

Bóta Attila–Varga Zoltán–Wacha András

■ MTA TTK, Anyag- és Környezetkémia Intézet, Biológiai Nanokémia Kutatócsoport

wacha.andras@ttk.mta.hu

Nanoszerkezetek meghatározásának új hazai lehetőségei a CREDO kisszögű röntgenszórásos nagyberendezéssel

Bevezetés

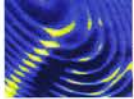
A hétköznapi élet szinte minden területén (híradástechnika, optika, élelmiszer és egészségügy) találkozunk a miniatürizálás termékeivel: a nanorendszerekkel és nanorészecskékkal. A természettudományos kutatásokban is a kis méretekhez köthető tulajdonságok megismerése játszik központi szerepet. A nanorészecskék mérete – legalább két dimenzióban – az 1 és 100 nm közötti tartományba esik. A nanorendszerek ezzel ellentétben összetett, nagyobb kiterjedésű anyagok, amelyek belsejében nanométeres kiterjedésű szerkezeti jellegzetességek (periódusok, inhomogenitások) jelennek meg. Például pórusos hordozók, az aktív szemcsékből álló katalizátorok egy része, talajalkotó agyagásványok vagy optikai elemként is használt rétegrendszerek (tükörök) tartoznak ide. A nanorészecskék és nanorendszerek új típusait kidolgozó és fejlesztő, úgynevezett *nanotechnológiák* e rendszerek szerkezeti és morfológiai leírásának széles eszköztárát használják. A nanotartományban a méret- és morfológiai (alakítási) meghatározás leggyakoribb eszköze az elektronmikroszkóp, amellyel a részecskék és alkotók vetületi felületének képét nyerjük. A felvételek készítésekor általában a nanorészecskék szuszpenzióját kell egy átlátszó hártárra szárítani. Gyakori eset azonban, hogy a részecskék kiszáradva egymáshoz tapadnak, így téves információhoz jutunk. Ezenfelül az elektronmikroszkóp sugara is károsíthatja a mintát. A lágy, szerkezeti alkotóként vizet vagy más oldószert tartalmazó minták tanulmányozása csak különleges módszerekkel (krio- vagy fagyasztatöréses eljárások közbeiktatásával) történhet. Emellett a képfeldolgozás statisztikai relevanciája mindig megkérdőjelezhető, ugyanis a megfigyelt szubjektív megítélését tartalmazza.

A nanorendszerek méret- és szerkezetmeghatározásának indirekt, szórásos alapuló módszerei az egyedi és képi megjelenítésekkel szemben statisztikailag megbízhatóak, ugyanis az átvilágított minta egészéről adnak információt. Ugyanakkor ahhoz, hogy a szórásos intenzitásból az alkotók képi módszerekkel össze-

vethető dimenzióit kinyerhessük, komplikált transzformációkra van szükség, melyek nagy komplexitású anyagi rendszerek esetében nem alkalmazhatóak.

A felhasznált részecske- (elektron, neutron) vagy fénynyaláb (lézernyáláb, röntgensugár) a részecskékkal vagy a nanorendszer egészével való kölcsönhatás során irányt változtat (szóródik). Ha mérjük a szórt nyaláb intenzitását az eltérülés szögének függvényében, akkor az intenzitás és a részecskeméret közötti összefüggések felhasználásával a nanorészecskék mérete és méreteloszlása határozható meg. A látható fény hullámhosszának tartományába eső (lézernyáláb) fény erre alkalmas, de a méreteloszláson felül egyéb finomszerkezeti információt, a hullámhossz relatíve nagy értéke miatt, nem nyerhetünk. További probléma, hogy a fényszórás tömény, kondenzált rendszerek esetében kivitelezhetetlen. Nagy áthatólképességű röntgenfény vagy neutronok alkalmazása további lehetőségeket biztosít [1]. Röntgensugarat vagy neutronnyalábot alkalmazva a megfigyelt röntgen- vagy neutronszórás jellemzően kisszögű szórás, azaz a nyaláb a kis szögek tartományában ($< 10^\circ$) szóródik [2,3]. A kisszögű szórás a nanorészecskék és a nanorendszerek jellemzője, a nanométeres hosszúságú karakterisztikus távolságok – speciális esetekben periódusok – következménye. Kvalitatív magyarázatul a Bragg-egyenlet szolgál ($2d \sin \theta = n\lambda$, ahol λ az alkalmazott sugárzás hullámhossza, d a párhuzamos, egyedi szóró-objektumokból álló, szomszédos (kristály-)síkok távolsága, θ a beeső sugárnyalábnak ezekkel bezárt szöge, n egész szám). Nagyobb periódustávolságok konstruktív interferenciája kisebb szórás szögnél következik be. Nanorészecskék esetében a szórásos intenzitás a szórásos szög függvényében általában monoton lecsengő görbét mutat, amelyből a méreten, méreteloszláson kívül a részecske belső szerkezetére vonatkozó egyéb információkat is nyerhetünk.

