

İlqar Saleh oğlu RƏCƏBOV
UNEC

E-mail: ilqar67@mail.ru,

Aysun Telman qızı ƏHMƏDOVA
AKU

E-mail: ays.axmedova11@gmail.com

TƏBİİ LİF TƏRKİBLİ MƏSAMƏLİ MATERIALLARIN ÜÇÖLÇÜLÜ NANO VƏ MİKRO QURULUŞLARININ TƏDQİQİ

Xülasə

Məqalədə aparılan tədqiqatlarda təbii lif tərkibli məsaməli tekstil materiallarının üçölçülü mikro və nanoquruluşlarının məzmunu araşdırılmış və həmçinin nanoölçülü məsaməliliyi miqdarca təhlil edilmişdir. 3D lazer zondlama skaner mikroskopiya üsulunun köməyi ilə təcrübi olaraq zondlama skaner metodu ilə liflərin üçölçülü strukturunun öyrənilməsi aparılmışdır. Tekstil materiallarının nümunələrinin mikrostrukturunu və nano tədqiqat sınaqları aparılmış, müəyyən edilmişdir ki, tətqiq edilən nümunələrin makroməsaməli divarlarının həcmində üçölçülü şəbəkə və kanallarına qovuşan vaxta qədər 50- 300 nm ölçülərində formalaşır. Məsamələrin orta diametri 120 nm təşkil edir. Məsaməliliyin bu əmsalı divarların makroməsaməliliyinin 41,7% -ni təşkil edir.

Açar sözlər: nanostruktur, mikrostruktur, tekstil materialı, plazma, atomgüclü mikroskop, lazerli 3D konfokal skanedici mikroskop, mikroməsamə, makromolekul.

Giriş

Xüsusi təyinatlı geyimlər tekstil materiallarının mikro və nanostrukturlarının tədqiqi üçün olan yeni təbii materialların quruluşlarının diaqnostikası, yaradılması və dəqiqliyi müxtəlif tətbiq sahələrində çox mühüm əhəmiyyətə malik olur. Bu zaman obyektlərin hazırlanmasında olduğu kimi, eləcə də ölçmələr zamanı dəyişməmiş təbii strukturun nanostruktur səviyyəsində saxlanması və sabitləşdirilməsi materialların mikroskopik tədqiqatında əsas tələb hesab olunur.

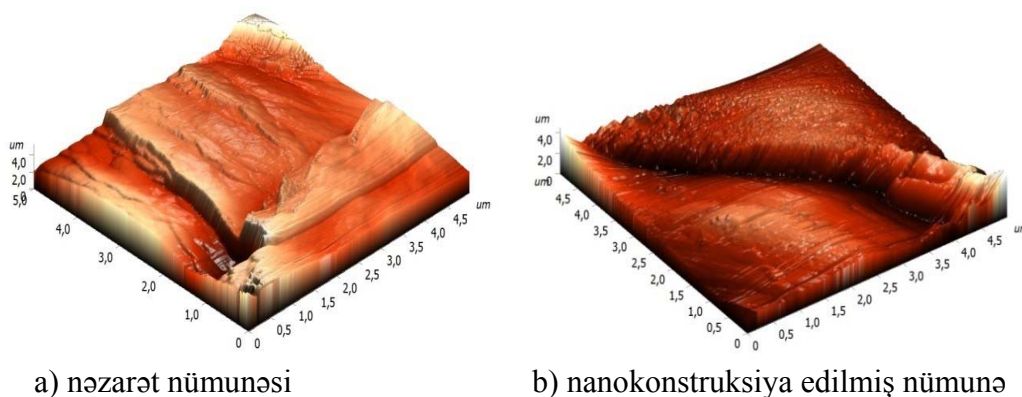
Müasir dövrdə bu məqsədə nail olmaq üçün əsas üsul, yüksək dərəcəli aşağı temperaturlu mikroskopiya hesab olunur. Hal-hazırda bu kimi tədqiqatlar üçün tətbiq edilən elektron mikroskopiya metodları, şübhəsiz, nailiyyətlərdən əlavə həm də verilən metodlarda ziddiyyət dəyişməsi və formalaşdırılması fiziki prinsiplərindən irəli gələn bir sıra çatışmazlıqlar və məhdudiyyətlərə, həmçinin, tədqiqatlar üçün həddən artıq böyük həcmdə avadanlığa və bu işlər üçün böyük əmək tutumuna malikdir. Verilən məhdudiyyətlər xüsusilə əsas etibarilə liflərdən ibarət olan təbii materialların analizi məsələlərində daha çox nəzərə çarpır. Skanedic zondlu mikroskopiya metodları – nanoölçülü dərəcəli tekstil materialının üst səthinin strukturunun dağıdıcı olmayan analizi – elektron mikroskopiyanın nümunələrin strukturunun nümunənin kimyəvi funksiyası elektron dəstə ilə zəif elektron – mikroskopik ziddiyyət zədələnmə ilə əlaqədar pozulması kimi məhdudiyyətlərini aşmağa imkan verir [3, 4].

