

mag. Lidija Tušek, univ. dipl. inž.
dr. Simona Strnad, univ. dipl. inž.

doc. dr. Karin Stana-Kleinschek, univ. dipl. inž.

Univerza v Mariboru, Fakulteta za strojništvo, Inštitut za tekstilno kemijo, ekologijo in koloristiko,
Laboratorij za obdelavo in preskušanje polimernih materialov, Smetanova 17, Maribor,
e-pošta: lidija.tusek@uni-mb.si, simona.strnad@uni-mb.si, karin.stana@uni-mb.si

red. prof. dr. Volker Ribitsch

Karl-Franzes Universität Graz, Institut für Chemie, Rheology und Kolloidforschung, Graz, Avstrija,
e-pošta: volker.ribitsch@kfunigraz.ac.at

Dr. Carsten Werner

Institut für Polymerforschung, Hohe Str. 6, Dresden, Nemčija, e-pošta: cwern@ipfdd.de

Analiza površine vlaken z mikroskopijo atomskih sil (AFM)

Mikroskopija atomskih sil (ang.: atomic force microscopy – AFM) je ena od oblik mikroskopij, ki omogoča opazovanje neprevodnih površin v nanometrskem merilu. Razvila sta jo Nobelova nagrajenca s področja fizike, Binnig in Rober [5, 6]. Od izuma leta 1986 pa do danes je mikroskop atomskih sil postal zelo pomemben inštrument v laboratorijih za fiziko trdnih snovi, kemijskih, polimernih in bioloških laboratorijih, pojavlja pa se tudi že v industriji. Izredno uporaben je na področju tekstilstva, čeprav njegovih zmožnosti na tem področju do sedaj še niso intenzivneje raziskali.

Struktura vlaken je zapletena. Večinoma je morfologija površine drugačna od tiste v notranjosti. Oblika površine vlaken vpliva na procese, ki se odvijajo na mejnih površinah. Zato je toliko bolj pomembno uvajanje novih metod na področje analize površinskih lastnosti vlaken. Mikroskop atomskih sil AFM nudi informacije o fibrilni strukturi vlaken, poleg tridimenzionalne analize površine vlaken omogoča tudi merjenje medmolekulskih in medatomskih sil velikostnega reda nekaj nN. V primerjavi z elektronskim mikroskopom je priprava vzorca mnogo enostavnejša. V prispevku je opisan princip delovanja AFM in predstavljeni rezultati analize PA6 filamenta. Na površini PA6 monofilamenta je vidna fibrilna struktura. Najmanjši fibrili, ki jih je mogoče razločiti, imajo premer le nekaj 10 nm. Združujejo se v večje fibrilne snope, ki v najširših predelih merijo 1 do 2 μ m. Praznine in vdolbine na površini so različno velike (30–200 nm) in so okrogle ali ovalne oblike, usmerjene v smeri osi vlakna. Površina filamenta je v smeri osi vlakna manj razbrazdana; višinska razlika med najnižjimi in najvišjimi področji znaša v prečni smeri do 70 nm, v vzdolžni smeri pa do 30 nm.

Ključne besede: mikroskop atomskih sil, obdelava slik, površinska analiza, struktura, vlakna, PA6

Investigation of Fibre Surfaces Using Atomic Force Microscopy (AFM)

Atomic force microscopy (AFM) is one of the most modern types of microscopy enabling nanoscale imaging of both conducting and insulating surfaces. It was developed by the Nobel Prize winners in physics, Binnig and Rober. Since its invention in 1986 the atomic force microscope has become useful in industry and as a very important laboratory instrument in different fields of research such as physics, chemistry, polymers and biology. This method can also be applied in textile research although the researchers working in this field are few.

The structure of fibres is very complex. In most cases the morphology of the fibre surface differs from the morphology of the core. The characteristics of the fibre surface influence the processes at the interfaces which makes any surface analysis of the fibres extremely important, and the introduction of new methods valuable. AFM gives a three-dimensional nanoscale image of the surface thus revealing additional information about the fibrillar structure of the fibres. It can also be used for intermolecular and intercolloidal force measurements sensing forces even smaller than 1 nN. A sample preparation prior to imaging is much simpler compared to electron microscopy.

In this paper the basic AFM operation is discussed and the topography of PA6 filament is analysed using AFM. The fibrillar structure can be seen at the fibre surface. The smallest detectable fibrils are in the range of about 10 nm in width. They are congregated in bigger fibril bundles having up to 1–2 μm in diameter. Cavities and niches vary in width (30–200 nm) and shape (round or oblong). They are oriented in the direction of the fibre. The surface of the filament is less furrowed in the direction of the fibre; the difference in height between the highest and the lowest regions alongside is only up to 30 nm and transverse up to 70 nm.

