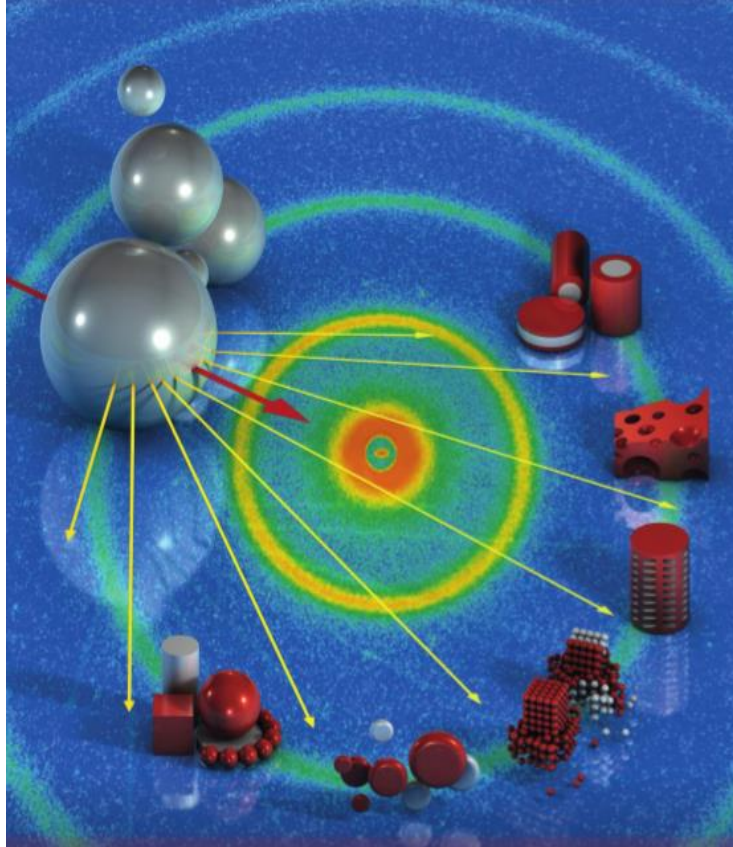


# SAXS در یک نگاه



این چکیده گردآوری شده، به یک ابزار پراکندگی خاص یا یک منطقه کاربردی خاص اختصاص ندارد، بلکه هدف آن ارائه یک نمای کلی از ابزار دقیق و کاربردهای اصلی است.

تنظیم کننده: فرزانه خجسته

## فهرست

۱. پیشگفتار..... ۳
۲. معرفی SAXS..... ۳
۳. مبانی SAXS..... ۵
۴. ساختار دستگاه SAXS..... ۶
۵. آنالیز و تحلیل SAXS..... ۸
- ۵-۱. تفسیر داده ها..... ۹
۶. کاربرد علمی..... ۱۰
۷. کاربرد صنعتی..... ۱۱
۸. نتیجه گیری..... ۱۴
۹. حوزه کاربردی و شرایط نمونه برای استفاده از دستگاه SAXS در مرکز علوم و فناوری نانو پژوهشکده جامع علوم و فناوری های همگرا دانشگاه صنعتی شریف..... ۱۵
۱۰. مراجع و منابع..... ۱۶

## ۱. پیشگفتار

پراکنندگی پرتو ایکس با زاویه کوچک یک ابزار مهم در مطالعه زمینه‌های مختلف علم مواد است. این فرآیند با در دسترس بودن جدیدترین ابزار آزمایشگاهی با کارایی بالا همراه با در دسترس بودن برنامه‌های قدرتمند تجزیه و تحلیل داده‌ها انجام می‌شود. برای رسیدن به این هدف، مهم است که بدانید دستگاه SAXS چگونه کار می‌کند و چگونه تجزیه و تحلیل آن انجام می‌شود. آنچه در این مجموعه گردآوری شده است مربوط به معرفی، مبانی، ابزار، تحلیل، کاربرد علمی و صنعتی دستگاه SAXS می‌باشد که به شما یک دیدگاه گسترده می‌دهد که به چه دلیل باید SAXS را انتخاب کنید و چگونه هدف خود را برآورده نمایید.

## ۲. معرفی SAXS

SAXS یک روش تحلیلی برای تعیین ساختار سیستم‌های ذرات بر حسب اندازه یا شکل ذرات متوسط است. مواد می‌توانند جامد یا مایع باشند و می‌توانند شامل حوزه‌های جامد، مایع یا گازی از همان یا مواد دیگر در هر ترکیبی باشند. به طور کلی، حالت انتقال حالتی است که پرتوهای ایکس از طریق نمونه ارسال می‌شود و هر ذره‌ای که اتفاقاً در داخل پرتو قرار می‌گیرد سیگنال خود را ارسال می‌کند. بنابراین، میانگین ساختار تمام ذرات مشخص در مواد حجیم اندازه‌گیری می‌شود. دانستن شباهت‌ها و تفاوت‌های بین پراکنندگی و میکروسکوپ و زمان استفاده از آنها بسیار مهم است.