A röntgennyaláb szóródása az elektronokon következik be, ezért az mind a kisszögű, mind a nagyszögű tartományban azonos fizikai elvre épül. A kis- és nagyszögű szórás, illetve speciális esetekben diffrakció (speciális területei a pordiffrakció, egy-

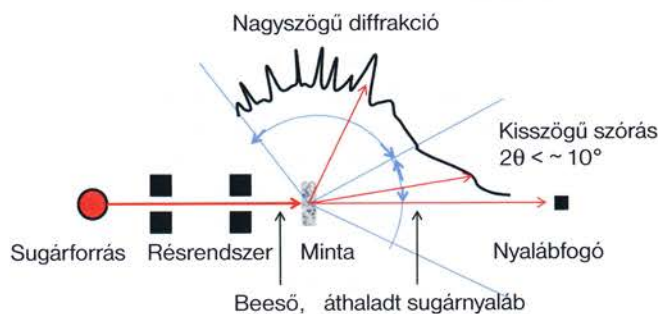


kristály-diffrakció) megkülönböztetése a kivitelezési technikák, az eltérő gyakorlati megoldások alapján vált indokolttá. Magyarországon a kisszögű röntgenszórásos vizsgálatok széleskörűen nem terjedtek el. Ugyan megvan a lehetősége annak, hogy egy elterjedten használt pordiffrakciós berendezést a kis szögek tartományában is használjuk [4]. A megfelelő jel/zaj viszony elérése érdekében azonban az ilyen berendezéseknél a mintára irányuló nyaláb keresztmetszete vékony, de hosszú vonal, ami az ideális, kicsiny méretű, pontszerű nyalábbal mérhető szórási görbéhez képes torzított formát (ún. „elkettő” görbét) eredményez. Ezt egy utólagos, matematikailag rosszul kondicionált transzformációval lehet/kell korrigálni.

A szinkrotronok és nagy intenzitású laboratóriumi sugárforrások (forgóanódos vagy mikrofókuszos röntgengenerátorok) elterjedése, valamint a detektorok fejlesztett típusainak megjelenése a kisszögű szórás technikát előtérbe hozta. Ehhez járult hozzá a nanorendszerekhez kapcsolható mérési igény óriási növekedése. Az MTA Természettudományi Kutatóközpont Biológiai Nanokémia Kutatócsoportjában folyó munkák arra inspiráltak bennünket, hogy egy új, a tudomány mai színvonalát képviselő („state of art”) laboratóriumi nagyberendezést tervezzünk és építsünk fel, amellyel a nanorészecskék és nanorendszerek különböző típusain felül makromolekulás biológiai rendszerek, polimerek kisszögű (és nagyszögű) szórásos vizsgálatát tudjuk elvégezni. A berendezést CREDO-nak (Creative Research Equipment for DiffractiOn) neveztük el [5]. A következőkben a berendezés tervezésének elveit, a készülék rövid leírását és alkalmazásának lehetőségeit kívánjuk közreadni.