Keywords: atomic force microscopy, image processing, surface analysis, structure, fibres, PA6

1.0 UVOD

Struktura vlaken je v vseh tekstilnih raziskavah ključnega pomena, saj določa lastnosti vlaken. Do danes so bile razvite mnoge metode, s katerimi lahko preučujemo strukturo vlaken. Na osnovi številnih analiz so bili razviti modeli strukture vlaken, ki bolj ali manj uspešno razlagajo eksperimentalne izsledke. Kljub intenzivnim raziskavam pa zaradi kompleksnosti strukture vlaken in omejitve uveljavljenih metod ostaja še veliko odprtih vprašanj in dvomov, zato je uvajanje novih metod zelo pomembno.

Nadmolekulske strukture vlaken zaradi njene kompleksnosti ni mogoče v celoti analizirati z eno samo metodo. Obstajajo številne metode, od katerih vsaka daje odgovore na vprašanja o stanju na določenem nivoju oz. v določenem segmentu strukture. Ponavadi je potrebno za ustvarjanje vtisa o dejanskem stanju strukture opraviti vzporedno več različnih analiz (rentgenske strukturne analize, FT-IR in NMR spektroskopija, DSC ...). V mnogih primerih so rezultati različnih strukturnih analiz in določanja lastnosti vlaken vodili do nastanka strukturnih modelov [1, 2, 3]. Žal pa nobeden od teh modelov ne velja za vsa področja lastnosti vlaken in njihove uporabe [4].

Največkrat model ni v merilu, zato lahko prihaja do napačne predstavitve zgradbe orientiranih vlaken: popačenih medsebojnih razmerij in napačnih predstav o dimenzijah in razporeditvi mikrofibrilov, kristalinitet in amorfnih področij [12].

Dodatni problem predstavlja raznolikost modelov. Skoraj vsaka skupina raziskovalcev, ki se je ukvarjala s strukturo in modifikacijami zaradi toplotne ali mehan-

ske obdelave delno kristalinih polimerov, je razvila svoj strukturni model, da bi razložila raziskovane pojave [13].

Pri strukturnih raziskavah se s pridom uporablja tudi elektronski mikroskop (EM). Z njim je možno »videti« nadmolekulske strukture vlaken, zato se je uporaba EM na področju strukturnih raziskav vlaken zelo uveljavila in postala tako rekoč osnovna metoda za odslikavo nadmolekulske strukture vlaken. Kljub široki uporabi te metode pa raziskovalci razvijajo vedno nove načine mikroskopiranja, da bi olajšali pripravo neprevodnih vzorcev.

Eden takšnih načinov je uporaba mikroskopa atomskih sil (ang.: *atomic force microscopy – AFM*), s katerim lahko opazujemo tako prevodne kot tudi popolnoma neprevodne vzorce, predhodna priprava vzorcev pa je mnogo enostavnejša kot pri EM. Delati je mogoče pri atmosferskih pogojih in tudi v različnih tekočih medijih.

Tehnike AFM zagotavljajo povsem varno opazovanje mehkih polimerov in bioloških substanc. Bistvena prednost AFM je vsekakor to, da se poleg odslikav površin materialov s to metodo lahko opravljajo tudi analize nekaterih fizikalnih lastnosti na površini v nanometrskem merilu in sicer togosti oz. elastičnosti, trenje, kapacitivnosti, toplotne prevodnosti, razporeditve magnetnih, električnih in adhezijskih sil po vzorcu, pa tudi meritve medmolekulskih in medatomske sil velikostnega reda nekaj nN.

Naša raziskovalna skupina si največ obeta ravno od zadnjega, saj želimo v prihodnosti razviti metodo, ki bi dajala informacije o interakcijskih sposobnostih vlaknotvornih polimerov.

