt und der Initiator kontinuierlich zugesetzt, wobei die Temperatur und/oder die Initiatorkonzentration und/oder die Konzentration des Chelatisierungsmittels gegenüber einer vergleichbaren Variante unter inerter Atmosphäre etwas erhöht wird. 15 Seiten

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung hochmolekularer, wasserlöslicher Polymerer aus diäthylenungesättigten Dialkylammoniumverbindungen und hochmolekularer, verzweigter und/oder anteilig vernetzter, wasserlöslicher Copolymerer aus diäthylenungesättigten Dialkylammoniummonomeren mit vernetzend wirkenden Cokomponenten und hochmolekularen, linearen, wasserlöslichen Copolymeren aus diäthylenungesättigten Dialkylammoniummonomeren mit monofunktionellen Comonomeren. Vertreter dieser Verbindungsklassen beanspruchen Interesse als Flockungsmittel, Schlammkonditionierungsmittel, Antistatika, elektrisch leitfähige Papierbeschichtungen usw.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist allgemein bekannt, daß die Anwendungseigenschaften wasserlöslicher synthetischer Polymerer und Copolymerer

aus diäthylenungesättigten Ammoniummonomeren bei Einsatz als Flockungsmittel, Koagulierungs- und Schlammkonditionierungsmittel, Reinburgaverminierungsmittel, Autistatika, elektrisch ?

mit zunehmendem Molekulargewicht besser werden, wobei das resultierende Molekulargewicht der Polymeren und Copolymeren, die durch radikalische Polymerisation in wässriger Lösung hergestellt werden, vom Reinheitsgrad der eingesetzten Monomeren, von der Wahl des Initiatorsystems, von der Konzentration an Monomeren und Initiator, von der Zersetzungsgeschwindigkeit des Initiators u. a. m. abhängig ist. Bekannt ist auch, daß diese diäthylenungesättigten Ammoniumverbindungen durch radikalische Initiierung mit entsprechenden Initiatoren wie z. B. Ammoniumperoxidisulfat, Wasserstoffperoxid, organische Peroxidverbindungen, Diazoverbindungen oder Redoxsystemen zu wasserlöslichen linearen Polyanioniumsalzen homopolymerisiert und mit monofunktionellen oder vernetzenden Comonomeren copolymerisiert werden können. Dabei werden die Polymerisationen mit sauerstofffreien Monomerenlösungen unter einer Inertgasatmosphäre ausgeführt, da Sauerstoff prinzipiell mit Radikalen reagiert und so die Polymerisation inhibieren kann. So werden nach Angaben der US-PS 3 472 740 wasserlösliche Homopolymere des Dimethyldiallylammoniumchlorids durch ein Verfahren erhalten, bei dem der Polymerisationsprozeß durch thermischen Zerfall von Ammoniumperoxidisulfat unter einer Stickstoffatmosphäre ausgelöst wird. In der US-PS 3 639 208 wird offenbart, daß man lineare, wasserlösliche Copolymerisate des Dinethyldiallylammoniumchlorid (im folgenden als DMDAAC bezeichnet) mit Acrylamid durch radikalische Polymerisation bei 50 °C erhalten kann, wenn man die Monomerenlösung durch Stickstoffspülung vom gelösten Sauerstoff befreit und die Reaktion unter Inertgas ablaufen läßt, wobei die Polymerisation durch das Redoxsystem Ammoniumpersulfat-Natriummetabisulfit initiiert wird. Sehr hoch-

gen zu entwickeln, das Homo- oder Copolymerisate mit relativ hohem Molekulargewicht liefert, die dann als Flockungsmittel, Antistatika, elektrisch leitfähige Papierbeschichtungen, Schlammkonditionierungsmittel, Textilveredlungsmittel, Koagulierungsmittel, Reibungsverminderungsmittel usw. einsetzbar sind.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein neues Verfahren zur Homopolymerisation von diäthylenungesättigten Ammoniumverbindungen und zur Copolymerisation dieser Verbindungen mit monofunktionellen oder aber multifunktionellen, vernetzenden neuen Comonomeren zu entwickeln, das eine Vereinfachung gegenüber bekannten Lösungen darstellt, wobei sich die entstehenden Polymerisate in ihren Eigenschaften wenig oder nicht von vergleichbaren Polymerisaten, die nach bisher bekannten Verfahren hergestellt wurden, unterscheiden sollen.