پراکندگی و جذب اولین فرآیند در هر تکنیکی است که مانند میکروسکوپ نوری از تابش استفاده می کند. اگرچه عملکرد یک ابزار پراکندگی با اولین فرآیندی که در میکروسکوپ انجام می شود یکسان است، اما نتیجه آن مکمل میکروسکوپ است. دومین فرآیند در میکروسکوپ نوری بازسازی جسم (ذره) از الگوی پراکندگی است که با کمک سیستم عدسی انجام می شود. در عوض، الگوی پراکندگی باید ثبت شود و بازسازی باید به روشی ریاضی به جای نوری انجام شود. تفاوت اصلی بین میکروسکوپ و پراکندگی اشعه ایکس این است که در فرآیند ثبت مراحل امواج شناسایی شده الگوی پراکندگی به دلیل فازهای از دست رفته، امکان دستیابی به نمایش هولوگرافیک از جسم به صورت مستقیم همانگونه که با یک سیستم لنز امکان پذیر است، وجود ندارد.

به طور خلاصه:

در میکروسکوپ امواج پراکنده توسط یک عدسی به یک تصویر (بازسازی) پردازش می شوند و در SAXS شدت پراکندگی توسط یک آشکارساز ثبت می شود و به عنوان جایگزینی برای اعمال یک عدسی، به صورت ریاضی پردازش می شود. علاوه بر این، در میکروسکوپ یک جسم یا قسمت کوچکی از نمونه بزرگ‌نمایی و بررسی می شود اما با تکنیک‌های پراکندگی کل حجم نمونه روشن شده بررسی می شود. در نتیجه، مقادیر متوسط پارامترهای ساختار توسط SAXS به دست می آید. شایان ذکر است که معیارهای تفکیک پذیری در SAXS همانند میکروسکوپ می باشد. در نهایت، برای به دست آوردن تصویر کامل از یک نمونه ناشناخته، باید از هر دو روش استفاده کرد، زیرا نتایج آنها مکمل یکدیگر هستند.

### ۳. مبانی SAXS

دو برهمکنش اصلی پرتو ایکس با ماده وجود دارد: جذب و پراکندگی. برای به دست آوردن داده های SAXS با کیفیت بالا، جذب باید کم نگه داشته شود. پراکندگی می تواند با (طول موج متفاوت<sup>الف</sup>) یا بدون (طول موج یکسان<sup>ب</sup>) اتلاف انرژی رخ دهد.

الف: پراکندگی کامپتون [۱] (پراکندگی غیر کشسان)

ب: پراکندگی ریلی<sup>۱</sup> و تامسون<sup>۲</sup> [۲, ۳] (پراکندگی کشسان)

در هر نوع آشکارساز، فقط شدت آن قابل دسترسی است. بنابراین، نتیجه تجزیه و تحلیل ساختار با پراکندگی همیشه مبهم خواهد بود و داده ها باید با مقادیر اطلاعات در مورد نمونه تفسیر شوند (به عنوان مثال، از میکروسکوپ یا از اطلاعات شیمی نمونه). الگوی پراکندگی معمولاً "ساختار در فضای متقابل" نامیده می شود و الگوهای پراکندگی به عنوان تابعی از  $q$  ارائه می شوند. حد پایین  $q_{min}$  به دلیل وجود پرتو اولیه است و توسط کیفیت سیستم کولیماسیون کنترل می شود و حد بالایی  $q_{max}$  به دلیل محو شدن سیگنال در سطح نویز است (به «سیستم کولیماسیون» در صفحه ۶ مراجعه کنید). هنگامی که پرتوهای ایکس با اتم های ماده برهم کنش می کنند، توسط الکترون ها پراکنده می شوند و فقط فوتون های مداخله کننده اطلاعات را بر روی ساختار حمل می کنند. پراکندگی مواد ماتریس نیز حامل اطلاعات (در مورد فواصل اتمی) است. در عمل،

---

۱. پرتو فرودی نور مرئی است.

۲. اشعه فرودی ایکس و نوترون است.

پراکندگی خالی (نگهدارنده نمونه و ماتریس) از پراکندگی نمونه کم می شود. به اختلاف بین دو ماده که افزایش می یابد کنتراست گفته می شود.