1.1 Zgodovina AFM

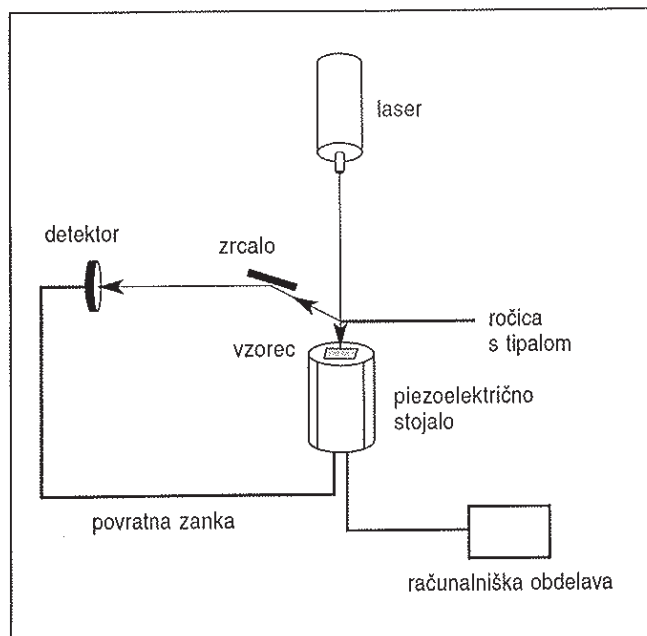
Leta 1986 sta Gerd Binnig in Heinrich Rohrer prejela Nobelovo nagrado na področju fizike za izum *scanning* tunelnega mikroskopa (ang.: *Scanning Tunneling Microscope – STM*), s katerim je moč opazovati površinske atome [5]. Namenjen je opazovanju površin prevodnih snovi. Literaturnih virov o pomembnosti STM pri raziskavah vlaken nismo zasledili, zato ga v tem prispevku omenjamo le kot metodo, na osnovi katere so razvili AFM.

Tipalo STM približajo prevodnemu vzorcu tako, da se elektronska »oblaka« atomov vzorca in tipala prekrijeta. Če priključijo med tipalo in vzorec napetost, nastane šibki tok (tunelni) skozi energijsko pregrado med konico tipala in vzorcem. Tunelski tok je odvisen od razdalje med tipalom in vzorcem, kar omogoča ločljivost do približno 0,2 nm in opazovanje skoraj posamičnih atomov. Velika omejitev STM je, da zahteva prevodne vzorce.

Leta 1985 so Binnig in sodelavci predstavili podobno napravo, s katero lahko opazujemo tudi neprevodne vzorce – mikroskop atomskih sil (AFM) [6]. Delovanje AFM ne temelji na zaznavanju toka, pač pa sil med atomi tipala in vzorca.

1.2 Osnovni princip delovanja AFM

Delovanje mikroskopa atomskih sil je podobno delovanju gramofona. Podobno kot gramofonska igla drsi po plošči, tipalo AFM drsi po površini vzorca. Ročica s tipalom se zaradi zaznanih sil med tipalom in vzorcem odkloni, njen odklon pa se pretvori v informacijo o višini vzorca.



Slika 1: Sestavni deli mikroskopa atomskih sil

Mikroskop atomskih sil je shematsko predstavljen na sliki 1. Bistveni sestavni deli so: ročica s tipalom, piezoelektrično stojalo, sistem za merjenje odklona ročice (običajno laser in fotocelica), elektronsko vezje, ki upravlja povratno zanko, in računalnik, ki omogoča nastanek slik. Ključni element AFM je ročica s tipalom, ki je običajno iz silicija ali silicijevega nitrída. Dimenzije ročice (dolžina 100–500 μm , širina 10–40 μm , debelina 0,5–5 μm) dajejo prožnostno konstanto ročice $10^{-2} - 10 \text{ N/m}$, kar je manj kot v povprečju znaša prožnostna konstanta med atomi v trdni snovi (10 N/m) [7]. Prav to omogoča zaznavo sil velikostnega reda $10^{-4} - 10^{-13} \text{ N}$.

Vrsto ročice izberemo glede na namen. Za atomsko ločljivost je poleg ustrezne prožnostne konstante ročice potrebno še ostro tipalo. Ročica je na eni strani vpet v nosilec, na prostem koncu pa se nahaja tipalo s krivinskim radijem okoli 10 nm, ki mora zagotoviti čim manjšo stično površino z vzorcem. Z najostrejšimi tipali lahko dosežemo bočno-ločljivost 1–2 nm. Odvisno od izvedbe AFM lahko tipalo drsi ob površini vzorca ali pa se premika vzorec pod tipalom. V obeh primerih se za mikroskopske premike (0,01 nm – 100 μm) v x, y in z smeri uporabljajo piezoelektrični materiali, za katere je značilno, da zaradi priključene napetosti spremenijo svoje dimenzije oz. zaradi mehanskih obremenitev ustvarijo napetost.

