

Дослідження наноструктурованих об'єктів методом малокутового рентгенівського розсіяння (SAXS)

SAXS (*англ. small-angle X-ray scattering*) – це неруйнівний метод дослідження наноструктур в рідинах та твердих тілах. У даному методі рентгенівський промінь падає на наноструктурований зразок (наприклад, білки, макромолекули, наночастинки дисперсної системи). Властивості матеріалів, взагалі кажучи, залежать від структури та розташування доменів у наномасштабі. Для того, щоб з великою точністю провести аналіз структури матеріалів, необхідно зрозуміти взаємозв'язок між розміром, формою та упорядкованістю наноелементів системи та її макроскопічною поведінкою. Існує декілька класичних методів, зокрема мікроскопія (атомно-силова мікроскопія ([AFM](#)) та трансмісійна електронна мікроскопія (ТЕМ)), які використовують для характеристики нанобудови матеріалів. Однак ці методи мають недолік у тому, що репрезентативні усередненні результати щодо структури усього зразка майже ніколи не можна отримати. Проте, метод малокутового рентгенівського розсіяння (SAXS) дуже добре може доповнити мікроскопію, адже він забезпечує достовірну інформацію про структуру великої частини зразка.

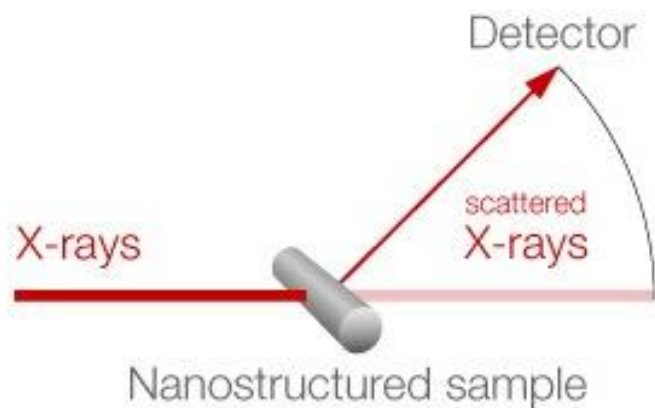
Основні принципи малокутового рентгенівського розсіяння

Користувачу, який вперше буде мати справу із цим методом, потрібно повернутися у середину ХХ ст., адже тоді були розроблені фундаментальні принципи цього методу і проведено перший експеримент. Гін'є та Форнет [1] використали SAXS для вивчення наноструктури сплавів металів, а Краткий застосував цей метод для опису біологічних макромолекул в розчині.

На сьогодні дослідження методом малокутового рентгенівського розсіяння проводяться на великих пучках синхротронного випромінювання і в сучасних, спеціально обладнаних лабораторіях.

Принцип роботи

Джерело випромінює рентгенівський промінь, який взаємодіє з електроном зразку і розсіюється. Отримана картина розсіяння характеризує будову зразка на нанорівні, і може бути використана для визначення важливих структурних параметрів, таких як розмір наночастинок, їхня форма, внутрішня будова, пористість та упорядкованість.



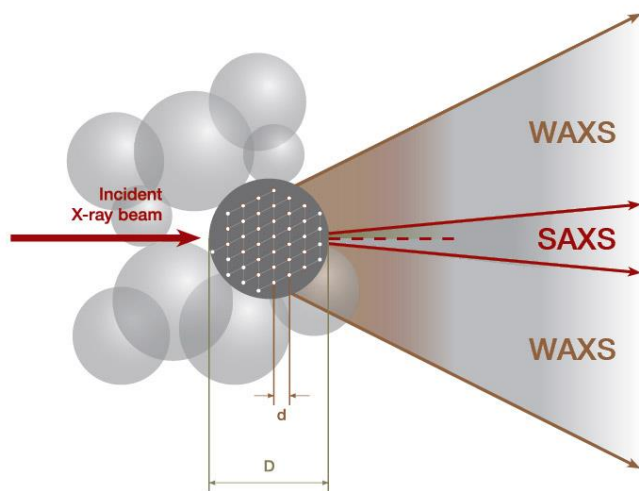
Пояснення до рисунку:
X-rays – рентгенівське випромінювання;
scattered X-rays – розсіяні рентгенівські промені;
Detector – детектор;
Nanostructured sample – наноструктурований зразок.