#### ۴. ساختار دستگاه SAXS

منبع: منبع (اشعه ایکس) به نمونه تابش می کند و از طریق نمونه ارسال می شود و هر ذره ای که در داخل پرتو باشد سیگنال خود را ارسال می کند. بنابراین، میانگین ساختار تمام ذرات مشخص در مواد حجیم اندازه گیری می شود. در بیشتر موارد منبع، یک لوله اشعه ایکس مهر و موم شده، یک لوله اشعه ایکس میکروفوکوس یا یک آند چرخان است.

سیستم کولیماسیون: در SAXS یک کولیماسیون مورد نیاز است، زیرا واگرایی پرتو ورودی باید کم باشد. سیستم کولیماسیون پرتو را باریک می کند و موقعیت زاویه صفر را مشخص می کند. دو سیستم کولیماسیون نقطه ای و خطی در ابزارهای SAXS مورد استفاده قرار می گیرند. همچنین بدست آوردن یک پرتو باریک و کارآ با تنظیم سیستم نقطه ای بسیار دشوار است که به طور کلی منجر به وضوح ضعیف می شود. عمدتاً وضوح را می توان با افزایش فاصله نمونه تا آشکارساز کمی بهبود بخشید. نگهدارنده نمونه: یکی از پیچیده ترین بخش های یک سیستم SAXS نگهدارنده نمونه است. هر چیزی که در داخل پرتو ایکس قرار می گیرد، حتی هوا، پراکندگی ایجاد می کند. بنابراین ایده خوبی است که فاصله نمونه تا آشکارساز را در خلاء نگه دارید. متأسفانه، اکثر نمونه ها نمی توانند خلاء را که برای پایین نگه داشتن پراکندگی پس زمینه لازم است،

تحمل کنند. بنابراین، نگهدارنده‌های نمونه ویژه برای حفظ نمونه‌ها برای آزمایش‌های پراکندگی، لازم است. نمونه‌ها عمدتاً "به صورت مایع، خمیر، جامد و پودر می‌باشند.

نمونه‌های مایع: در مد انتقال در داخل یک لوله دیواره نازک اندازه‌گیری می‌شوند که ضخامت آن زمانی که مایع عمدتاً حاوی آب یا هیدروکربن است، باید حدود ۱ میلی‌متر باشد. حلال‌هایی که مانند کلر حاوی اتم‌های سنگین هستند، باید در لوله‌های جدار نازک تری اندازه‌گیری شود. مایعاتی که بسیار چسبناک هستند بهتر است در سلول خمیری اندازه‌گیری شوند. خمیر لاستیک‌ها و به طور کلی مواد حساس به خلاء باید در یک نگهدارنده نمونه که دارای پنجره‌های قابل جابجایی است فشرده شوند. پرکاربردترین مواد پنجره فویل ساخته شده از Kapton® است. مواد جامد: برای محافظت در برابر خلاء می‌توان آنها را با یا بدون فویل پنجره اضافی روی قاب‌ها چسباند. در صورت نیازهای جوی خاص، مانند رطوبت نسبی مشخص یا واکنش گاز، نمونه باید در یک محفظه کوچک قرار داده شود و سپس در خلاء قرار داده شود. پودرها: می‌توانند بین دو لایه نوار چسب یا در لوله‌های (یکبار مصرف) اندازه‌گیری شوند. بلورینگی در مقیاس اتمی در WAXS یا در مقیاس نانوسکوپی در SAXS تنها دلایلی است که باعث می‌شود آزمایش‌های پراکندگی (پیدا کردن عناصر ساختار داخلی) روی پودرها انجام شود.

گاهی اوقات برای بررسی خواص لایه نازک باید مواد را روی یک بستر تهیه کرد. به طور معمول، اندازه‌گیری این نمونه‌ها در حالت بازتاب (GISAXS) انتخاب می‌شود. متوقف کننده پرتو: وظیفه متوقف کننده پرتو جلوگیری از برخورد پرتو مستقیم مستقیم به آشکارساز است که پراکندگی نسبتاً ضعیف نمونه را تحت الشعاع قرار می‌دهد. دو نوع

مختلف متوقف کننده پرتو در حال استفاده هستند. یک نوع که از مواد متراکم مانند سرب یا تنگستن تشکیل شده است و نوع دیگر که از مواد شفاف ساخته شده است. آشکارساز: آشکارسازها تشعشعات وارده از نمونه را در محدوده معینی از زوایای اندازه گیری می کنند. چهار نوع آشکارساز مختلف در SAXS استفاده می شود: آشکارسازهای سیمی، آشکارسازهای CCD، صفحات تصویبرداری و آشکارسازهای حالت جامد (CMOS).