Merkmale der Erfindung

Es wurde überraschenderweise gefunden, daß wasserlösliche, hochmolekulare Homopolymerisate, lineare Copolymerisate sowie verzweigte und/oder anteilig vernetzte Copolymerisate aus diäthylenungesättigten Dialkylammoniumsalzen, vorzugsweise DMDAAC, die für die vorstehend genannten Einsatzgebiete in sehr guter Weise geeignet sind, auch dann entstehen, wenn man unter dem Einfluß der äußeren Atmosphäre arbeitet, sofern man die Initiatorkonzentration und/oder die Konzentration des Chelatisierungsmittels erhöht und/oder eine erhöhte Temperatur einstellt sowie bei der Herstellung der verzweigten und/oder anteilig vernetzten Copolymeren gegebenenfalls die Vernetzerkonzentration erhöht.

gen zu entwickeln, das Homo- oder Copolymerisate mit relativ hohem Molekulargewicht liefert, die dann als Flockungsmittel, Antistatika, elektrisch leitfähige Papierbeschichtungen, Schlammkonditionierungsmittel, Textilveredlungsmittel, Koagulierungsmittel, Reibungsverminderungsmittel usw. einsetzbar sind.

Darlegung des Wesens der Erfindung

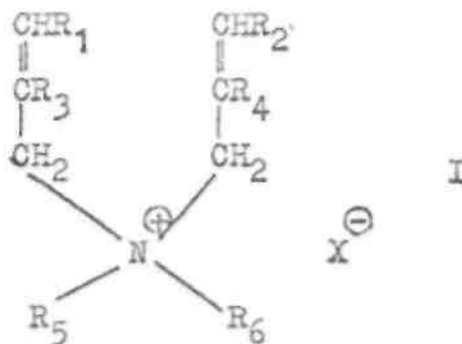
Aufgabe der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein neues Verfahren zur Homopolymerisation von diäthylenungesättigten Ammoniumverbindungen und zur Copolymerisation dieser Verbindungen mit monofunktionellen oder aber multifunktionellen, vernetzenden neuen Comonomeren zu entwickeln, das eine Vereinfachung gegenüber bekannten Lösungen darstellt, wobei sich die entstehenden Polymerisate in ihren Eigenschaften wenig oder nicht von vergleichbaren Polymerisaten, die nach bisher bekannten Verfahren hergestellt wurden, unterscheiden sollen.

Merkmale der Erfindung

Es wurde überraschenderweise gefunden, daß wasserlösliche, hochmolekulare Homopolymerisate, lineare Copolymerisate sowie verzweigte und/oder anteilig vernetzte Copolymerisate aus diäthylenungesättigten Dialkylammoniumsalzen, vorzugsweise DMDAAC, die für die vorstehend genannten Einsatzgebiete in sehr guter Weise geeignet sind, auch dann entstehen, wenn man unter dem Einfluß der äußeren Atmosphäre arbeitet, sofern man die Initiatorkonzentration und/oder die Konzentration des Chelatisierungsmittels erhöht und/oder eine erhöhte Temperatur einstellt sowie bei der Herstellung der verzweigten und/oder anteilig vernetzten Copolymeren gegebenenfalls die Vernetzerkonzentration erhöht-

in Vergleich zu bevorzugten Ausführungsformen der bereits bekannten Verfahren, bei denen die Polymerisation in Abwesenheit von Sauerstoff erfolgt. Die Eigenschaften der nach unserem Verfahren unter Einfluß der äußeren Atmosphäre hergestellten Polymerisate und Copolymerisate unterscheiden sich nicht von denen der nach bekannten Verfahren unter Ausschluß von Sauerstoff hergestellten Homo- und Copolymerisate. Als diäthylenungesättigte Dialkylammoniumverbindungen werden hauptsächlich Verbindungen der allgemeinen Formel I



eingesetzt, in der R_1 , R_2 , R_3 , R_4 jeweils Wasserstoff oder einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und R_5 , R_6 jeweils einen Alkylrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen oder einen Benzylrest oder einen Phenylrest und X ein Halogenid, Nitrat, Hydroxid, Hydrogensulfat oder Dihydrogenphosphat bedeuten.

Als höherfunktionelle, vernetzende Cononomere werden Verbindungen der allgemeinen Formel III



verwendet, in der R_{13} ein divalentes Radikal $-(\text{CH}_2)-$ oder ein divalentes Radikal $-(\text{CH}=\text{CH})-$ oder ein divalentes Radikal $-(\text{O}-\text{CH}_2\text{-CH}_2)-\text{O}-$ oder einen divalenten Arylenrest oder einen divalenten Cycloalkylenrest und x, y, z ganze Zahlen mit x 0 bis 20, z 0 bis 5 und y 1 bis 4 bedeuten.'