Рис. 1. Принцип експерименту SAXS.

Подивитись як працює метод малокутового розсіювання можна в однохвилинному відео **“SAXS with an S”**.

Великі і малі кути : різниця

Рентгенівські промені можуть розсіюватись під різними кутами. Взагалі, можна сказати так: чим більші частинки, тим меншим є кут розсіювання.



Пояснення до рисунку:
Incident X-ray beam – падаючий рентгенівський промінь;
WAXS (англ. *Wide-angle X-ray scattering*) – великокутове рентгенівське розсіювання.

Рис. 2. Великокутове та малокутове розсіювання рентгенівських променів.

У методі SAXS, аналізується рентгенівське розсіювання під кутами, які зазвичай менші ніж 10°

, для дослідження наночастинок та доменів, які мають характерні розміри D від 1 до 100 нм.

У методі WAXS за допомогою великокутового рентгенівського розсіювання (Wide-angle X-ray scattering) досліджуються менші структури, такі як кристалічна решітка на атомному рівні. Тут розсіяння відбувається на більші кути. Отримані результати WAXS надають можливість аналізувати структури, розміри яких менші нанометру ($d < 1\text{ нм}$), такі як атоми та міжатомні відстані.

Типи коліматорів

Перед розсіюванням, тобто попаданням на зразок, рентгенівський пучок трансформують у строго визначену лінійну або точкову форму. Цей процес називається колімацією.

Кожен тип колімації ідеально підходить для різних сфер застосування.

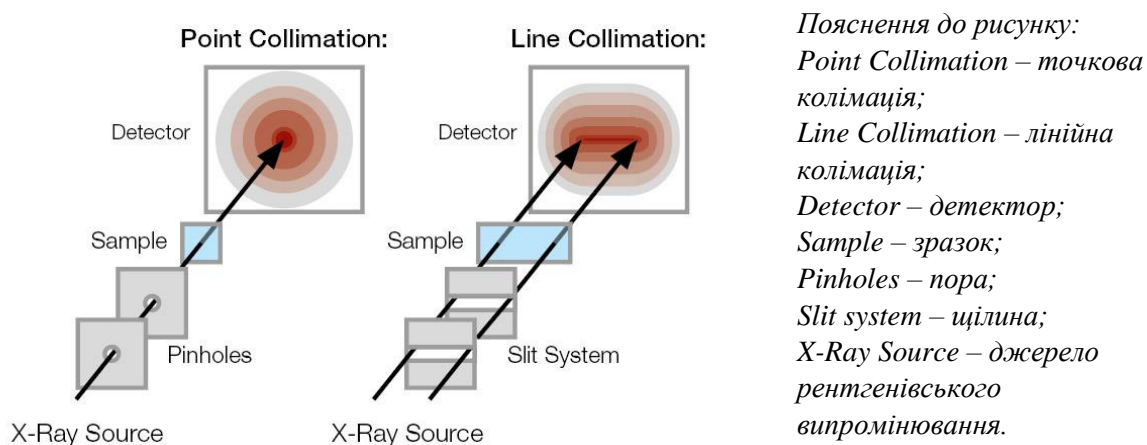


Рис. 3. Типи колімації.

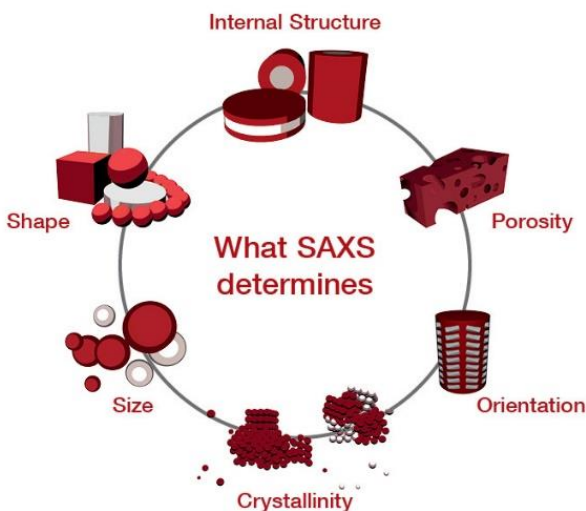
Лінійно колімований пучок (**line-collimated beam**) має перевагу, адже у ньому потік високоенергетичних фотонів потужніший, ніж у випадку точкової колімації, а це означає, що час вимірювання у нього може бути значно меншим. Недоліком лінійної колімації пучка є те, що він може досліджувати лише ізотропні зразки. Тому лінійно колімовані пучки переважно застосовуються для вивчення слабо розсіюючих зразків, таких як білки чи інша м'які тканини.