## ۵. آنالیز و تحلیل SAXS

هنگامی که نمونه در نگهدارنده یا روی آن است، اندازه گیری واقعی می تواند آغاز شود. این کار با قرار دادن نمونه در معرض پرتو انجام می شود. توجه به این نکته ضروری است که یک اندازه گیری همیشه از دو آزمایش پراکندگی مواد ماتریس (به عنوان مثال، حلال) و سیستم ذرات، تشکیل شده که باید در دو آزمایش جداگانه اندازه گیری شود. پس از اندازه گیری نمونه، داده ها مورد تجزیه و تحلیل قرار می گیرند. این کار بسته به نوع نمونه و هدف تحقیق به طرق مختلف و در ابعاد مختلف انجام می شود. سیگنال SAXS را می توان با استفاده از یک حجم نمونه مشخص بزرگ (حجم پراکندگی) بهینه کرد.

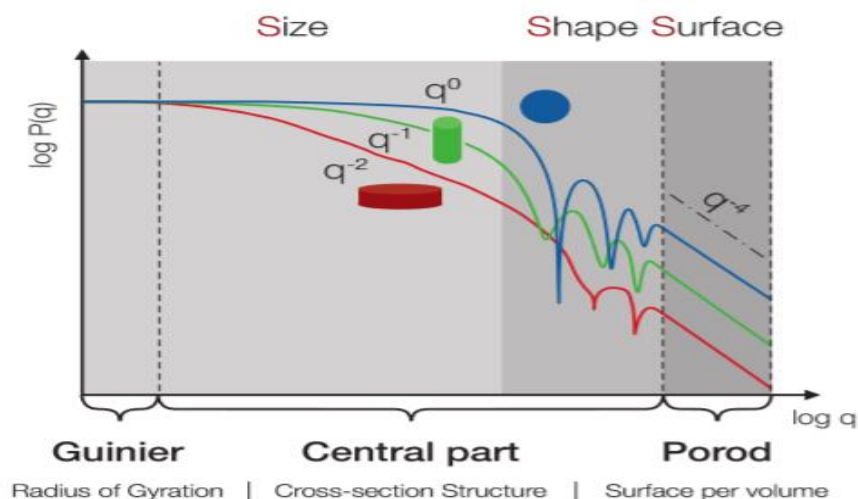
یک نمونه ضخیم درمد انتقال (SAXS) به دلیل افزایش جذب مطلوب نیست. بنابراین، تنها راه برای حفظ حجم پراکندگی زیاد، افزایش ابعاد پرتو و حفظ ضخامت نمونه بهینه است که (برای نمونه های مبتنی بر آب و پرتو مس) حدود ۱ میلی متر است. مقدار و اندازه نمونه معمولی برای مایعات ۵۰ میکرولیتر و برای نمونه های جامد یا خمیرها ۱×۱ میلی متر مربع (کولیماسیون نقطه ای) تا ۱×۲۰ میلی متر مربع (کولیماسیون خطی) است. در حالت انعکاس



(GISAXS) ضخامت نمونه نگران کننده نیست، زیرا فقط بالاترین لایه های سطحی کاوش می شوند. تنها راه برای حفظ حجم پراکندگی زیاد، افزایش طول نمونه است. لازم به ذکر است که بدانید در آزمایش های مربوط به SAXS، یعنی برای  $(2\theta < 10^\circ)$ ، قطبش معمولاً نادیده گرفته می شود، اما در آزمایش های XRD این چنین نیست.

## ۵-۱. تفسیر داده ها

هنگامی که شدت نمونه ثبت می شود و پس زمینه تصحیح می شود، این سوال مطرح می شود که کدام اطلاعات را می توان از آن به دست آورد. قدرت تفکیک، شعاع چرخش، سطح در حجم، وزن مولکولی، ساختار ذرات، تجزیه و تحلیل چند پراکندگی، اندرکنش ذرات، درجه جهت گیری و درجه تبلور از مهمترین این عوامل می باشند. در برهمکنش ذرات هر ذره یک عامل شکل (P) تولید می کند که مشخصه ساختار آن است. شیب P در زوایای کوچک در درجه اول با اندازه کلی تعیین می شود و شیب نهایی در زوایای بزرگ حاوی اطلاعات سطح است. اطلاعات مربوط به شکل و توزیع چگالی داخلی در قسمت نوسانی در بخش میانی ضریب شکل قرار دارد [۴]. یک طبقه بندی تقریبی به شکل کروی، استوانه ای و لایه ای (با نسبت های محوری بزرگتر از ۵) را می توان با بررسی قانون توان ضریب شکل در زوایای کوچک به سرعت انجام داد (شکل ۱-۵ را ببینید).



شکل ۱-۵. گستره اطلاعات ضریب شکل ذره.

در یک نمودار لگاریتمی دو گانه، شیب اولیه ۰، ۱ یا ۲ به ترتیب شکل کروی، استوانه ای یا لایه ای را نشان می دهد. اگر شیب از آن تندتر باشد (مثلاً ۳ یا ۴)، ذرات از حد تفکیک بزرگتر هستند و ناحیه پورود تنها بخشی از ضریب شکل است که می توان مشاهده کرد.