Təcrübi hissə

ACM seriyasının - təbii tekstil materialının səthinin eyni sahəsinin şəkillərinin əldə edilməsi üçün nümunənin verilən qalınlıqda (20 nm – dən) ardıcıl kəsilmələri hazırlanır. Ölçmə dövrünün avtomatlaşdırılması və optimallaşdırılması bir saat ərzində 10-a qədər, bir eksperiment ərzində isə 10-larla ardıcıl şəkil əldə etməyə imkan verir [5,6].

Aşağıda bu yeni tədqiqat metodunun nanokonstruksiya edilmiş tekstil materiallarının və nəzarət nümunələrinin nano – və mikrostrukturlarına plazmanın təsiri olmadan tətbiqinin nümunələri göstərilmişdir. Tekstil materiallarının nümunələrinin nanokonstruksiya ilkin olaraq “BATT 1500 P/P ПЛИА3МА 3” dövrü fəaliyyətli unikal yarımşənaye plazma qurğusunda qeyri-taraz azaldılmış təzyiqli aşağı temperaturlu plazma axınında bu şəraitdə aparılmışdır: vakuum kamerasında təzyiq $P_k=20-22$ Pa; boşalmanın gücü $W_p=4,0$ kVt; emalın müddəti $\tau=2$ m/dəq; plazmaəmələgətirici qazın sərfi $G=0,04$ q/s.

Tekstil materiallarının nümunələrinin üçölçülü strukturunun araşdırılması üçün nanoobyekt və nanostrukturların üst səthinin fiziki – kimyəvi xüsusiyyətlərinin tədqiq olunması üçün skanedic zondlu mikroskop – təcrübi Ntegra Prima (NT-MDT, Moskva) istifadə edilmişdir. Üst səthin maksimal skan edilmə sahəsi 100×100 mkm təşkil edir. ACM – ölçmələr skanetmənin sürəti 1 Hz olduqda, silikon zondların – kantileverlərin tətbiqi ilə NSC14(MikroMasch Co., Estoniya), rezonans tezliyi 160 kHz olmaqla ucun ayrılıyının radiusu < 10 təşkil etdiyi halda yarımtemas rejimində aparılır.



Şəkil 1. ACM – 3D Şəkil – “Yarımkətan yelkən” parçasının (50% pambıq + 50% kətan) nümunəsinin vizuallaşması

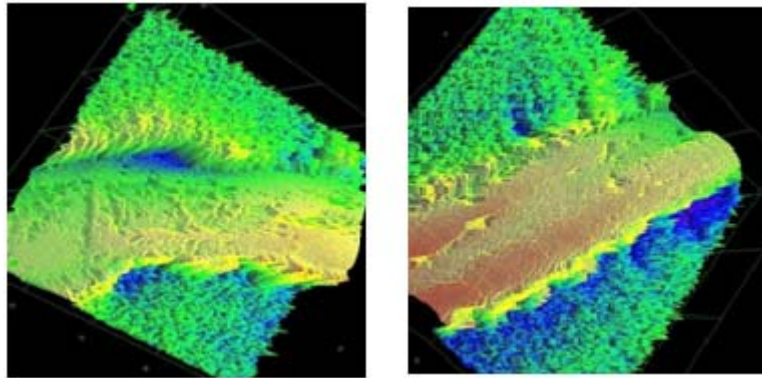
Şəkil 1 – də tekstil materialının nanostrukturunun üçölçülü analizinin araşdırılması göstərilmişdir. Nəticələrin təkrar istehsalının təmin olunması üçün nəzarət və nanokonstruksiya edilmiş nümunələrin araşdırılan təcrübi partiyası nisbətən hamar olmalı, 10 mkm – dən çox olmayan orta codluğa malik olmalıdır ki, bu da sonradan təcrübi nümunələrin üst səthinin ACM – şəkillərinin ardıcıl faza seriyası kimi əldə edilməsinə imkan yaradır.

