



BAZI TEKSTİL LİFLERİNİN YÜZEYLERİNİN ATOMİK KUVVET MİKROSKOBU İLE NANO BOYUTTA İNCELENMESİ*

Serpil KORAL KOÇ
Aslı ŞENGÖNÜL HOCKENBERGER
Uludağ Üniversitesi Müh.-Mimarlık Fakültesi Tekstil Müh. Böl.

ÖZET

Bu çalışmada bazı tekstil liflerinin yüzey özellikleri atomik kuvvet mikroskobu (AKM) yardımı ile incelenmiştir. Çalışmada işlem görmemiş, işlem görmüş (plazma ile yüzey modifikasyonu ve hava-jetli tekstüre) ve katkılı lifler olmak üzere üç grup lif kullanılmıştır. Yapılan çalışmalar sonucunda yüzey analizlerinde yaygın olarak kullanılan ve malzemelerin yüzeylerini nanometre seviyesinde görüntüleyebilen AKM'nin tekstil liflerinin yüzeylerini incelemek için de kullanılabilir etkili bir yöntem olduğu görülmüştür.

Anahtar Sözcükler : Atomik kuvvet mikroskobu, tekstil lifi, yüzey analizi, yüzey modifikasyonu

INVESTIGATION OF SURFACE MORPHOLOGY OF SOME TEXTILE FIBRES IN NANOSCALE BY ATOMIC FORCE MICROSCOPY

ABSTRACT

In this study the surface characteristics of some textile fibres were investigated by atomic force microscopy (AFM). In the study three main groups of fibres were used; fibres without any treatment, fibres with a treatment (plasma treatment and air-jet texturing) and fibres with additives. As a result we can confirm that AFM, which is widely used in surface characterization of materials in nanoscales is also a very powerful tool to analyse the surface features of textile fibres.

Keywords : Atomic force microscopy, textile fiber, surface analysis, surface modification

* Bu çalışma 08-12 Haziran tarihleri arasında Eskişehir Anadolu Üniversitesi'nde düzenlenen 5.Ulusal Nanobilim ve Nanoteknoloji Konferansının (NanoTR-V) Tema-K bölümünde sözlü olarak sunulmuştur.

1. GİRİŞ

Tekstil liflerinin hacimsel özellikleri ve yüzey özellikleri malzeme davranışını ve dolayısı ile kullanım yerlerini belirler. Malzemelerin hacimsel özelliklerini ölçmek için pek çok yöntem geliştirilmişken yüzey özelliklerini ölçmek daha zordur. Teknik alanlarda tekstil liflerinin kullanımında yüzey özellikleri çok önemlidir. Islanabilirlik ve yapışma davranışı kompozitlerde önemli iken yüzeyin inorganik veya organik parçacıklarla etkileşimi fonksiyonel bitim işlemleri ve katkılı lif üretimi açısından önemlidir. Ancak tekstil liflerinin yüzey yapıları, iç yapıları gibi iyi anlaşılammıştır. Bunun temel nedeni yüzey inceleme metodlarının yeterli olmamasıdır [1]. Son yıllarda nanoteknolojinin gelişmesiyle malzemelerin yüzey özelliklerini nano boyutlarda inceleyebilen cihazlara olan ihtiyaç da artmaktadır.

Yüzey, maddenin çevresi ile arasında bulunan arabirim olarak tanımlanabilir. İdeal bir katı yüzeyi atomsal olarak düz bir yapıya sahiptir. Ancak gerçekte böyle bir ideal yüzey bulunmamaktadır. Tüm gerçek katı yüzeyleri değişik boyutlarda yüzey pürüzlülüklerine sahiptir [2]. Malzemelerin yüzey pürüzlülüğü ve kimyası yüzeye uygulanan çeşitli yüzey işlemleri yardımıyla değiştirilebilir. Malzemelerin yüzey pürüzlülüklerinin incelenmesinde en yaygın olarak kullanılan yöntemler optik mikroskop, elektron tarama mikroskobu (SEM), taramalı elektron mikroskobu (TEM) ve atomik kuvvet mikroskobu (AKM) analizleridir. Bu yöntemler arasında özellikle AKM son yıllarda büyük önem kazanmaya başlamıştır[3].