A kisszögű röntgenszórás alapjai

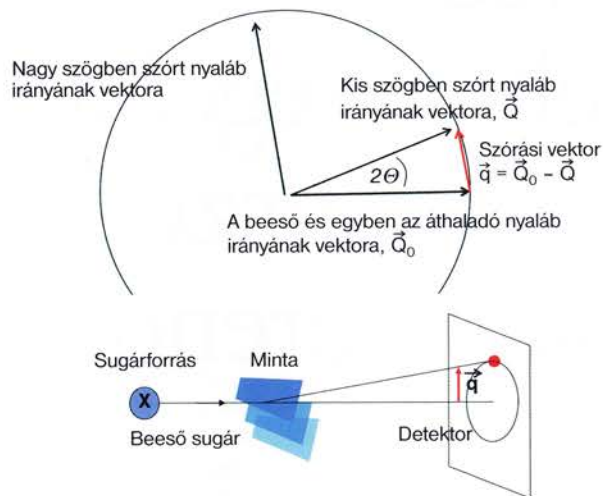
Az ideálisan keskeny és kör keresztmetszetű röntgenyaláb nagy része a megfelelően választott vastagságú mintán irányát megtartva áthalad, más része pedig szóródik. Az 1. ábrán láthatjuk a különböző szórási és diffrakciós technikáknak megfelelő szög-tartományokat.



1. ábra. A szórt röntgenyaláb felosztása a kis- és nagyszögű tartományokra, amelyekre eltérő mérés technikai megoldások születtek

A röntgenszórás általános elmélete Lauétól származik. Az elmélet alapján a szórt nyaláb – elektromágneses hullám – amplitúdója a szórócentrumok, azaz az elektronok relatív távolságainak függvénye. A szórás amplitúdóról elméleti úton belátható, hogy az elektronsűrűség-függvény Fourier-transzformáltjával azonos. Ennek abszolútérték-négyzete (általában komplex mennyiségről van ugyanis szó) a szórás intenzitás. A térben változó elektronsűrűség-függvény a szóró anyag térformáját rajzolja ki, jellemzi. A minta elektronsűrűség-függvényének meghatározása egyenlő a szerkezet meghatározásával. Ez a szórás kísérlet célja.

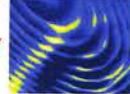
Az elméletből következik, ha egy relatív távolság gyakori – például kristályszerű periodikus ismétlődés van a mintában –, akkor az interferencia-viszonyokat befolyásoló bizonyos szögeknel az intenzitás kimagaslóan nagy értéket mutat, azaz a jól ismert Bragg-egyenletnek megfelelően éles reflexiókat mérhetünk. A periodikus rácsszerkezet az atomi-molekuláris méretskálán gyakori, míg a nagyobb molekulahalmazok, atomcsoportok térbeli elhelyezkedése általában nem rácsszerű, tehát a kisszögű tartományban általában szórás képpel és nem diffrakciós képpel találkozunk. A szórás geometria bemutatását szolgálja a 2. ábra. A mintára irányuló nyalábot, annak irányát illusztrálja a \vec{Q}_0 vek-



2. ábra. A szórás geometria vázlatja, a szórás vektor értelmezése. Mivel \vec{Q}_0 és \vec{Q} vektorok hossza $2\pi/\lambda$, az általuk bezárt 2θ szar-szögű egyenlő szárú háromszögre vonatkozó ismeretek alapján $q \equiv |\vec{q}| = 4\pi \sin \theta/\lambda$. Az ábra alján bemutatunk egy kisszögű mérési elrendezést, amely lényegében az értelmező ábra kinagyított esete

tor. A szórás rugalmas, nem jár energiacserevel, tehát a szórt nyalábot ugyanolyan hosszú irányvektorral, \vec{Q}_0 -val vesszük figyelembe. A szórás adott, 2θ -val jellemzett szögehez tartozó esetét a vektorok különbsége mutatja, amelyet szórás vektornak hívunk: $\vec{q} \equiv \vec{Q} - \vec{Q}_0$. A ún. hullámszámvektor hosszát $2\pi/\lambda$ -nak választjuk, amellyel a különböző hullámhosszúságú nyalábokkal végzett kísérleteket egységesítjük. A szerkesztési ábra felnagyított változatát testesíti meg a gyakorlati mérési elrendezés (tekintetbe kell vennünk, hogy kis szögek esetében a \vec{q} szórás vektor nagyon jó közelítéssel a röntgensugárra merőlegesen állított detektor síkjába esik).