در نهایت، به عنوان نتیجه گیری از این بخش، باید پارامترهایی را که بر شدت پراکندگی و در نتیجه بر کیفیت سیگنال SAXS تأثیر می گذارد، خلاصه کنیم: اندازه (شدت سیگنال پراکندگی با توان ششم اندازه ذرات مطابقت دارد. هرچه ذرات بزرگتر باشند، شدت بیشتری از آنها تشخیص داده می شود)، حجم (حجم نمونه شدت را به صورت خطی افزایش می دهد. دو برابر حجم نمونه مشخص شده دو برابر شدت و  $\sqrt{2}$  برابر کیفیت سیگنال می دهد)، کنتراست (تفاوت چگالی الکترون بین ذرات و مواد ماتریس (به عنوان مثال، حلال) شدت را به صورت درجه دوم افزایش می دهد)، فاصله نمونه تا آشکار ساز، و وضوح و کولیماسیون (هر کولیماسیون عملکرد خود را دارد. عملکرد کولیماسیون نقطه ای بهبود کیفیت یا وضوح سیگنال نیست بلکه برای برطرف کردن اثرات جهت گیری است. به طور مشابه، عملکرد کولیماسیون خطی بهبود کیفیت سیگنال و وضوح است و برای بررسی اثرات جهت گیری کاربرد ندارد).

## ۶. کاربرد علمی

امروزه GISAXS به یک ابزار مهم برای مطالعه سطوح نانو ساختار و لایه های نازک تبدیل شده است. همچنین دانستن اینکه SAXS ابزاری قدرتمند برای مطالعه ساختار و دینامیک بیومولکول ها و کمپلکس های بیومولکولی در محلول است، حائز اهمیت است [۵]. مطالعات زیست شناسی ساختاری SAXS شامل برخی اصول اولیه در مورد بیومولکولی و بیولوژیکی، پلی نوکلئوتیدها: DNA و RNA، پلی پتیدها: پروتئین ها و مجموعه های زیست مولکولی پیچیده و روش های یکپارچه است. علاوه بر اطلاعات ساختاری، SAXS می تواند اطلاعاتی در مورد استوکیومتری زیر واحدها [۶] و

پیوندهای الزام آور [۷,۸] ارائه دهد و به ویژه برای مطالعه ترکیب های کمپلکسی، ترکیبی از SAXS و SANS (پراکندگی نوترون با زاویه کوچک) و تغییرات کنتراست، قدرتمند است [۹, ۱۰]. نمونه های شناخته شده پلیمرها و مولکول های مزدوج برای الکترونیک آلی (فاصله های معمولی d از ۱ نانومتر تا ۱۰ نانومتر)، لیپیدها (نانومتر ۳ تا ۳۰ نانومتر)، نانوذرات (۳ نانومتر تا ۳۰ نانومتر)، و همچنین کوپلیمرهای بلوک (۱۰ نانومتر تا ۱۰۰ نانومتر) هستند. چنین سیستم هایی برای استفاده با تکنیک های پوشش صنعتی و چاپ برای لوازم الکترونیکی مصرفی انعطاف پذیر، حسگرهای پزشکی و بسیاری از کاربردهای دیگر مورد توجه هستند.

SAXS بینش دقیقی در مورد ساختارها و ترکیبات مولکول های مواد ارائه می دهد و می تواند طیف گسترده ای از ابعاد و همچنین دینامیک نانومواد را بررسی کند. در عین حال، در این زمینه پیشرفت های قابل توجهی در تعیین فازهای تشکیل دهنده، ریزساختارها، تفسیر داده ها، مدل سازی دقیق و ابزارهای مدل سازی ساختاری وجود داشته است [۱۱, ۱۲, ۱۳].

## ۷. کاربرد صنعتی

روش SAXS روشی دقیق و غیر مخرب است و معمولاً به حداقل آماده سازی نمونه نیاز دارد. حوزه های کاربرد SAXS بسیار گسترده است و شامل مواد بیولوژیکی، پلیمرها، کلوئیدها، مواد شیمیایی، نانوکامپوزیت ها، فلزات، مواد معدنی، مواد غذایی و دارویی است و می توان آن را در تحقیقات و همچنین در کنترل کیفیت یافت. یک محرک کلیدی در توسعه مواد مدرن امروزی، توانایی کنترل ساختار و خواص عملکردی آنها و ارتباط آن با کاربردهای بالقوه در زمینه های نوپدیدار نانومواد بوده است. ساختارهای خودمونتاژ شده و سلسله مراتبی و عملکردهای ارائه شده توسط این خود سازه ها، مانند میسل ها، کریستال های مایع، امولسیون ها، لیپوزوم ها و ژل