1980'lerde bulunan AKM, taramalı uç mikroskopları serisinin bir üyesidir [4]. AKM sıvı ya da katı örneklerin yüzey topografisini nanometre seviyesinde

görüntüleyebilen ve moleküller arası kuvvetleri ölçebilen bir sistemdir. Geliştirilen ilk taramalı uç mikroskobu olan taramalı tünelleme mikroskobuna (STM) kıyasla en büyük avantajı iletken olmayan malzemelerin de AKM ile incelenebilmesidir [5]. Bu nedenle AKM, tekstil malzemelerinin yüzeylerini herhangi bir kaplamaya gerek olmadan inceleyebilen bir yöntemdir. AKM yüzey görüntülemenin yanı sıra micro/nano boyuttaki malzemelerin bölgesel özelliklerini direkt olarak ölçmekte de kullanılabilir.

Bu çalışmada farklı tekstil lifleri kullanılarak AKM ile tekstil liflerinin yüzey özelliklerinin incelenebilirliği araştırılmıştır. AKM'nin tekstil liflerinin yüzeylerini görüntülemeadaki etkiliğini daha iyi anlayabilmek için çalışmaya bazı SEM analizleri de ilave edilmiş ve elde edilen görüntüler karşılaştırılmıştır. Son bölümde AKM ile gerçekleştirilen yüzey görüntüleme çalışmalarına bazı faz görüntüleme denemeleri de dahil edilerek AFM yardımıyla malzemelerin bölgesel özelliklerinin incelenmesi örneklendirilmiştir.

2. DENEYSEL PROSEDÜR

2.1. Malzeme

Bu çalışmada üç temel grup malzeme kullanılmıştır. Bu malzemeler:

1-İşlem görmemiş tekstil lifleri

2-İşlem görmüş tekstil lifleri

a) Argon ve oksijen ile plazma işlemine tabii tutulmuş lifler

b)Hava-jetli tekstüre işlemine tabii tutulmuş lifler

3-Belirli özellikler kazanmaları için lif çekimi sırasında yapılarına çeşitli katkı maddeleri ilave edilmesi ile üretilen liflerdir.

Tablo 1. Çalışmada kullanılan liflere ait üretici firmalar ve liflere verilen kodlar

Lif çeşidi	Lif kodu	Üretici firma
1.Grup; işlem görmemiş lifler - Boyutsal kararlı polietilen tereftalat -Vectran -Lyocell -Rayon	DSPET Vectran Lyocell Rayon	Performance Fibers Kuraray Karsu Karsu
2.Grup; işlem görmüş lifler -Polietilen naftalat -Boyutsal kararlı polietilen tereftalat -Vectran	PEN DSPET Vectran	Performance Fibers Performance Fibers Kuraray
3.Grup; katlı lifler -Antistatik polietilen tereftalat -Antibakteriyel polietilen tereftalat	Antistatik PET (Karbon siyahı katkılı) Antibakteriyel PET (Gümüş iyonu katkılı)	Korteks Korteks

1Çalışmada kullanılan liflere ait üretici firmalar ve liflere verilen kodlar Tablo 1'de belirtilmiştir.

2.2. Metot

2.2.1. Plazma çalışmaları

PEN liflerinin plazma ile yüzey modifikasyonları HD-1A marka, laboratuvar tipi dikey bir plazma cihazı kullanılarak Jiangnan Üniversitesi'nde (Çin) yapılmıştır. Plazma uygulamaları oksijen ve argon olmak üzere iki farklı gaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Lifler 40 W'da 30 Pa basınç altında oksijen ile 90s., argon ile ise 30s. süre ile plazma işlemine tabii tutulmuştur.