A minta sokféle lehet. Legyen például multiréteges szerkezetű, amelynek rétegei nagy kiterjedésűek és párhuzamosan állnak. Ebben az esetben a mintától kb. 20 cm távolságban elhelyezett detektoron függőleges irányban, szabályos pontsorozatot mérhetünk, amelyek a Bragg-csúcsoknak felelnek meg. Például az első pont távolsága a detektor közepétől (ahol a szóratlan, úgynevezett primer nyaláb is áthaladna; megjegyezzük: ez a pont felel meg $q = 0$ -nak) 2 cm. Ebből azonnal adódik q értéke, valamint a Bragg-egyenlet alapján a minta periódusának értéke is ($q = 4\pi \sin \theta/\lambda, 1,54 \cdot 4\pi \sim \tan(2/2 \cdot 20)/0,154$ ahol $\lambda = 0,154$ nm) és ennek megfelelően $d = 2\pi/q = 1,54$ nm). A vázolt eset felel meg a kisszögű egykristály-diffrakciónak. Ha gondolatban a multiréteget összetörjük, akkor annak részei a térben – amelynek síkjai ugyanolyan szögben álltak, mint az előző esetben – a detektoron diffrakciós pontok helyett diffrakciós gyűrűt adnak.



A pordiffrakció analógiájára ez felel meg a kisszögű diffrakciónak. Abban az esetben, ha a minta finom szemcséi nem tartalmaznak periódusokat, akkor diffrakciós gyűrűket nem nyerünk, de a szórás kép továbbra is középpontosan szimmetrikus marad, ami a kisszögű szórás gyakori esetét példázza.

A berendezés tervezésének koncepciói és főbb egységei

A kisszögű szórás laboratóriumi mérését világszerte erre a célra kialakított kisszögű berendezésekben – szokásos elnevezéssel ún. kisszögű kamerákban – oldják meg, amelyeknek egyik elterjedt típusa a „Kratky-féle kompakt kamera”; ez kialakítójáról, prof. Otto Kratkyról kapta a nevét. Laboratóriumunkban mi is ilyen berendezést – pontosabban annak saját magunk által továbbfejlesztett változatát – használtunk. Egyedi megoldásokkal a kisszögű szórás és a pordiffrakciót is megmérhetjük egyazon mintáról egyazon berendezésben [4]. A házi berendezés használata során, valamint több szinkrotron-állomáson telepített kisszögű mérőhelyeken szerzett tapasztalatok alapján olyan mérőberendezést kívántunk létrehozni, amely a lehető legszélesebb szórás szögtartományban képes az adatok gyűjtésére. Nagy hangsúlyt fektettünk arra, hogy – a legtöbb esetben gyengén szóró – biológiai eredetű mintákat is tudjunk tanulmányozni. Ennek megfelelően az elérhető legjobb jel/zaj viszonyt nyújtó kétdimenziós, helyfeloldásos detektort szereztünk be, amellyel anizotrop szórás képet tudunk rögzíteni. Az egyik irányban kiterjedt méretű (vonalszerű) röntgensugárzás okozta elkenődés elkerüléséért pontfókuszú nyalábot adó röntgenforrást szereztünk be. A kis- és a nagyszögű szórás tartomány átfedése és minél kisebb szórás szögek elérése érdekében a berendezés fő egységeit – a röntgenforrást, a mintatartó kamrát, valamint a detektort – közös optikai tengelyre terveztük. A mérés körülményeinek a lehető legnagyobb variálási lehetőséget adva a minta elhelyezését vákuumban és atmoszférikus körülményekre is megoldottuk. A mintatartók változatosak: szilárd anyagok és folyadékok egyaránt mérhetők, valamint egyszerre több minta is elhelyezhető. A mintatér termosztálható, a minta mágneses térbe helyezhető és *in situ* nyírási igénybevétel is alkalmazható.