Sama meritev poteka tako, da tipalo približamo vzorcu na določeno razdaljo, nato pa tipalo drsi oz. tipa ob površini vzorca. Zaradi višinskih razlik na površini vzorca se ročica odklanja, njene odklone beleži detektorski sistem. Laserski žarek usmerimo na zadnjo stran ročice, nato s fotocelico opazujemo premike odbitega žarka. Računalnik na osnovi tega napravi topografsko sliko vzorca, ki jo lahko naknadno obdelamo s programsko opremo. Največkrat uporabljeni možnosti sta analiza hrapavosti površine in analiza odseka slike, ki omogoča določitev vseh treh razsežnosti strukturnih elementov.

Na sliki 2 so prikazane sile, ki delujejo med tipalom in vzorcem v odvisnosti od razdalje med njima, ob desnem robu so shematično prikazani temu ustrezni položaji ročice s tipalom. V začetku eksperimenta je razdalja med tipalom in vzorcem velika, tipalo se vzorcu vse bolj približuje (A). To je področje, kjer še ni stika med tipalom in vzorcem (ang.: *non-contact*), AFM zaznava sile, ki delujejo na daljših razdaljah. Če na tipalo delujejo privlačne sile, se bo ročica upognila proti vzorcu, v primeru odbojnih sil pa stran od njega. Na shemi je prikazan prvi primer.

S postopnim približevanjem se atomi tipala in atomi vzorca v začetku rahlo privlačijo. Privlačne sile se še povečujejo, vse dokler ne postanejo tako močne, da tipalo »skoči« na vzorec (B). Govorimo, da je tipalo v stiku s površino vzorca (ang.: *contact*). Razdalja med tipalom in vzorcem znaša le nekaj desetih nanometra,

kar ustreza dolžini kemijske vezi. Uravnovešenju interakcijskih sil sledi nastanek odbojnih sil, ker so atomi tako tesno skupaj, da se njihovi elektronski oblaki elektrostaticno odbijajo.

Od stika dalje se odklon ročice povečuje, vzorcu pa se približa tudi tisti del ročice, ki je vpet v nosilec (C). Če je ročica dovolj toga, lahko tipalo prodre skozi površino vzorca in ga poškoduje. Za doseg zadovoljive ločljivosti je potrebna ustrezna sila, s katero deluje tipalo na površino vzorca. Odvisno od nastavitve in medija, v katerem izvajamo meritev, lahko te sile dosežejo vrednost 10^{-7} N [8, 9]. Sile so največje, če izvajamo meritev v atmosferskem zraku, kjer svoj delež prispevajo tudi kapilarne sile, ki nastanejo zaradi tankega sloja kondenzirane vodne pare, ki prekriva večino površin pri atmosferskih pogojih. Če želimo resnično informacijo o površini vzorca, mora tipalo »predreti« vodni sloj. Sile in poškodbe mehkih materialov lahko zmanjšamo, če uporabimo tekočinsko celico, v katero položimo vzorec in ročico s tipalom ter tako merimo v tekočem mediju. Še boljša rešitev je AFM tehnika izme-

ničnega dotikanja (ang.: *tapping*). Vzorcju približamo ročico, ki niha. Tipalo ni v stalnem stiku z vzorcem, pač pa le krajše časovne intervale. S spremembo frekvence ali amplitude nihanja dobimo informacijo o površini.

Ko odmikamo ročico in tipalo stran od vzorca, se odbojne sile zmanjšujejo in celo preidejo v privlačne sile (D). Zaznane privlačne sile so posledica kapilarnih sil, saj v primeru izvajanja meritev na zraku vodni sloj na površini vzorca »ujame« tipalo.

Ko se tipalo uspe »odlepiti« od površine vzorca, se prekine stik in v poštev pridejo sile, ki delujejo na daljše razdalje (E).

Kot je prikazano na sliki 2, lahko glede na sile, ki jih zaznavamo, ločimo tri glavne tehnike AFM: (1) v stiku – *contact*, (2) brez stika – *non-contact* in (3) izmenično dotikanje – *tapping*. Obstaja še vrsta drugih AFM tehnik, ki za trenutno obravnavo niso tako pomembne in so podrobno opisane v literaturi [10].