های جامد، متشکل از پلیمرهای آلی آمفیفیلیک، در طیف گسترده ای از زمینه های صنعتی مورد استفاده قرار می گیرند. علاوه بر این، نه تنها خود مجموعه های آمفی فیل های آلی، بلکه مواد معدنی با ساختار نانو مانند ذرات کامپوزیت  $TiO_2$  و سیلیکاهای مزوپور و مواد بیولوژیکی اصلاح شده (مانند پروتئین های نو ترکیب و خالص شده) تقاضای زیادی دارند. اطلاعات مربوط به برهمکنش های بین ذرات در سیستم های متراکم را می توان با تحلیل عامل ساختار با مدل های بالقوه مختلف با فرض برهمکنش های دافعه یا جذاب استنتاج کرد. مهمترین موضوعات در زمینه های صنعتی و بهداشتی مرتبط با بحث مذکور عبارتند از:

۱. سازه های خود مونتاژ شده [۱۴, ۱۵, ۱۶]

۱-۱ مراقبت های بهداشتی شخصی (لوازم آرایشی، بهداشتی و بهداشتی)

۲-۱ مواد دارویی

۳-۱ غذا و مواد مغذی

۴-۱ مواد معدنی با ساختار نانو

۲. نانو کامپوزیت ها

۳. نانو کامپوزیت های بیولوژیکی

۴. بلورهای مایع [۱۷]

۵. پلیمرهای سازگار با زیست

۱-۵ پلیمرهای ژن درمانی

۲-۵ کوپلیمرهای سیلیکون اورتان

۶. مواد مزوپور [۱۸]

۷. غشاء و فرآیندهای غشایی

۸. کریستالیزاسیون پروتئین [۱۹]

۹. لیوپروتئین ها [۲۰, ۲۱, ۲۲]

۱۰. سلول های سرطانی [۲۳, ۲۴]

۱۱. کربوهیدرات ها [۲۵, ۲۶]

۱۲. مصالح ساختمانی [۲۷, ۲۸]

۱۳. مواد معدنی

در نهایت، یک سوال مهم ممکن است ایجاد شود:

SAXS؟ یا DLS

توزیع اندازه یک جنبه ساختاری مهم به منظور منطقی کردن رابطه بین ساختار و ویژگی مواد

با استفاده از نانوذرات چند پراکندگی است. ممکن است استفاده از پراکندگی دینامیکی نور

(DLS) برای توصیف توزیع اندازه ذرات به ذهن بیاید. با این حال، تنها نمونه های محلول

را می توان آنالیز کرد و حتی برای آن ها، به دلیل استفاده از نور مرئی، محلول باید شفاف یا

نیمه شفاف باشد. نیازی به گفتن نیست که نمونه های جامد خارج از محدوده هستند. علاوه

بر این، توزیع اندازه فقط در محدوده چند ده نانومتر قابل شناسایی است، بنابراین DLS

برای ذرات در محدوده چندین نانومتر بی فایده است. بنابراین، روش پراکندگی پرتو ایکس

با زاویه کوچک (SAXS) هنگام در نظر گرفتن تعیین توزیع اندازه در مقیاس طول چند

نانومتری برای محلول های مات و برای نمونه های جامد بسیار برتر است. علاوه بر این،

تکنیک SAXS نه تنها برای ذرات کروی، بلکه برای ذرات پلاکتی (لاملاری) و میله‌ای (استوانه‌ای) نیز قابل استفاده است. به طور خاص، برای سیستم‌هایی که تجمعات پیچیده را تشکیل می‌دهند، این روش مفید است. در تکنیک SAXS نه تنها "توزیع اندازه یک خوشه انگور" بلکه توزیع اندازه همه دانه‌های انگور در خوشه نیز بر اساس این روش ارزیابی می‌شود. این بسیار در تضاد با مورد روش DLS است که توسط آن فقط "یک خوشه انگور" و نه "دانه‌های انگور در خوشه" تجزیه و تحلیل می‌شود و این به این دلیل است که تکنیک DLS اصولاً ثابت‌های انتشار ذرات را ارزیابی می‌کند و همه دانه‌های یک خوشه انگور به طور کلی منتشر می‌شوند. بنابراین، نوع روش برای برجسته کردن تطبیق پذیری و تنوع در مواد، به ویژه در مواد نرم، هم در حالت مایع و هم در حالت جامد مهم است.