A berendezés fő egységei egy 6095 mm hosszúságú X95 profilú optikai tengelyen vannak elhelyezve, amellyel az egységek relatív távolságának gyors változtatását tudjuk elérni. A párhuzamos és monokromatikus röntgennyalábot egy 30 W teljesítményű Cu-anódú röntgenső biztosítja (GeniX^{3D} Cu ULD, Xenocs SA, Sasse, France), amely FOX^{3D} parabolikus multirétegű röntgenoptikával van integrálva. A forrásból kijutó nyaláb a kollimációs rendszerbe jut, amely változtatható hosszban összekötött, 3 db egységet tartalmazó, variálható lyukrendszerből (ún. pinhole-ból) áll. A berendezés egyik leglényegesebb eleme és egyben minőségi mutatója a kétdimenziós, CMOS hibrid pixel detektor (Pilatus 300K, Dectris Ltd, Switzerland). A detektor érzékeny felülete 83,8×106,5 mm². A detektor gyakorlatilag zajmentes, lineáris karakterisztikájú és magas (20 bit) dinamikai tartománnyal rendelkezik, pixeljeinek „áthállása” zérus. A mintatartók különböző formája a 21×29×29 cm³ belső méretű mintatartó kamrában helyezhetők el. A mintatartó horizontális (35 mm) és vertikális (75 mm) irányban is léptetőmotorral mozgatható, így a szórása – az átvilágító nyaláb méretének megfelelő feloldásban – a nyaláb terjedési irányára merőleges síkban feltérképezhető. A kamra ablakai a szükséges hozzávezetések (elektromos, hűtő és fűtő folyadékkábelek) biztosítják. A minták több mintahelyes blokkban helyezhetők el. Az effektív, átvilágított mintatér fogat <1 μL,

de a pozicionálás miatt gyakorlatban ennél általában kicsit nagyobb térfogatú mintákra van szükség. Adott esetben, ha a minta mérésére atmoszférikus körülmények között kell, hogy sorra kerüljön, a minta vákuumkamrája eltávolítható, és a minta után következő vákuumcsövet vákuumfóliával fedjük le. A berendezés fényképét a 3. ábrán mutatjuk be.

A berendezés szoftvere és adatgyűjtő rendszere

A berendezés mérésvezérlő, adatgyűjtő és -feldolgozó szoftverrendszere (SAXSCTRL) Python nyelven, Linux operációs rendszer alá íródott. Ez a felhasználóbarátság igényével írt grafikus felület a berendezés minden egységének beállítását, helyzetének mindenkori kontrollját biztosítja. A detektált szórás képet a detektor saját camserver szoftvere írja a Nemzetközi Krisztallográfiai



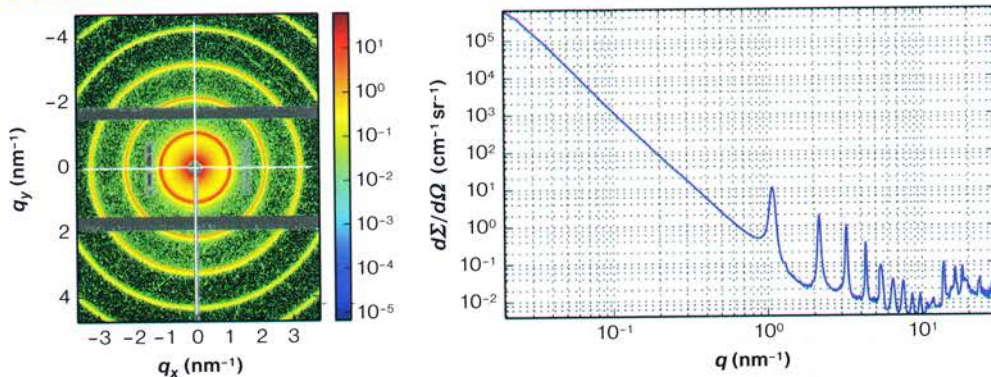
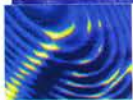
3. ábra. A CREDO berendezés fényképe