2.2.2. Hava-jetli tekstüre çalışmaları

DSPET ve Vectran liflerinin hava-jetli tekstüre işlemleri Uludağ Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü Laboratuvarları'nda bulunan SSM Stähle RM3-T hava-jetli tekstüre makinesinde, 0,8 MPa hava-jeti basıncında, 300 m/dk üretim hızında, 210C ısı fiske fırını sıcaklığında, %3 mekanik germe uygulanarak ve Hemajet T341 tipi hava-jeti kullanılarak gerçekleştirilmiştir. İplikler hava-jetli tekstüre makinesine tek olarak (tek-uç tekstüresi) %15 aşırı besleme oranında beslenmiştir.

2.2.3. AKM çalışmaları

AKM çalışmaları Jiangnan Üniversitesi ve Uludağ Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü Laboratuvarları olmak üzere iki yerde gerçekleştirilmiştir. Jiangnan Üniversitesi'ndeki çalışmalarda Benyuan CSPM4000 model bir AKM cihazı kullanılırken, Uludağ Üniversitesi'nde NanoManyetik Bilimsel Cihazlar Firması tarafından üretilmiş olan bir AKM cihazı kullanılmıştır.

2.2.4. SEM çalışmaları

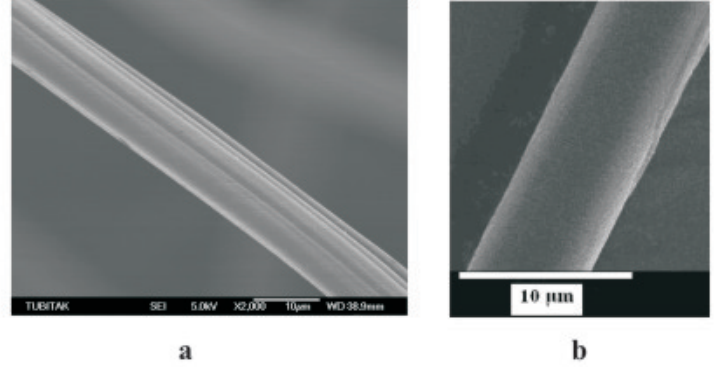
SEM çalışmaları; TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi'nde (MAM) bulunan Jeol JSM-6335F ve Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nde bulunan Carl Zeiss Evo 40 model SEM cihazları kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

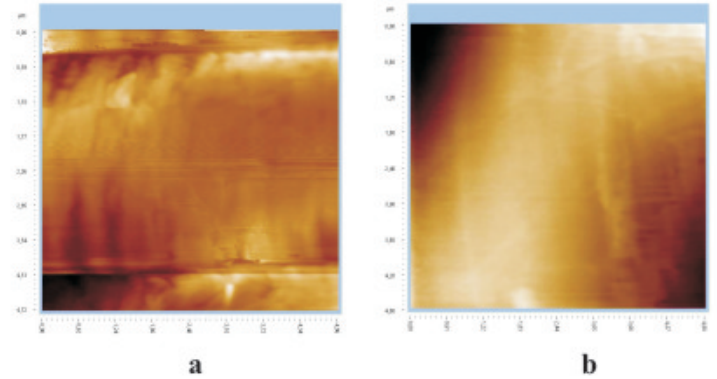
3.1. İşlem görmemiş liflere ait SEM ve AKM görüntüleri

Lyocell ve rayon lifleri aynı hammaddeden; odun hamurundan üretilmektedir. Ancak üretim yöntemlerindeki farklılıklar nedeniyle bu iki lif farklı yüzey özelliklerine sahiptir [6] (Şekil 1, 2). Lyocell lifi

oldukça düzgün bir yüzeye sahipken, rayon lifinde, bu lifin karakteristik özelliği olan yivler ve yüzeydeki homojen olmayan girintili çıkıntılı bölgeler gözlenmektedir.