## ۸. نتیجه گیری

امروزه، پراکندگی پرتو ایکس با زاویه کوچک به ابزار مهمی در مطالعه زمینه‌های مختلف علم مواد تبدیل شده است. این فرآیند با دسترسی به امکانات در مقیاس بزرگ و در دسترس بودن آخرین ابزار آزمایشگاهی با کارایی بالا همراه با در دسترس بودن برنامه‌های جدید و قدرتمند تجزیه و تحلیل داده‌ها، تسریع شده است. قضاوت بر اساس شتابی که در دهه گذشته با استفاده از SAXS به دست آمد و توانایی ذاتی و منحصر به فرد این تکنیک در پرداختن به پیشرفت‌های پیوسته در زمینه نانومواد، نشان می‌دهد که در آینده، SAXS موقعیت خود را به عنوان یک روش اصلی برای تجزیه و تحلیل در زمینه‌های متعدد در تحقیقات علم مواد تقویت خواهد کرد.

۹. حوزه کاربردی دستگاه SAXS و شرایط نمونه آزمون SAXS در مرکز علوم و فناوری نانو-

پژوهشکده جامع علوم و فناوری های همگرا (ICST) - دانشگاه صنعتی شریف

مقادیر و شرایط معمول برای آزمایش SAXS در حالت های رایج در جدول ۱-۹ خلاصه شده است.

جدول ۱-۹. مقادیر و شرایط آزمون SAXS

نگهدارنده نمونه	نوع نمونه/کاربرد
نگهدارنده برای جامدات	فیبرها، پلیمرها، پودرها، برای نمونه های جامد بیشترین اندازه: ۲۱mm×۷mm
میکروسلول از جنس کوارتز	حجم مایعات ۱۰۰ $\mu\text{L}$
کولیماسیون	کولیماسیون نقطه ای ابعاد پرتو در موقعیت نمونه: ۰٫۳×۰٫۳mm <sup>2</sup>

برای به دست آوردن داده های با کیفیت بالا، جذب باید کوچک نگه داشته شود و بنابراین ضخامت باید مناسب باشد. ضخامت نمونه بهینه به ضریب جذب خطی بستگی دارد [۳۰]. مقادیر معمولی برای ضخامت بهینه در طول موج های رایج مورد استفاده برای آند  $\text{Cu-K}\alpha$  در جدول ۲-۹ خلاصه شده است.

جدول ۲-۹. ضخامت نمونه بهینه در مقیاس میکرومتر از مواد ماتریس مختلف در طول موج کاربردی رایج پرتو ایکس

چگالی [g/mL]	$\text{Cu-K}\alpha$ ۰٫۱۵۴۲ nm	طول موج تابش
۱/۰۰	۹۸۰/۸	آب، ۴°C
۲/۲۰۳	۱۲۶/۶	شیشه کوارتز
۱/۴۹۸	۷۰/۵	کلروفرم، ۱۵°C
۷/۸۶	۴/۲۲	آهن
۱۹/۳	۳/۰۸	تنگستن

- [1]. J.H. Hubbell, Wm.J. Veigele, E.A. Briggs, R.T. Brown, D.T. Cromer and R.J. Howerton, "Atomic form factors, incoherent scattering functions, and photon scattering cross sections," J. Phys. Chem. Ref. Data 4, 471-538 (1975); erratum in 6, 615-616 (1977).
- [2]. J.H. Hubbell and I. Øverbø, "Relativistic atomic form factors and photon coherent scattering cross sections," J. Phys. Chem. Ref. Data 8, 69-105 (1979).
- [3]. D.T. Cromer and J.T. Waber, "Atomic Scattering Factors for X-Rays," in International Tables for X-Ray Crystallography, Vol. 4, Sec. 2.2., 71-147 (Kynoch Press, Birmingham, 1974).
- [4]. Porod, G., Die Röntgenkleinwinkelstreuung von dichtgepackten kolloidalen Systemen. Kolloid Z., 1951. 124: p. 83-114.
- [5]. D.-M. Smilgies, <https://www.classe.cornell.edu/~dms79/gisaxs/GISAXS.html>.
- [6]. Lorenz, O.R., et al., Modulation of the Hsp90 chaperone cycle by a stringent client protein. Mol Cell, 2014. 53(6): p. 941-53.
- [7]. Williamson, T.E., et al., Analysis of self-associating proteins by singular value decomposition of solution scattering data. Biophys J, 2008. 94(12): p. ٤٩٠٦-٢٣.
- [8]. Kim, S.J., C. Dumont, and M. Gruebele, Simulation-based fitting of protein-protein interaction potentials to SAXS experiments. Biophys J, 2008. 94(12): p. ٤٩٢٤-٣١.
- [9]. Taylor, J.E., et al., Calmodulin binds a highly extended HIV-1 MA protein that refolds upon its release. Biophys J, 2012. 103(3): p. 541-9.
- [10]. Whitten, A.E., et al., Cardiac myosin-binding protein C decorates F-actin: implications for cardiac function. Proc Natl Acad Sci U S A, 2008. 105(47): p. ١٨٣٦٠-٥.
- [11]. P. Chacon, F. Moran, J.F. Diaz, E. Pantos, J.M. Andreu, "Lowresolution structures of proteins in solution retrieved from X-ray scattering with a genetic algorithm," Biophys. J. 74, 2760-2775 (1998).
- [12]. D. Svergun "Restoring low resolution structure of biological macromolecules from solution scattering using simulated annealing," Biophys. J. 76, ٢٨٧٩-٢٨٨٦ (١٩٩٩), erratum in ٧٧, ٢٨٩٦-٢٨٩٦ (١٩٩٩).