Unió (International Union of Crystallography, IUCr) által hivatalosan elfogadott CBF (Crystallographic Binary Format) file-formátumba. A szükséges kalibrációkat, korrekciókat, transzformációkat a mérőprogram a szórás kép rögzítését követően egy standard algoritmus szerint azonnal elvégzi. Az intenzitás adatok ún. abszolút egységekre (abszolút szórás hatáskeresztmetszet, I/(cm×sterad)) kerülnek átszámításra egy 1 mm vastagságú amorf szén – mint összehasonlító referenciaminta – szórásának mérése alapján. Az abszcissa tengely kalibrációja (azaz a detektor pixeljeinek a szórás változóra történő átszámítása) egy definiált periódusú minta (ezüst-behenát) mérése által történik. A teljes mértékben korrigált kétdimenziós képeket NPZ file-formátumban, illetve szabványos NeXuS file-ként is eltároljuk.

Reprezentatív eredmények

Ezüst-behenát porminta

A következőkben a CREDO készülékkel mért néhány reprezentatív mérési eredményünket mutatjuk be. Az ezüst-behenát (az ezüst 22 szénatomszámú zsírsavval, a behénsavval alkotott sója) világszerte sok kisszögű berendezésnél szolgál kalibrációs anyagként, mi is ezt használjuk. Szórása jól példázza az elméleti bevezetőben leírtakat, azaz összetett, benne a kisszögű szórás és diffrakció, valamint a nagyszögű diffrakció is előfordul (4. ábra). A felvételek három minta-detektor távolságnál (1578,3, 454,6, 72,6 mm) készültek, amelyek rendre az ún. ultrakisszögű, kisszögű és nagyszögű szórás tartományoknak felelnek meg. Az így nyert részgörbék összeillesztése által a szórásos/diffrakciós mérések gyakorlatában szokatlanul széles távolságtartományt ($q_{\min} \sim 0,019$, $q_{\max} \sim 29,87$ 1/nm) tudunk elérni, amely a Bragg-reprezentáció alapján jellemezve 320,2–0,21 nm periódustávolságtartományban felel meg. Az intenzitás több mint 8 nagyság-



4. ábra. Az ezüst-behenát (Ag-beh) porának szórása és diffrakciója a CREDO berendezés teljes szórási tartományának felhasználásával. A kisszögű szórás és diffrakció, valamint a pordiffrakció jelenségei együttesen megfigyelhetők. A bal oldali kép mutatja a kétdimenziós szórási és diffrakciós képet, amit kisszögű szórási tartomány felvételére szolgáló szokásos geometriai elrendezés esetén a detektoron közvetlenül megfigyelhetünk. A jobb oldali ábrán a detektor sugárirányú intenzitás-lefutása, a szórási/diffrakciós görbe látható

rendet változik. Az ezüst-behenát szórása példája a hierarchikus felépítésű kolloidrendszerek szórásának, amelyben a kisszögű szórás és diffrakció átlapolódik az atomi felépítésű struktúrából eredő nagyszögű diffrakcióval. Az átfedés jellege, mértéke az aktuális minta sajátosságaitól függ. Közlelebről szemügyre véve a szórási görbét, azt látjuk, hogy az ezüst-behenát nm-es dimenziójú rétegszerkezetéből eredő Bragg-reflexiók egy folytonosan csökkenő „alapvonalon” ülnek. Ez az „alapvonal” a polidiszperz Ag-behenát kristallitok kisszögű szórása, demonstrálva a kisszögű szórás és diffrakció együttes előfordulását. A kisszögű görbe kezdeti tartományának ismerete a kristallitok méreteloszlásának meghatározását biztosítja. Ilyen esetekben van szükség az ún. ultrakisszögű szórás (ultra small angle X-ray scattering, USAXS) mérésére. A CREDO berendezés optikai és kollimációs rendszere laboratóriumi berendezésnél szokatlan ultrakisszögű tartomány, a kb. $q < 0,06$ 1/nm tartományba eső szórás mérését is lehetővé teszi. A kisszögű tartomány hozzávetőlegesen a $q = 10$ 1/nm szórásváltozó értékéig tart, ezalatt a periodikus Bragg-reflexiók tíz (!) rendje figyelhető meg. A $q > 10$ 1/nm szórásváltozó-tartományban további Bragg-csúcsok jelennek meg, amelyek az ezüst-behenát só atomi szerkezetének következményei.