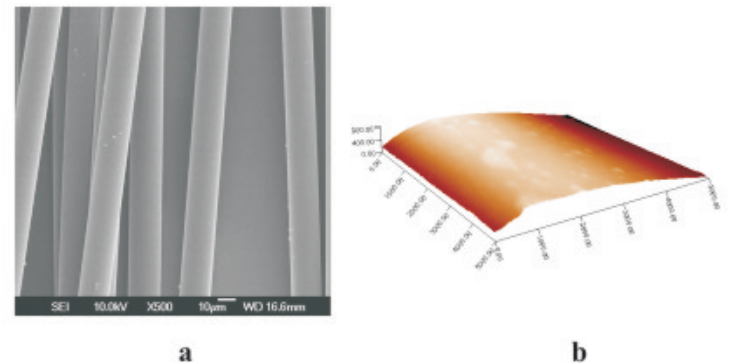


Şekil 1.a) Rayon lifine ait SEM görüntüsü, b) Lyocell lifine ait SEM görüntüsü



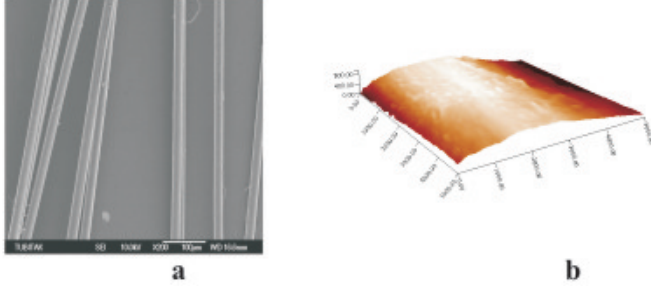
Şekil 2.a) Rayon lifine ait AKM görüntüsü, b) Lyocell lifine ait AKM görüntüsü

İşlem görmemiş DSPET ve Vectran liflerine ait SEM ve AKM görüntüleri sırasıyla Şekil 3 ve Şekil 4'te verilmiştir. İşlem görmemiş DSPET liflerine ait SEM ve AKM görüntüleri incelendiğinde DSPET liflerinin yüzeylerinin oldukça düzgün olduğu ve yüzeyde yer yer bazı bitim yağlarının bulunduğu görülmektedir.



Şekil 3.a) DSPET lifine ait SEM görüntüsü, b) DSPET lifine ait AKM görüntüsü

Vectran liflerine ait yüzey görüntülerinde ise lifler herhangi bir işleme tabii tutulmamış olmalarına rağmen yüzeylerinde bazı fibrillerin olduğu görülmektedir. Vectran liflerine ait AKM görüntüsünde bu lifin yüzey yapısı daha ayrıntılı bir şekilde görülmektedir.

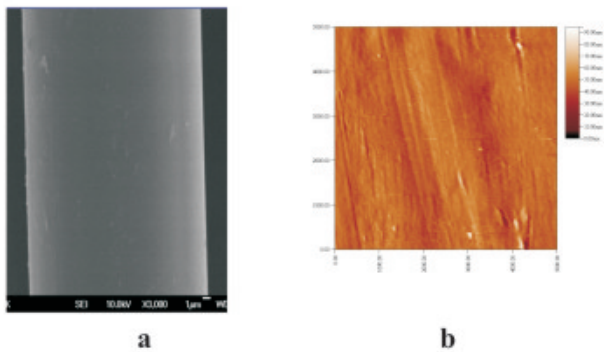


Şekil 4.a) Vectran lifine ait SEM görüntüsü,
b) Vectran lifine ait AKM görüntüsü

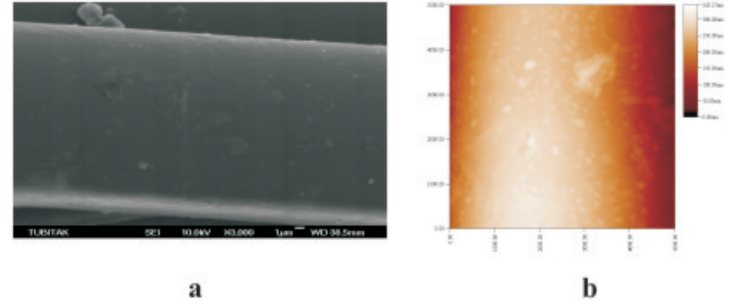
3.2. İşlem görmüş tekstil liflerine ait SEM ve AKM görüntüleri