- [13]. Trehwella, J., Small-angle scattering and 3D structure interpretation. *Curr Opin Struct Biol*, 2016. 40: p. 1-7.
- [14]. M. Muthukumar, C.K. Ober, E.L. Thomas, "Competing interactions and levels of ordering in self-organizing polymeric materials," *Science* 277, 1225-1232 (1997).
- [15]. G.M. Whitesides, J.P. Mathias, C.T. Seto, "Molecular selfassembly and nanochemistry: A chemical strategy for the synthesis of nanostructures," *Science* 254, 1312-1319 (1991).
- [16]. G.M. Whitesides, B. Crzybowski, "Self-assembly at all stages," *Science* 290, 2418-2421 (2002).
- [17]. P.J. Collings, *Liquid Crystals* (Adam Hilger, Bristol, 1990).
- [18]. K. S. W. Sing, D. H. Everett, R. A. W. Haul, L. Moscou, R. A. Pierotti, J. Rouquerol, T. Siemieniowska, *Pure Appl Chem* 57, 603-619 (1985).
- [19]. J. Narayanan and X.Y. Liu, "Protein interactions in undersaturated and supersaturated solutions: A study using light and X-ray scattering," *Biophys. J.* 84, 523-532 (2003)
- [20]. H.B. Brewer Jr., R.E. Gregg, J.M. Hoeg, "Apolipoproteins, lipoproteins, and atherosclerosis," in E. Braunwald (edt.) *Heart Disease: A Textbook of Cardiovascular Medicine*, p.121-144 (WB Saunders, New York, 1989).
- [21]. Y.P. Nikitin, F.V. Tuzikov, N.A. Tuzikova, Y. Ragino, "Application of the small-angle X-ray scattering technique for estimation structural change of lipoprotein fractions of blood," *Abstracts of 71st European Atherosclerosis Society* 73, 26-29 (1999).
- [22]. F.V. Tuzikov, L.E. Panin, N.A. Tuzikova, L.M. Poljakov, "Application of the small-angle X-ray scattering technique for estimating structural changes at high density lipoproteins," *Membr. Cell Biol.* 10, 75-82 (1996).
- [23]. R.A. Lewis, K.D. Rogers, C.J. Hall, E. Towns-Andrews, S. Slawson, A. Evans, S.E. Pinder, I.O. Ellis, C.R.M. Boggis, A.P. Hufton and D.R. Dance, "Breast cancer diagnosis using scattered X-rays," *J. Synchrotron Rad.* 7, 348-352 (2000).
- [24]. M. Fernández, J. Keyriläinen, R. Serimaa, M. Torkkeli, M-L. Karjalainen-Lindsberg, M. Tenhunen, W. Thomlinson, V. Urban and P. Suortti, "Small-angle X-ray scattering studies of human breast tissue samples," *Phys. Med. Biol.* 47, 577-592 (2002).

- [25]. S. Pikus, "Small-angle X-ray scattering (SAXS) studies of the structure of starch and starch products," *Fibres and Textiles in Eastern Europe* 13, 82-86 (2005).
- [26]. P.A. Perry, T.A. Waigh, A.M. Donald, "The effect of changing solvents on the kinetics and micromechanics of starch freezing," *Annual Report of the Synchrotron Radiation Department of the CLRC Daresbury Laboratory*, p.110-111 (1997-1998).
- [27]. J.J. Thomas, H.M. Jennings and A.J. Allen, "The surface area of cement paste as measured by neutron scattering - Evidence for two C-S-H morphologies," *Cement and Concrete Research* 28, 897-905 (1998).
- [28]. J.J. Thomas, H.M. Jennings and A.J. Allen, "The surface area of hardened cement paste as measured by various techniques," *Concrete Science and Engineering* 1, 45-64 (1999).
- [29]. Kätzel, Dipl-Ing Uwe. "Dynamic light scattering for the characterization of polydisperse fractal systems by the example of pyrogenic silica." (2007).
- [30]. D.C. Creagh and J.H. Hubbell, "X-ray absorption (or attenuation) coefficients," in A.J.C. Wilson (edt.), *International Tables for Crystallography*, Vol. C, Sec. 4.2.4., 189-206 (Kluwer Academic, Dordrecht, 1992).