Точково колімований пучок можна застосовувати також і для аналізу анізотропних матеріалів, таких як волокна та пористі тверді тіла. Точкова

колімація дозволяє досліджувати невеликі області зразка і визначати його локальну структуру. Недолік – порівняно більший час вимірювання.

Параметри, які дозволяє визначати SAXS. Застосування

Даний метод використовується для визначення різних параметрів наноструктури зразків. Серед найбільш популярних:



- Форма (shape)
- Розмір (size)
- Внутрішня структура (internal structure)
- Кристалічність (crystallinity)
- Пористість (porosity)
- Орієнтація, упорядкованість (orientation)

Рис. 3. Параметри, які дозволяє визначати SAXS (What SAXS determines).

Унікальні переваги SAXS

Характерні результати

Результати отримані за допомогою SAXS, характеризують весь зразок, тому є доповненням до інших методів, які також надають унікальну інформацію про зразок, але характеризують його локально (електронна мікроскопія, наприклад).

Наноструктура тонких плівок може бути проаналізована, застосовуючи рентгенівський промінь, який падає під дуже малим кутом (ледь торкається). Цей метод називається [GISAXS](#) (метод пасивного падіння SAXS, від англ. grazing-incidence SAXS), він ідеально доповнює методи мікроскопії та надає інформацію, яка є достовірною для великого об'єму зразка.

Невеликі зусилля для підготовки зразків

Що стосується підготовки зразків, то у методі SAXS зразки майже не потребують підготовки. Це надає методу перевагу у порівнянні із ЯМР-спектроскопією та електронною мікроскопією, які потребують масштабної

підготовки зразків. SAXS дозволяє проводити вимірювання in-situ, дозволяє запобігти появі артефактів при підготовці зразків та залишає зразок незмінним.

Аналіз біологічних матеріалів, які знаходяться природньому стані

Метод SAXS виділяється також тим, що його можна використовувати для дослідження біологічних макромолекул в розчині, тобто у фізіологічних умовах. Цей, все більш популярний метод, відомий як BioSAXS є дуже важливим інструментом для дослідження динаміки біомолекул у «рідному» для них середовищі.

Висновки

На сьогодні, метод SAXS часто використовують як інструмент для аналізу розміру, форми і внутрішньої будови наноматеріалів, в науковій діяльності і все частіше для рутинних аналізів, наприклад, екологічних дослідженнях наночастинок. Метод надає репрезентативну інформацію і є хорошим доповненням до ЯМР-спектроскопії та атомно-електронної мікроскопії для аналізу наноструктур.

Метод має багато застосувань, у тому числі він застосовується для вивчення та аналізу біологічних матеріалів (білків, жирів), дисперсних систем, емульсій, поверхнево-активних речовин, металів, полімерів, волокон, каталізаторів та інш.

Список використаної літератури

1. Guinier A. and Fournet G. (1955). *Small-angle scattering of X-rays*. New York: Wiley.
2. Kratky O. and Glatter O. (1982). *Small-angle X-ray scattering*. London: Academic.

Данна стаття є перекладом на українську оригінальної **статті**
(<https://wiki.anton-paar.com/en/saxs-nanostructure-analysis/>)

Anton Paar GmbH <https://www.anton-paar.com>

Переклад виконаний Донау ЛАБ УКРАЇНА <http://dlu.com.ua> -
ексклюзивного дистриб'ютора продукції Anton Paar GmbH
в Україні та Молдові



03028 Україна, м. Київ,
вул. Стратегічне шосе, 16

<http://dlu.com.ua>

Тел: +38 (044) 229-15-31

Факс: +38 (044) 229-15-30

e-mail: sale@dlu.com.ua