3.2.1. Plazma işleme tabii tutulmuş PEN liflerine ait SEM ve AKM görüntüleri

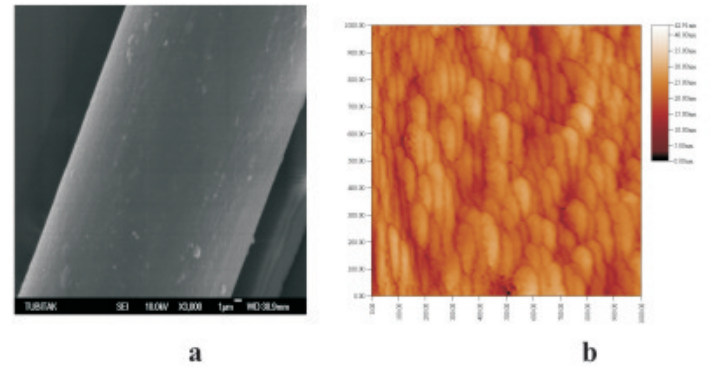
Şekil 5'te PEN lifinin plazma işleme tabii tutulmadan önceki, Şekil 6'da oksijen ile plazma işlemi sonrası, Şekil 7'de ise argon ile plazma işlemi sonrası SEM ve AKM görüntüleri verilmiştir. PEN lifinin plazma işlemi öncesindeki AKM görüntüsü incelendiğinde fibrilsel bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Bu yapı PEN lifinin SEM görüntüsünde AKM görüntüsünde olduğu gibi belirgin değildir. Oksijen ve argon ile plazma işlemi sonrasında PEN lifinin yüzeyinde bazı değişimlerin meydana geldiği hem SEM hem de AKM görüntülerinde gözlenmektedir. Oksijen ve argon plazma işlemi yüzeyde farklı değişimlere neden olmaktadır. Argon ile plazma işlemi yüzey pürüzlülüğünü artırırken oksijen ile plazma yüzey pürüzlülüğünü artırmanın yanı sıra yüzeydeki fonksiyonel gruplarda da değişime sebep olmaktadır[7]. Argon ile plazma işleminin PEN lifinin yüzeyinde yaptığı aşınma AKM görüntülerinde çok net bir şekilde görülmektedir.



Şekil 5.a) PEN lifinin plazma işlemi öncesi SEM görüntüsü,
b) PEN lifinin plazma işlemi öncesi AKM görüntüsü



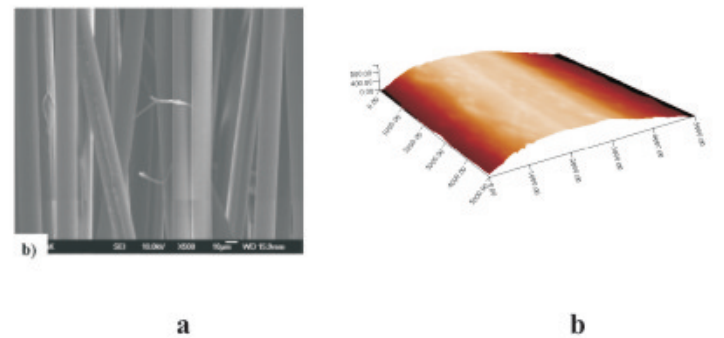
Şekil 6.a) PEN lifinin oksijen ile plazma işlemi sonrası SEM görüntüsü, b) PEN lifinin oksijen ile plazma işlemi sonrası AKM görüntüsü



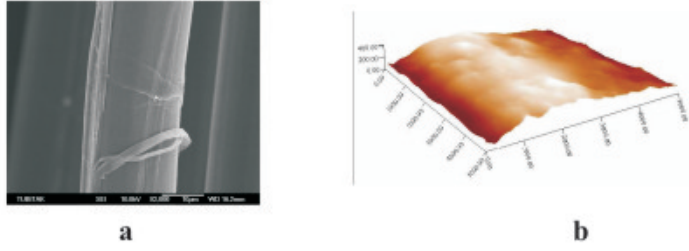
Şekil 7.a) PEN lifinin argon ile plazma işlemi sonrası SEM görüntüsü, b) PEN lifinin argon ile plazma işlemi sonrası AKM görüntüsü