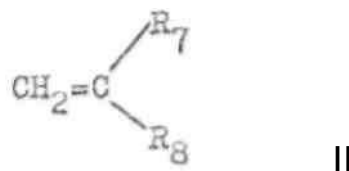
R_{14} , R_{15} und R_{16} bedeuten Wasserstoff oder Alkylreste mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder Cycloalkylenreste mit

5 bis 6 Kohlenstoffatomen oder Arylenreste mit 6 bis 9 Kohlenstoffatomen wie Maleinsäurediallylester, Fumarsäurediallylester, Äthylenglykolbisallylcarbonat.

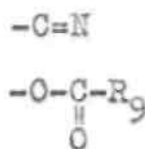
Bei der radikalischen Copolymerisation der vorstehend genannten diäthylenungesättigten Dialkylammoniumverbindungen I mit 0,5 bis 5 Mol% mehrfach äthylenungesättigten, vernetzenden Comonomeren III wie z. B. Fumarsäurediallylester, Maleinsäurediallylester werden unter dem Einfluß der äußeren Atmosphäre hochmolekulare, wasserlösliche, verzweigte und/oder anteiilig vernetzte Copolymere erhalten, die in hervorragender Weise zur Heratellurg elektrisch leitfähiger Papierbeschichtungen geeigret sind. Es sind nur geringe Auftragsgewichte der Streichmasse notwendig, um elektrisch leitfähige Papiere herzustellen, die über weite Bereiche der relativen Luftfeuchte eine hinreichende Leitfähigkeit aufweisen. Die beschichteten, elektrisch leitfähigen Papiere weisen keine Klebrigkeit auf, so daß eine komplikationslose Weiterverarbeitung dieser Papiere möglich ist.

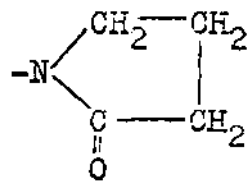
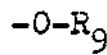
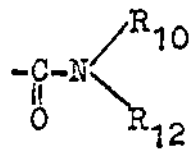
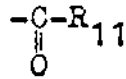
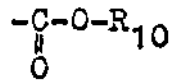
Als vernetzende Comonomere können auch andere höherfunktionelle Comonomere wie z. B. Divinylbenzol, Methylenbisacrylamid, Triallylaminhydrochlorid, Tetraallylammoniumchlorid eingesetzt werden.

Als monofunktionelle Cokomponenten können Verbindungen der allgemeinen Formel II



eingesetzt werden, in der R₇ Wasserstoff, Halogen, Alkyl-, Cycloalkyl-, Aryl-, Alkaryl-, Aralkylradikale und R₈ Aryl-, Alkarylradikale und Radikale der folgenden Formel





wobei R₉ Alkyl oder Cycloalkyl, R₁₀ Wasserstoff oder Alkyl, R₁₁ Wasserstoff oder Methyl und Äthyl, R₁₂ Wasserstoff oder

ist, bedeuten, wie z. B. Acrylamid, Acrylnitril, Diacetonacrylsäureamid.

Nach dem Verfahren hergestellte Homopolymerisate des DMDAAC und Copolymerisate des DMDAAC mit den oben aufgeführten nonofunktionellen Comonomeren eignen sich z. B. für den Einsatz als Flockungsmittel oder Antistatika.

Als Initiatoren der radikalischen Polymerisation der Verbindung I oder der Copolymerisation der Verbindung I mit monofunktionellen oder multifunktionellen Comonomeren II und III können solche Verbindungen eingesetzt werden, die bei Anregung freie Radikale bilden, wie z. B. wasserlösliche Peroxidisulfate, anorganische oder organische Peroxide, Azoverbindungen u. ä.. Als Starter für die Polymerisation kann man auch ein Redoxsystem verwenden, vor allem dann, wenn man bei relativ tiefen Temperaturen polymerisieren