2.0 EKSPERIMENTALNI DEL

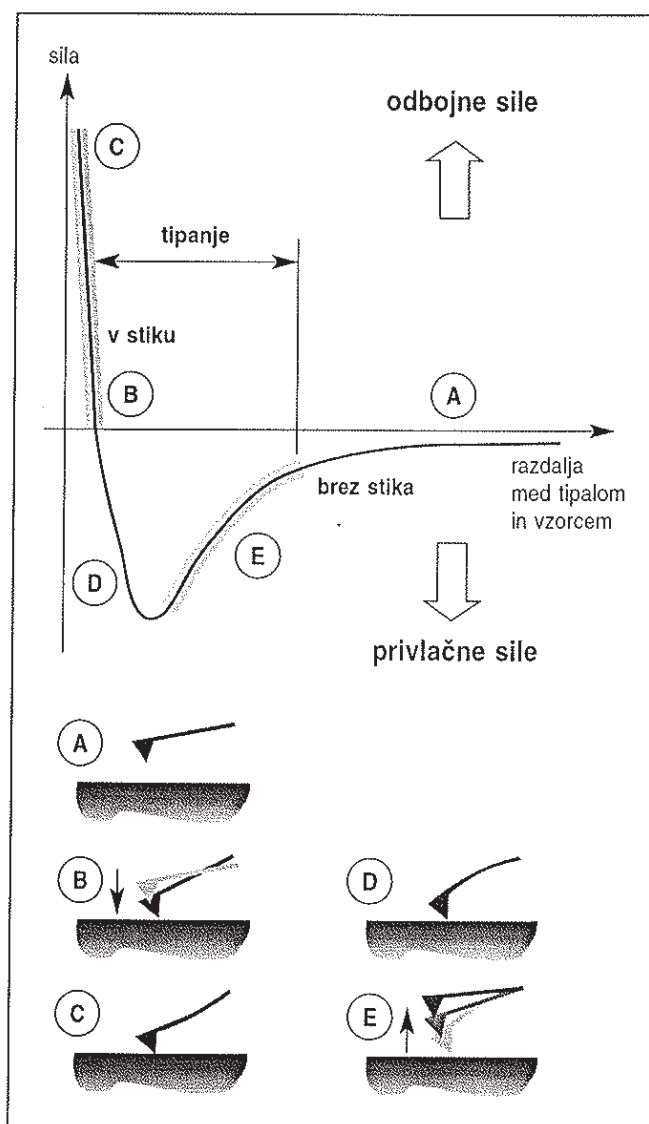
2.1 Priprava vzorcev

V raziskavi smo uporabili PA6 monofilament, debeline 0,2 mm, izdelan v BASF. Pred analizo smo ga v napetem stanju prali 3 ure v vodi in 3 ure v etanolu pri 40 °C. Filament smo nalepili na objektno steklo z obojestranskim samolepilnim trakom in opazovali z AFM.

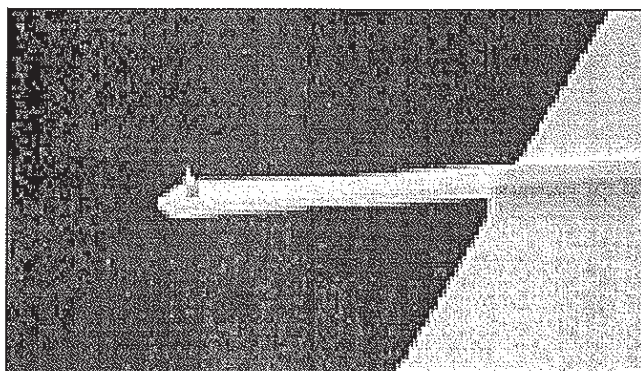
2.2 Metoda

Da smo zagotovili reprezentativnost predstavljenih rezultatov, smo merili na 17-ih merilnih mestih na različnih delih filameta. Predstavljamo najbolj tipične rezultate.

Meritve smo izvedli na sistemu Dimension 3100 SPM (Digital Instruments, Veeco Metrology Group, Santa Barbara, CA, ZDA). Analizo smo opravili s tehniko v stiku in s tehniko izmeničnega dotikanja. V prvem pri-



Slika 2: Interakcije med tipalom AFM in vzorcem



Slika 3: Posnetek monokristalne silicijeve ročice s tipalom – povečava [11]

meru smo uporabili monolitno ročico s tipalom iz silicija, ki se standardno uporablja za tehniko v stiku (dolžina: $450\ \mu\text{m}$, prožnostna konstanta: $0,2\ \text{N/m}$; krivinski radij tipala: manj kot $10\ \text{nm}$, višina tipala: več kot $10\ \mu\text{m}$) in pri tipalni tehniki monolitno ročico z ostrejšim tipalom iz silicija (dolžina: $228\ \mu\text{m}$, prožnostna konstanta: $1,5\text{--}6,3\ \text{N/m}$, lastna frekvenca: $63\text{--}100\ \text{kHz}$, krivinski radij tipala: do $5\ \text{nm}$, višina tipala: $10\text{--}15\ \mu\text{m}$). Posnetek monolitne silicijeve ročice s tipalom s scanning elektronskim mikroskopom je prikazan na sliki 3.