3.2.2. Hava-jetli tekstüre işleme tabii tutulmuş DSPET ve Vectran liflerine ait SEM ve AKM görüntüleri

Hava-jetli tekstüre tamamen mekanik bir işlemdir. Buna rağmen tekstil liflerinin yüzeylerinde bazı değişimlere sebep olduğu yapılan çalışmalarda gözlenmiştir [8]. Hava-jetli tekstüre işlemi sonrasında DSPET ve Vectran liflerine ait yüzey görüntüleri Şekil 8 ve Şekil 9'da verilmiştir.



Şekil 8.a) DSPET lifinin hava-jetli tekstüre işlemi sonrası SEM görüntüsü, b) DSPET lifinin hava-jetli tekstüre işlemi sonrası AKM görüntüsü

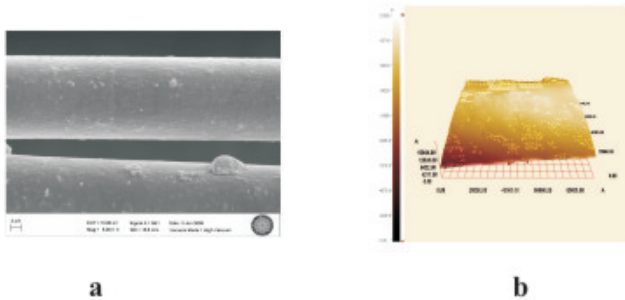


Şekil 9.a) Vectran lifinin hava-jetli tekstüre işlemi sonrası SEM görüntüsü, b) Vectran lifinin hava-jetli tekstüre işlemi sonrası AKM görüntüsü

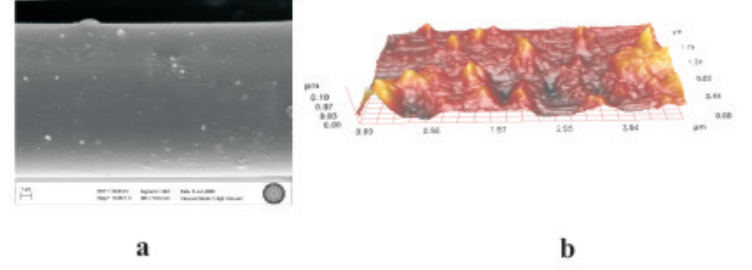
Hava-jetli tekstüre işlemi DSPET liflerinin yüzeylerinde yer yer soyulmalara sebep olmaktadır. Bu durum hem SEM hem de AKM görüntüsünde görülmektedir. Vectran fibril sel bir yapıya ve rijit molekül zincirlerine sahiptir. Bu nedenle hava-jetli tekstüre sonrasında Vectran liflerinin yüzeylerinde DSPET liflerine göre daha çok fibrilleşme meydana gelmektedir. Buna ilave olarak rijit molekül zincirlerindeki kırılmalar ve burkulmalar Vectran liflerinde kırılma çizgilerinin meydana gelmesine sebep olmaktadır [9]. Bu fibril sel yapı ve kırılma çizgileri Vectran lifine ait SEM görüntüsünde net bir şekilde görülmektedir. Vectran lifinin AKM görüntüsünde de lif yüzeyinde meydana gelen değişim belirgindir.