will. Gebräuchliche Redoxsysteme sind z. B. Natriummetabisulfit-Kalium- oder Ammoniumperoxidisulfat-Eisen(II)- oder Kupfer(II)-salze, das System Peroxidisulfat-Ascorbinsäure, das System Peroxidisulfat-Lithiumbromid oder das System Permanganat-Oxalsäure. Dementsprechend werden nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wasserlösliche, hochmolekulare Polymerisate aus diäthylenungesättigten Dialkylammoniumverbindungen der allgemeinen Formel I und lineare Copolymere aus den Verbindungen I und II und verzweigte und/oder anteilig vernetzte Copolymerisate aus den Verbindungen I und III hergestellt, indem man eine wässrige Lösung der Monomeren herstellt, die etwa 10 bis 80 Gew.% Monomeres I und gegebenenfalls Comonomeres enthält, ein Chelatisierungsmittel in einer Menge von 100 ppm bis ca. $5 \cdot 10^{-3}$ Mol pro Mol Monomeres hinzufügt, die Temperatur der Monomerlösung auf etwa 20 °C bis 100 °C einstellt, den Initiator kontinuierlich in einer Menge von 10^{-3} bis 10^{-1} Mol je Mol Monomeres zusetzt und die Polymerisation isotherm oder adiabatisch ablaufen lässt.

Die Erfindung soll durch folgende Ausführungsbeispiele erläutert werden:

Beispiel 1

50 g einer 50gew.%igen Dimethyldiallylammoniumchloridlösung werden in einer geeigneten Polymerisationsapparatur mit 200 ppm Dinatriumdihydrogenäthylendiamintetraacetat-2-hydrat (EDTA) und 200 mg Malonsäurediallylester versetzt und auf 95 °C temperiert. Dazu dosiert man 900 mg Ammoniumperoxidisulfat ($3,95 \cdot 10^{-3}$ Mol) gelöst in 10 ml Wasser kontinuierlich innerhalb 100 Minuten. Danach wird die Polymerlösung noch etwa 30 Minuten bei etwa 100 °C gehalten. Zur Isolierung des Polymeren kann die Polymerlösung mit Wasser verdünnt und das Polymere durch Eingießen der wässrigen Lösung in einen Nichtlöser, wie z. B. Aceton, ausgefällt werden. Das in quantitativer Ausbeute anfallende Polymere hat

in 1 n Natriumchlorid bei 30 °C die gleiche Grenzviskosität wie ein Polymeres, das nach bisher üblicher Verfahrensweise durch Polymerisation unter Inertgasatmosphäre bei Anwendung etwas verminderter Mengen an Initiator und Chelatisierungsmittel (z. B. 764 mg Peroxidisulfat, 100 ppm EDTA) gewonnen wurde.

Die so erhaltene Polymerlösung ist in ihren Eigenschaften vergleichbar mit Copolymerisaten, die durch Copolymerisation unter Inertgas mit verminderter Vernetzerkonzentration (0,4 Mol% Fumarsäurediallylester) und Initiatorkonzentration (0,29 Mol Disulfit, 0,29 Mol Peroxidisulfat) bei sonst gleichen Bedingungen gewonnen wurden, und eignet sich hervorragend für den Einsatz als Konduktivharz für elektrisch leitfähige Papiere.

Beispiel 2

7,6 kg 50gew.%ige DMDAAC-Lösung (24,5 Mol) werden in einer geeigneten Polymerisationsapparatur mit 45,8 g Weinsäure (0,325 Mol) vorgelegt und auf 40 °C temperiert. Nachdem der Ansatz mit 95 g Natriummetabisulfit (0,5 Mol), 2,1 g Eisen(II)-ammoniumsulfat ($5 \cdot 10^{-3}$ Mol) und 106 g Fumarsäurediallylester (0,8 Mol%) versetzt wurde, wird eine 1 molare Ammoniumperoxidisulfatlösung kontinuierlich unter Rühren über einen Zeitraum von 50 Minuten mit einer Geschwindigkeit von 10 ml pro Minute zugepumpt.

Die so erhaltene Polymerlösung ist in ihren Eigenschaften vergleichbar mit Copolymerisaten, die durch Copolymerisation unter Inertgas mit verminderter Vernetzerkonzentration (0,4 Mol% Fumarsäurediallylester) und Initiatorkonzentration (0,29 Mol Disulfit, 0,29 Mol Peroxidisulfat) bei sonst gleichen Bedingungen gewonnen wurden, und eignet sich hervorragend für den Einsatz als Konduktivharz für elektrisch leitfähige Papiere.