Təbii tekstil materiallarının təcrübi nümunə partiyasının üst səthinin strukturunun təyin edilməsi birbaşa ölçmə ilə həyata keçirilir. Parçaların nümunələrinin təcrübi partiyası skan edilir və cüt-cüt müqayisə edilirdi (nanokonstruksiya edilmiş nümunələr və nəzarət nümunələri).

“Yarımkətan yelkən” parçasının (50% pambıq + 50% kətan) sərt parça nümunəsinin və QATP axını ilə nanokonstruksiya edilmiş nümunənin tədqiqi zamanı aşkar edilmişdir ki, üst səthin müxtəlif hissələri fərqli topoqrafiyaya malikdir ki, bu da strukturun ümumi qiymətləndirilməsini çətinləşdirir. Nümunənin seçilmiş sahələrinin strukturu 4 mkm amplituda qədər qeyri-hamar səthlə xarakterizə edilir. Tekstil materialının üst səthinin bu bölmələrində bir neçə təbəqədən ibarət olan qatlı struktur formalaşmışdır. Yüksək böyüdülmə zamanı strukturun tədqiqi göstərir ki, nəzarət nümunəsi ilə müqayisədə nanokonstruksiya edilmiş parçanın lifləri daha strukturlaşmış üst səthə malikdir: bu, bir hissəsi lifin oxu boyu istiqamətlənmiş, ölçüləri 50 – 300 mkm olan ayrıca hissəciklərin olması (hissəciklərin düyünləri) ilə xarakterizə edilir.

Tekstil materiallarının təcrübi nümunələrinin nano- və mikrostrukturunun araşdırılması zamanı Olympus OLS LEXT 4000 konfokal lazerli skanedic mikroskopundan istifadə edilir. Belə ki, o, təcrübi nümunələrin 85°-yə qədər əyilməsi zamanı ölçülməsini təmin edir. Ölçmə həddi üfüqi xətt üzrə 120 nm - ədək, şaquli xətt üzrə isə 10 nm - ə qədər olur. Təbii tekstil materiallarının üst səthinin çəkilişi 3D konfokal lazerli skanedic mikroskopu ilə aparılır (KLSM) və bu zaman kiçik böyütmələr əhəmiyyətli fərqlər aşkar etmədi. Buna görə də növbəti tədqiqatlar zamanı ayrıca liflər araşdırılırdı.

Şəkil 2 – də nümunələrin üst səthinin böyüdülmüş KLSM təsviri (95,0x95,0 mkm) verilmişdir. Verilən şəkildə 50 mikron və daha böyük ölçüdə olan makroməsamələri ayıran 5 – 15 mikron qalınlıqda olan liflərin məsaməli divarları görünür ki, bu da daha əvvəl bu cür liflərin quruluşu barədə elektron və konfokal optik mikroskopiya ilə əldə edilmiş məlumatlara uyğun gəlir [7].



a) nəzarət nümunəsi

b) nanokonstruksiya edilmiş nümunə

Şəkil 2. KLSM – 3D şəkil – “Yarımkətan yelkən” parçası (50% pambıq + 50% kətan)