Ker v obravnavani analizi pri izbranih površinah vzorca nismo opazili bistvenih razlik med slikami in torej nobenih poškodb pri tehniki v stiku, so v nadaljevanju predstavljeni samo rezultati s tehniko v stiku.

3.0 REZULTATI Z RAZPRAVO

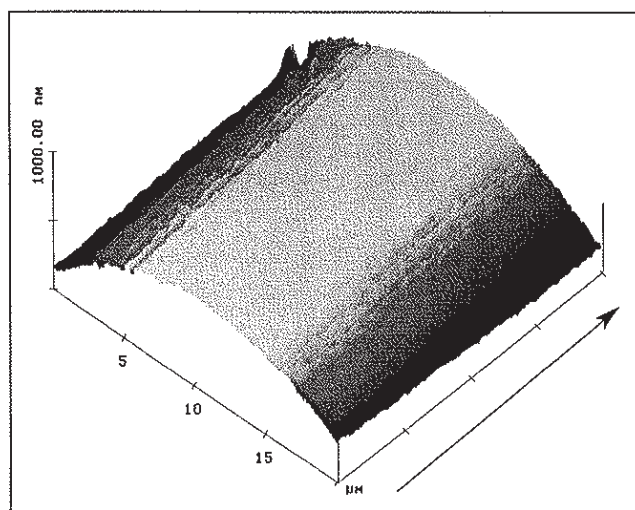
Rezultati analize površine PA6 monofilamenta z AFM so prikazani na slikah 4–7. Programska oprema AFM omogoča barvno in razsežnostno različne prikaze rezultatov, ki so v bistvu tridimenzionalni. Temnejša področja na prikazanih slikah so realno nižja od svetlejših. Možno je tudi, da poleg realnih višinskih razlik kontraste na slikah povzročajo različne elastične lastnosti kristalinih in amorfni predelov.

Na sliki 4 je tridimenzionalni prikaz filameta na površinskem izseku $20 \cdot 20\ \mu\text{m}^2$. Vidna je ukrivljenost površine zaradi okroglega prereza filameta, vendar je pretirana. Upoštevati je potrebno, da ima ravnina, v kateri ležita osi x in y , razsežnosti $20 \cdot 20\ \mu\text{m}^2$, z os, ki predstavlja višino vzorca, pa meri le $1\ \mu\text{m}$. Filament ima v premeru $200\ \mu\text{m}$, zato je višina loka zajete površine vzorca le okoli $0,5\ \mu\text{m}$. Kljub temu pa ukrivljenosti ne moremo zanemariti, ker zastrira dejansko strukturo površine pri prikazu. Posamezni fibrili se iz najnižjih točk dvigajo največ $70\ \text{nm}$ visoko in zato ne povzročijo zadostnih kontrastov. Področja ob robu so počrnjena, ker ležijo mnogo nižje od centralnega dela, ki se nahaja na najvišji točki filameta.

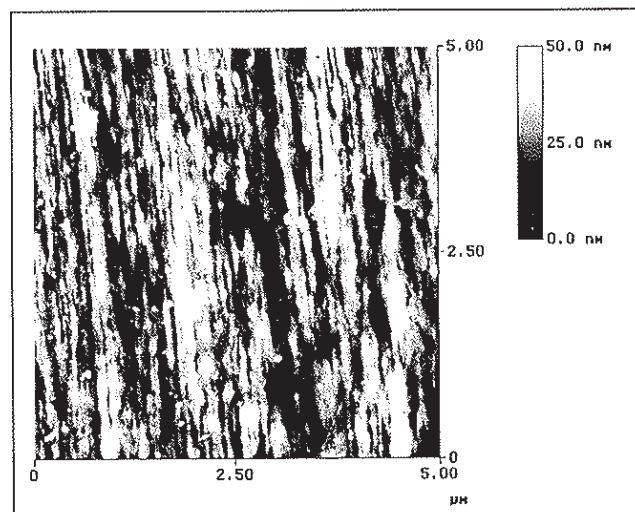
Da bi se izognili vplivu ukrivljenosti površine, smo analizirali manjše površine vzorca. Na sliki 5 je prikazana površina filameta, ki meri $5 \cdot 5\ \mu\text{m}^2$. Vidna je fibrilna struktura.

S pomočjo analize odseka slike (primer je prikazan na sliki 7) smo izmerili vse zanimive strukturne elemente na površini. Na izbranem vzorcu potegnemo poljubno orientirano črto in zgoraj levo se izriše profilna krivulja, na katero lahko postavimo do 3 pare drsnikov, ki jih lahko po krivulji poljubno premikamo. Glede na položaj drsnikov dobimo podatke o dolžini krivulje, vertikalni in horizontalni razdalji ter kotu med postavljenim parom drsnikov.