3.3. Katkılı PET liflerine ait SEM ve AKM görüntüleri

Antistatik PET ve antibakteriyel PET liflerine ait SEM ve AKM görüntüleri sırasıyla Şekil 10 ve Şekil 11'de verilmiştir. PET liflerine antistatik özellik karbon siyahı parçacıklarının, antibakteriyel özellik ise gümüş iyonlarının üretim sırasında liflerin yapılarına ilave edilmesiyle kazandırılmaktadır. Her iki lifin yapısında bu parçacıklara ilave olarak TiO₂ de bulunmaktadır. Normalde katkısız üretilen PET lifi düzgün bir yüzeye sahiptir. Ancak Şekil 10 ve 11'de life ilave edilen katkıların etkisiyle lif yüzeyinde bazı pürüzlülüklerin meydana geldiği gözlenmektedir. Bu çalışmada kullanılan antistatik PET lifinde bulunan karbon siyahı parçacıkları antibakteriyel PET lifinde kullanılan gümüş iyonlarına göre daha küçük boyuttadır. Bu boyut farkı PET liflerinin yüzey görüntülerinde görülmektedir.



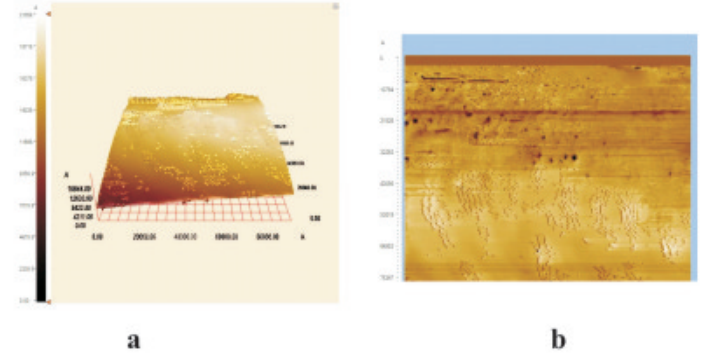
Şekil 10.a) Antistatik PET lifine ait SEM görüntüsü, b) Antistatik PET lifine ait AKM görüntüsü



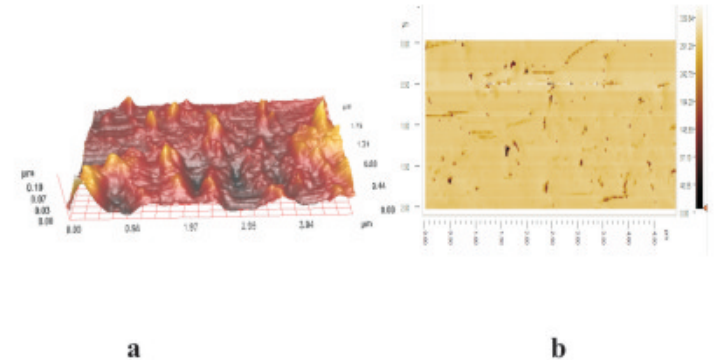
Şekil 11.a) Antibakteriyel PET lifine ait SEM görüntüsü, b) Antibakteriyel PET lifine ait AKM görüntüsü

3.4. Antistatik PET ve Antibakteriyel PET liflerine ait faz görüntüleri çalışmaları

AKM, malzemelerin yüzey topografilerini görüntülemenin yanı sıra verdiği faz görüntüleri yardımıyla yüzeydeki kompozisyon, sürtünme, yapışma ve sertlik gibi bölgesel farklılıkların belirlenmesinde de kullanılabilir [10]. Bu çalışmada antistatik PET ve antibakteriyel PET liflerinin yüzeylerindeki bölgesel farklılıklar faz görüntüleri yardımıyla incelenmiştir (Şekil 12,13).



Şekil 12.a) Katkılı antistatik PET lifine ait topografi görüntüsü, b) Katkılı antistatik PET lifine ait faz görüntüsü



Şekil 13.a) Katkılı antibakteriyel PET lifine ait topografi görüntüsü, b) Katkılı antibakteriyel PET lifine ait faz görüntüsü

Antistatik PET ve antibakteriyel PET liflerine ait faz görüntüleri incelendiğinde liflerin yüzeylerinde bölgesel olarak farklılıkların olduğu gözlenmektedir. Bu çalışmadaki faz görüntülerinde yüzeydeki sert bölgeler daha koyu tonlarla belirtilmiştir. Her iki lifin de yapısında bulunan TiO₂, karbon siyahı ve gümüş iyonlarına göre daha sert bir maddedir. Dolayısı ile yüzeyde TiO₂'in bulunduğu gölgeler daha koyu renkte görülmektedir. Faz görüntülerinin yardımıyla yüzeyin bileşimindeki farklılıklar kolay bir şekilde gözlenebilmektedir.