Şəkildə ölçüləri 50-200 nm arasında dəyişən nanokonstruksiya edilmiş nümunələrin makroməsamələrinin divarlarında əhəmiyyətli miqdarda nanoölçülü və submikron məsamələri nəzərə çarpır. Eyni zamanda nəzarət nümunələrində olduğu kimi strukturun ayrı - ayrı elementləri 40 – 70 nm hissəciklərdən ibarətdir. İkiölçülü ACM – seriyalı şəkillərin Image Analysis Nova 1.0.26.1443 proqram paketinin köməyiylə statistik analizi bu cür şəkillər üçün məsamələri ölçülərinə görə təsnif etmək və məsaməliyinin səviyyəsini bütün məsamələrin ümumi sahəsinin makroməsamənin kəsiminin divarının üst səthinin ümumi sahəsinə münasibəti kimi müəyyən etməyə imkan verir. Bu yolla məsaməliliyin səviyyəsini hesablanması 41,7% təşkil edir: məsamələr

sırasının orta diametri 120 mkm olarsa, sahə vahidinə düşən məsamələrin orta miqdarı 3,81/mkm–2-dir. Lakin həcmli məsaməliyin parametrlərinin təyin edilməsi üçün və xüsusilə də məsamə sisteminin qarşılıqlı əlaqəsi üçün ayrıca 20 ACM – şəkillərin emalı yetərli deyil. Bu halda lifin məsaməli strukturunun üçölçülü analizi vacibdir.

Nəticə

Bu işdə tekstil materiallarının liflərinin üçölçülü strukturunun ACM və KLMS – şəkil metodları ilə araşdırılması göstərilmişdir. Zondlu skanedic mikroskopiyanın köməyiylə həcmli strukturun rekonstruksiyası, tədqiq olunan liflərin makroməsaməli divarlarının həcmində ölçüləri 50 – 300 nm olan ayrıca hissəciklərin (hissəciklərin düyünləri) mövcud olmasını nümayiş etdirirdi. Makro nümunələrin divarlarının məsaməliyinin həcmli əmsalı 41,7% təşkil edir. Bu zaman öz aralarında birləşmiş məsamələrin həcmli payı bütün məsamələrin həcmnin 20 % - ni təşkil edir. Əldə edilən nəticələr göstərir ki, işlənib hazırlanmış zondlu skanedic mikroskopiya metodu lifli materialların mikro- və nanoməsaməli həcmində üçölçülü nanostruktur araşdırma və vizuallaşdırma üçün də istifadə oluna bilər. Skanedic zondlu mikroskopiya metodunun mikro- və nanoməsamələr sisteminin xarakteristika və topologiyasının analizi üçün istifadə olunması verilən xarakteristikalara malik yeni tekstil materiallarının işlənməsi və hazırlanmasının effektivliyini artırmağa imkan verir.

Bu yolla tekstil materiallarının nümunələrinin nano- və mikrostrukturunun tədqiqi göstərmişdir ki, üçölçülü paylanma, orta ölçülər, məsaməlilik səviyyəsi və lifin makroməsaməsinin divarları həcmində submikron məsamələrin və nanoməsamələrin qarşılıqlı birləşməsi dərəcəsi kimi xarakteristikalar onların fiziki xüsusiyyətləri və müxtəlif hopdurmalarla bəzəmə məqsədilə tətbiq imkanları üçün böyük əhəmiyyət kəsb edir. Tərəfimizdən əldə edilən məsaməlilik parametrləri bu cür lifin divarlarının mayələrin keçməsi üçün uyğun dərəcədə məsaməli olduğunu düşünməyə imkan verir. Lifdə 150 nm ətrafında orta ölçülərdə məsamələrin olması onların dərin kanallarına aminurşuların, peptidlərin və digər funksional aktiv hissəciklərin keçməsinə təmin edir. Beləliklə də, ehtimal edirik ki, lifin divarlarında tərəfimizdən müşahidə edilən əlaqəli nanoməsamə sistemi liflərin üst səthinin qeyri-taraz aşağı temperaturu azaldılmış təzyiqli plazma axını ilə nano-konstruksiyası nəticəsində müşahidə edilən islanmasının yüksək effektivliyini təmin edən əsas amillərdən biridir.