Beispiel 3

In einer geeigneten Polymerisationsapparatur werden 7,6 kg ca. 50gew.%iger DMDAAC-Lösung und 100 ppm Dinatriumdihydrogenäthylendiamintetraacetat-2-hydrat auf 45 °C temperiert. Nachdem zu der temperierten wäßrigen Monomerlösung 285 g Acrylamid (4 Mol), 105 g Natriummetabisulfit (0,55 Mol), 2,1 g Bisen(II)-ammoniumsulfat ($5 \cdot 10^{-3}$ Mol) versetzt wurde, wird eine 1 molare Ammoniumperoxidisulfatlösung über einen Zeitraum von 55 Minuten mit einer Geschwindigkeit von 10 ml pro Minute zugepumpt. Nach beendeter Zugabe wird die Polymerlösung unter Rühren noch 30 Minuten bei 50 °C gehalten.

Die so erhaltene wäßrige Copolymerlösung ist in ihren Eigenschaften vergleichbar mit Polymerisat, die durch Copolymerisation unter Inertgas mit etwas verminderter Initiatorkonzentration (0,29 Mol Metabisulfit, 0,29 Mol Peroxidisulfat) bei sonst gleichen Bedingungen gewonnen wurden, und eignet sich in sehr guter Weise für den Einsatz als Flockungsmittel.

Beispiel 4

50 g einer 50gew.%igen DMDAAC-Lösung und 425 mg Diäthylenglykolbisallylcarbonat (1 Mol%) werden bei Umgebungstemperatur und unter Einfluß der äußeren Atmosphäre mit 0,80 g Ammoniumperoxidisulfat ($3,5 \cdot 10^{-3}$ Mol) und 304,5 mg Lithiumbromid ($3,5 \cdot 10^{-2}$ Mol) versetzt und 24 Stunden stengelassen. Zur Isolierung des Polymeren kann die Polymerenlösung mit Wasser verdünnt und das Polymere durch Eingießen der wäßrigen Lösung in einen Nichtlöser, wie z. B. Aceton, ausgefällt werden. Das in quantitativer Ausbeute anfallende Polymere hat in 1 n Natriumchlorid bei 30 °C die gleiche Grenzviskosität wie ein Polymeres, das nach gleicher Verfahrensweise wie Beispiel 1 durch Polymerisation unter Inertgasatmosphäre bei Anwendung von Ammoniumperoxidisulfat als Initiator

gewonnen wurde.

Die so erhaltene Polymerlösung ist in ihren Eigenschaften vergleichbar mit Copolymerisaten, die durch Copolymerisation unter Inertgas mit verminderter Vernetzerkonzentration (0,4 Mol% Fumarsäurediallylester) und Initiatorkonzentration (0,29 Mol Disulfit, 0,29 Mol Peroxidisulfat) bei sonst gleichen Bedingungen gewonnen wurden, und eignet sich hervorragend für den Einsatz als Konduktivharz für elektrisch leitfähige Papiere.

Beispiel 5

50 g einer 50gew.%igen DMDAAC-Lösung und 680 mg Terephthalsäurediallylester (1,5 Mol%) werden entsprechend Beispiel 1 copolymerisiert. Die Isolierung des Copolymeren erfolgt ebenfalls wie im Beispiel 1 beschrieben. Für das in quantitativer Ausbeute anfallende, weiße, kaum hygroskopische Copolymere wurde in 1 n Natriumchlorid-Lösung bei 30 C eine Grenzviskosität bestimmt, die ca. 100 % höher liegt als die Grenzviskosität des unter gleichen Bedingungen erhaltenen Homopolymeren des DMDAAC. Die so erhaltene Polymerlösung ist in ihren Eigenschaften vergleichbar mit Copolymerisaten, die durch Copolymerisation unter Inertgas mit verminderter Vernetzerkonzentration (0,4 Mol% Fumarsäurediallylester) und Initiatorkonzentration (0,29 Mol Disulfit, 0,29 Mol Peroxidisulfat) bei sonst gleichen Bedingungen gewonnen wurden, und eignet sich hervorragend für den Einsatz als Konduktivharz für elektrisch leitfähige Papiere.