4.SONUÇ

Bu çalışmada AKM'nin tekstil liflerinin yüzeylerini görüntülemeye etkili bir yöntem olduğu gösterilmiştir. AKM farklı çalışma prensibi sayesinde diğer tekniklerle sağlanamayan yüzey görüntüleri elde edilmesine olanak vermektedir. Topografi görüntüsünün yanı sıra faz görüntüleri de vermesi tekstil liflerinin yüzeylerindeki bölgesel farklılıkların kolay ve hızlı bir şekilde analiz edilmesine olanak vermektedir. Bunlara ilave olarak AKM verdiği kuvvet eğrileri (force curves) yardımıyla mikro/nano boyuttaki malzemelerin mekanik özellikleri hakkında bilgi de vermektedir. Nano liflerle ilgili çalışmaların büyük önem kazandığı günümüzde AKM'nin yüzey görüntülemenin yanı sıra bu tip değişik uygulamalarda kullanımı da önem kazanmaktadır. Sahip olduğu avantajlar nedeniyle AKM'nin tekstil sektöründe çok yaygın olarak kullanılan önemli bir yüzey analiz tekniği olacağına inanılmaktadır.

TEŞEKKÜR

Sağladıkları bilgi ve hammadde desteği nedeniyle Korteks ve Karsu firmalarına, AKM çalışmalarında vermiş oldukları destek nedeniyle NanoManyetik Bilimsel Cihazlar Firması'na, AKM ve plazma çalışmalarındaki yardımlarından dolayı Jiangnan Üniversitesi'nden Prof. Dr. Qufu Wei'ye teşekkür ederiz. Bu çalışma 106M131 numaralı TÜBİTAK projesi kapsamında gerçekleştirilmiştir.

KAYNAKLAR

- 1-Hsieh, Y., (2001), Surface Characteristics of Polyester Fibers. In:C. M. Pastore and P. Kiekens (Editors), Surface Characteristics of Fibers and Textiles, Markel Dekker Inc., USA, p.33-57
- 2-Erbil, H.Y., (2006), Surface Chemistry of Solid and Liquid Interfaces, Blackwell Publishing, India, 352 p.
- 3-Vancso, J., Schön, P., Duvigneau, J., (2009), What's New

in Atomic Force Microscopy of Polymers ? An Update, Microscopy and Analysis, 120, 5, 5-11.

4-Bınnıg, G., Quate C.F., Gerber Ch., (1986), Atomic Force Microscope, Physical Review Letters, 56, 9, 930-933.

5 - http://yunus.hacettepe.edu.tr/~emrecan/stm/afm_ve_tar.htm, Erişim tarihi: 01.08.2008.

6-Collier, B.J., Tortora, P.G., (2001), Understanding Textiles, Prentice Hall Publications, New Jersey, p.152.

7-Mather, R. R., Robson, D., Fotheringham, A. F., Neville, A., Wei, Q. F., Warren, J. M., (2003), Effects of Gas Plasma Treatments of Textiles on Their Technological and Aesthetic Properties, Proceedings of INTEDEC 2003, Section 7B.

8-Koc, S. K., Hockenberger, A.S., Wei, Q., (2008), Effect of Air-jet Texturing on Adhesion Behaviour of Polyester Yarns to Rubber, Applied Surface Science, 254, 7049-7055.

9-Beers, D., Young, R.J., So, C.L., Sikkema, D.J., Perepelkin, K.E., Weedon, G., (2001), Other High Modulus-High Tenacity (HM-HT) Fibres From Linear Polymers. In:J.S.W. Hearle (Editor), High Performance Fibers, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, p.93-101.

10-<http://www.chembio.uoguelph.ca/educmat/chm729/afm/firstpag.htm>, Erişim tarihi: 01.05.2009.