ƏDƏBİYYAT

1. Pilhofer M, Ladinsky M.S., McDowell A.W., Jensen G.J. Bacterial TEM: new insights from cryomicroscopy. *Methods Cell Biol.* 2010; 96: 21–45. doi: 10.1016/S0091-679X(10)96002-0.
2. Bouchet-Marquis C, Hoenger A. Cryoelectron tomography on vitrified sections: a critical analysis of benefits and limitations for structural cell biology. *Micron.* 2011; 42 (2): 152–162. doi: 10.1016/j.micron.2010.07.003.
3. Matsko N. Atomic force microscopy applied to study macromolecular content of embedded biological material. *Ultramicroscopic.* 2007; 107: 95–105. doi: 10.1016/j.ultramic.2006.05.009.
4. Gallyamov M.O. Scanning Force Microscopy as Applied to Conformational Studies in Macromolecular Research. *Macromolecular Rapid Communications.* 2011; 32 (16): 1210–1246. doi: 10.1002/marc.201100150.
5. Alekseev A., Efimov A., Lu K., Loos J. Threedimensional electrical property reconstruction of conductive nanocomposites with nanometer resolution. *Advanced Materials.* 2009; 21 (48): 4915–4919.
6. Mochalov K.E., Efimov A.E., Bobrovsky A.Yu., Agapov I.I., Chistyakov A.A., Oleinikov V.A., Nabiev I. Highresolution 3D structural and optical analyses of hybrid or composite materials by means of scanning probe microscopy combined with the ultramicrotome technique: an example of application to engineering of liquid crystals doped with fluorescent quantum dots. *Proceedings SPIE.* 2013; 8767: 876708. doi:10.1117/12.2017088.

7. Хамматова Э.А. Проведение исследований микроструктуры экспериментальных образцов наноструктурированных текстильных материалов //Вестник технологического унта, 2016. – Т.19. – №3. – С. 89-92.

Илгар Салех оглы Раджабов
(UNEC)

E-mail: ilgar67@mail.ru,

Айсун Телман кызы Ахмедова
(АУК)

E-mail: ays.axmedova11@gmail.com

Исследование трехмерных нано- и микроструктур природных волокносодержащих пористых материалов

Резюме

В статье рассматриваются проведенные исследования трехмерной микро и наноструктуры пористых текстильных материалов с содержанием натуральных волокон, а также выполнен количественный анализ наномасштабной пористости. Производилось изучение трехмерной структуры волокон методом сканирующей зондовой микроскопии при помощи экспериментальной установки сканирующего зондового микроскопа и конфокального лазерного сканирующего 3D микроскопа. Проведены исследовательские испытания нано и микроструктуры образцов текстильных материалов. Установлено, что в объеме стенок макропор исследуемых образцов формируется трехмерная сеть сообщающихся пор и каналов с размерами от 50 до 300 нм. Средний диаметр пор составляет 120 нм. Объемный коэффициент пористости стенок макропор составляет 41,7%.

***Ключевые слова:* Наноструктура, микроструктура, текстильный материал, плазма, атомносиловой микроскоп, конфокальный лазерный сканирующий 3D микроскоп, микропора, макромолекула.**

Ilqar Saleh Rajabov
UNEC

E-mail: ilgar67@mail.ru

Aysun Telman Ahmedova
ACU

E-mail: ays.axmedova11@gmail.com

Study of three-dimensional nano and micro structures of natural fiber containing porous materials

Summary

The article discusses the conducted research three-dimensional micro-and nanostructure of porous textile materials with natural fibers, as well as performed quantitative analysis of nanoscale porosity. Produced the study of threedimensional fiber structure by scanning probe microscopy with the experimental setup of the scanning probe microscope and confocal laser scanning 3D microscopy. Conducted research testing the nano and micro structure of specimens of textile materials. It is established that the volume of the walls of the macropores of the studied samples formed three-dimensional network of interconnecting pores and channels with sizes from 50 to 300 nm. The average pore diameter is 120 nm. Volumetric coefficient of porosity of the walls of the macropores is 41.7%.

***Key words:* Nanostructure, microstructure, textile material, plasma, atomic force microscope, confocal laser scanning 3D microscope, micropore, macromolecule.**