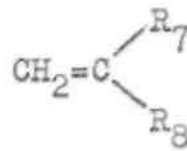
Beispiel 6

50 einer 50gew.%igen wäßrigen DMDAAC-Lösung werden in einer Polymerisationsapparatur entsprechend Beispiel 1 mit 470 mg Cyclohexyldicarbonsäurediallylester (1 Mol%) copolymerisiert. Für das durch Eingießen der wäßrigen Copolymerenlösung in Aceton in fast quantitativer Ausbeute

anfallende, weiße, kaum hygroskopische, wasserlösliche Copolymere wird in 1 n Natriumchlorid-Lösung bei 30 °C eine Grenzviskosität gemessen, die etwa 100 % höher liegt als die Grenzviskosität des unter gleichen Bedingungen ohne Zusatz des Comonomeren erhaltenen Polymerisates des DMDAAC. Die so erhaltene Polymerlösung ist in ihren Eigenschaften vergleichbar mit Copolymerisaten, die durch Copolymerisation unter Inertgas mit verminderter Vernetzerkonzentration (0,4 Mol% Fumarsäurediallylester) und Initiatorkonzentration (0,29 Mol Disulfit, 0,29 Mol Peroxidisulfat) bei sonst gleichen Bedingungen gewonnen wurden, und eignet sich hervorragend für den Einsatz als Konduktivharz für elektrisch leitfähige Papiere.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von hochmolekularen, wasserlöslichen Polyammoniumverbindungen durch Polymerisation von wasserlöslichen diäthylenungesättigten Dialkylammoniumverbindungen oder durch Copolymerisation dieser Verbindungen mit monofunktionellen Comonomeren der allgemeinen Formel



oder höherfunktionellen, vernetzenden Comonomeren in Gegenwart eines Initiators, gekennzeichnet dadurch, daß die wäßrigen Lösungen der diäthylenungesättigten Dialkylammoniumverbindungen, gegebenenfalls mit mindestens einem der monofunktionellen Comonomeren oder mit ,0,01 bis 5 Mol%, bezogen auf die monomere Dialkylammoniumverbindung, mindestens einem höherfunktionellen, vernetzenden Comonomeren der allgemeinen Formel



mit einem Gesamtmonomergehalt von 10 bis 80 Gew.-% unter Zugabe eines Polymerisationsinitiators in Konzentrationen von 10^{-3} bis 10^{-1} Mol pro Mol Monomeres, unter Zusatz eines Chelatisierungsmittels in Konzentrationen zwischen 100 ppm und $5 \cdot 10^{-2}$ Mol pro Mol Monomeres in Gegenwart von Luftsauerstoff, in wäßriger Lösung, bei Temperaturen zwischen 10 °C und 115 °C homopolymerisiert oder mit mono- oder höherfunktionellen Comonomeren copolymerisiert werden.

2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß höherfunktionelle, vernetzende Comonomere der allge-

meinen Formel



Verbindungen sind, in denen R_{13} ein divalentendes Radikal $-(CH_2)-$ oder ein divalentendes Radikal $-(CH=CH)-$ oder ein divalentendes Radikal $-(O-CH_2-CH_2)_z-O-$ oder einen divalenten Arylenrest oder einen divalenten Cycloalkylenrest bedeutet, x, y, z ganze Zahlen sind mit x 0 bis 20, z 0 bis 5 und y 1 bis 4. R_{14} R_{15} und R_{16} bedeuten Wasserstoff oder Alkylreste mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder Cycloalkylreste mit 5 bis 6 Kohlenstoffatomen oder Arylreste mit 6 bis 9 Kohlenstoffatomen wie Maleinsäurediallylester, Pumarensäurediallylester, Äthylenglykolbisallylcarbonat.

3. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß als Polymerisationsinitiator eine Peroxidverbindung wie z. B. Ammoniumperoxidisulfat oder Alkaliperoxidisulfat verwendet werden.
4. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß als Polymerisationsinitiator das Redoxsystem Ammoniumperoxidisulfat-Natriummetabisulfit, gegebenenfalls mit katalytischen Mengen eines Schwermetallsalzes oder Ammoniumperoxidisulfat-Lithiumbromid so angewendet wird, daß das Reduktionsmittel vorgelegt und das Oxidationsmittel zudosiert wird.
5. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß dem System ein Chelatisierungsmittel wie Weinsäure, Citronensäure, Phosphorsäure, Natriumäthylendiamintetraacetat zugefügt wird.
6. Verfahren nach Punkt 1 bis 4, gekennzeichnet dadurch, daß die erhaltenen Homo- oder Copolymerlösungen für den Einsatz als Flockungsmittel, Antistatika, Textilveredlungsmittel, Schlammconditionierungsmittel, Koagulierungsmittel, Reibungsverminderungsmittel, elektrisch leitfähige Papierbeschichtungen verwendet werden.