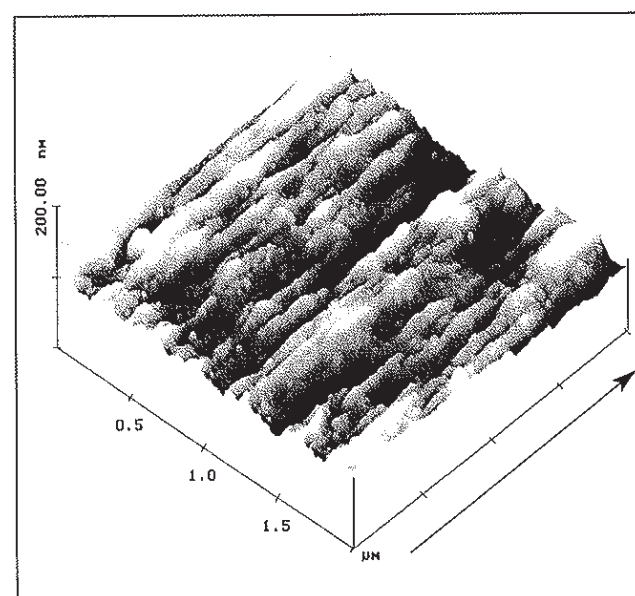
Najmanjši fibrili, ki jih je mogoče razločiti, imajo premer le nekaj $10\ \text{nm}$. Združujejo se v večje fibrilne



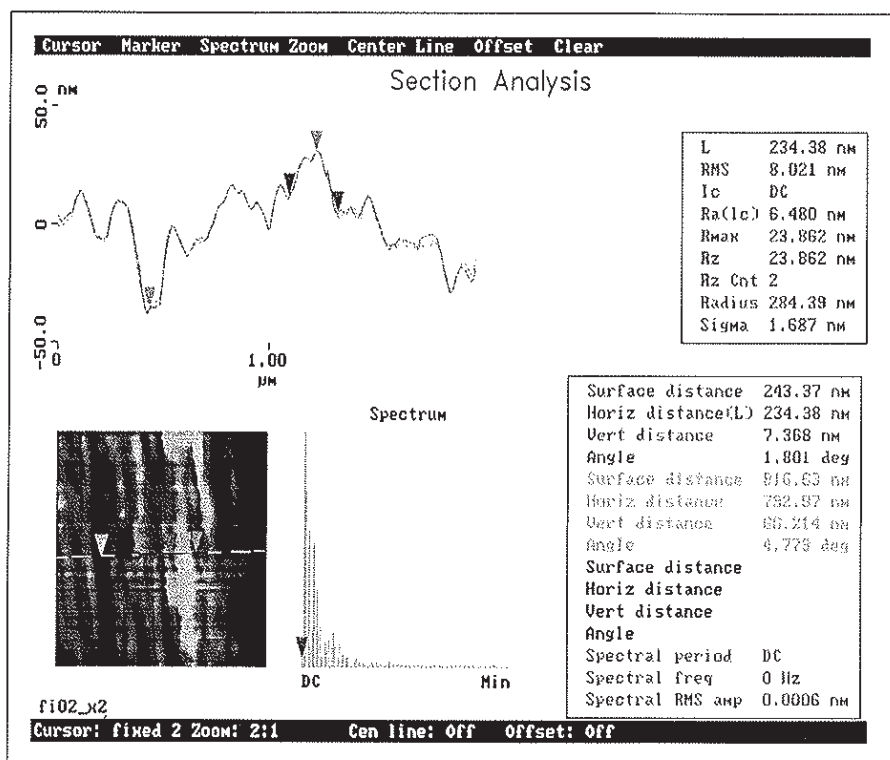
Slika 4: Tridimenzionalni prikaz PA6 monofilamenta na izseku $20 \cdot 20\ \mu\text{m}^2$. Puščica nakazuje smer osi filameta



Slika 5: AFM topografska slika površine PA6 monofilamenta na izseku $5 \cdot 5\ \mu\text{m}^2$



Slika 6: Tridimenzionalni prikaz filameta na površinskem izseku $2 \cdot 2\ \mu\text{m}^2$; puščica nakazuje smer osi filameta



Slika 7: Primer analize odseka slike PA6 filameta.

snope, ki v najširših predelih merijo od 1 do 2 μm . Praznine in vdolbine na površini so različno velike (30–200 nm) in so okrogle ali ovalne oblike, orientirane v smeri osi vlakna. Površina filameta je v smeri osi vlakna manj razbrazdana; višinska razlika med najnižjimi in najvišjimi področji znaša največ 30 nm. S slike 6 je razvidno, da znaša največja višinska razlika na izbrani profilni krivulji v prečni smeri skoraj 70 nm.

Slika 6 je tridimenzionalni prikaz površine $2 \times 2 \mu\text{m}^2$. Ta način prikazovanja je jasnejši, saj bolje prikazuje razbrazdanost strukture v prečni in vzdolžni smeri.

4.0 ZAKLJUČKI

Mikroskopijo atomskih sil (AFM) lahko s pridom uporabljamo za topografsko preučevanje površine vlaken. V primerjavi z elektronskim mikroskopom, ki velja za običajni način odslikave površine, ima nekatere prednosti. Z AFM lahko preiskujemo tako prevodne kot neprevodne vzorce, zato vlaken ni potrebno posebej pripravljati. Z AFM lahko preiskujemo vzorce pri atmosferskih pogojih ali v tekočem mediju, vakuum torej ni potreben. Največja prednost AFM pred elektronskim mikroskopom je možnost njegove uporabe za številne druge analize. Poleg običajnih tridimenzionalnih odslikov površin, določanja dimenzij strukturnih elementov in analize hrapavosti omogoča še analizo nekaterih fizikalnih veličin na površini in merjenje medatomskih oz. medmolekulskih sil.

V predstavljenem delu smo z AFM analizirali površino PA6 monofilameta. Na površini je vidna, za orien-

tirana vlakna tipična, fibrilna struktura. Razločiti je možno fibrile, ki v premeru merijo od 10 nm pa vse do nekaj μm . Razgibanost reliefa je večja v prečni smeri, saj znaša višinska razlika med najnižjimi in najvišjimi področji v prečni smeri do 70 nm, v vzdolžni smeri pa le do 30 nm.

AFM omogoča ob enostavni pripravi vzorcev vlaken odslikavo površine in določitev dimenzij posameznih strukturnih elementov v treh dimenzijah.

Viri

- [1] PETERLIN, A. Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene. *Journal of Materials Science*, 1971, vol. 6, no. 6, p. 490–508.
- [2] HOSEMANN, VR. Röntgenographische Untersuchungen der Ordnungszustände in Polymeren. *Berichte der Bunsen-Gesellschaft*, 1970, vol. 74, no. 8/9, p. 755–767.
- [3] PREVORŠEK, DC., HARGET, PJ., SHARMA, RK. in REIM-SCHUESSEL AC. Nylon 6 fibers : changes in structure between moderate and high draw ratios. *Journal of Macromolecular Science. Part B, Physics*, 1973, vol. B8, no. 1–2, p. 127–208.
- [4] FLATH, HJ. Polymerstruktur und Farbstoffdiffusion. *Melliand Textilberichte*, 1991, vol. 72, no. 2, p. 132–139.
- [5] BINNIG, G. ROHRER, H. GERBER, CH. in WEIBEL, E. 7x7 reconstruction on Si (111) resolved in real space. *Physical Review Letters*, 1983, vol. 50, p. 120–123.
- [6] BINNIG, G., QUATE, CF. in GERBER, CH. Atomic force microscope. *Physical Review Letters*, 1986, vol. 56, no. 9, p. 930–933.
- [7] RUGAR, D. in HANSMA, P. Atomic force microscopy. *Physics Today*, 1990, vol. 42, no. 10, p. 23–30.
- [8] MCGHIE, AJ. TANG, SL. in LI, SFY. Expanding the uses of AFM. *Chemtech*, 1995, vol. 25, no. 8, p. 20–26.
- [9] WIESENDANGER, R. *Scanning probe microscopy and spectroscopy : Methods and application*. Cambridge : University Press, 1994.
- [10] Digital Instruments, Scanning Techniques for Scanning Probe Microscopy <http://www.di.com/products/ScanMethods/ScanMain.html>, [19.7.2000].
- [11] Digital Instruments, NanoProbe® SPM Probe Buyers Guide, <http://www.di.com>, [19.7.2000].
- [12] BUKOŠEK, V. Pomen strukturnega modela v morfologiji vlaken. *Tekstilec*, 1998, let. 41, štev. 5–6, str. 130–133.
- [13] BUKOŠEK, V. *Kompleksna analiza molekulske urejenosti in lastnosti PA 6 vlaken : doktorska disertacija*, Ljubljana, 1997, str. 40.

Prispelo/Received: 06-2000; sprejeto/accepted: 09-2000