Szilika-nanorészecskék szuszpenziója

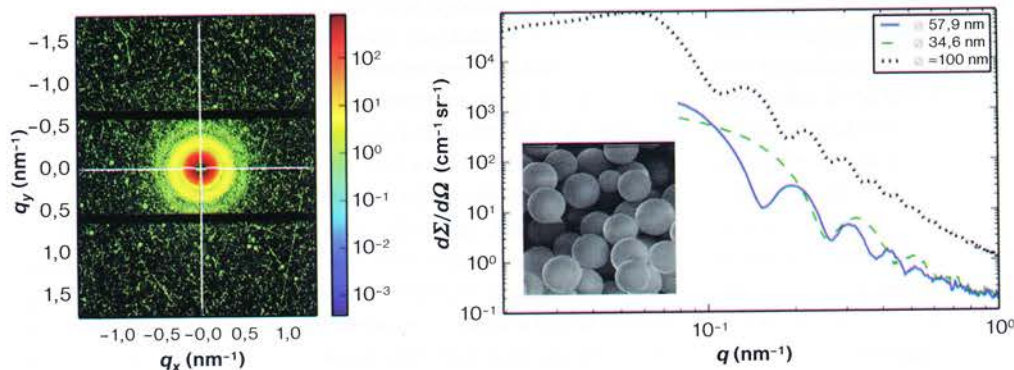
A gömb alakú szilikarészecskék a nanotechnológia tipikus és jól ismert anyagai, amelyek széles körű felhasználást nyertek, és

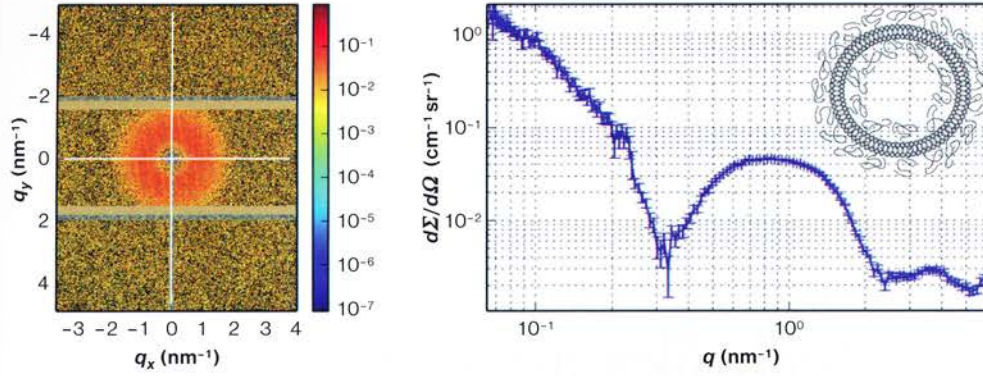
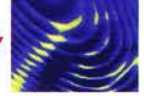
már az élelmiszerekben, gyógyszerkészítményekben is megjelennek. Rögzített körülmények mellett előállított formáik sok mérési módszer számára méret-standardként is szolgálnak [6]. Az 5. ábrán szemügyre vehetjük a szabályos gömbszerű alakzatok tipikus kisszögű szórását. A minták méreteloszlása szűk, ezért a szórási görbékben a monoton lecsengő görbén több lokális maximum figyelhető meg, amelyek a gömb alakú objektumok szórásának jellegzetességei.

Sztérikusan stabilizált vezikulák

A sztérikusan stabilizált vezikulák polimer héjat tartalmazó unilamellás liposzómák, amelyek hatóanyag szállítására alkalmas nanohordozóként orvosi felhasználást nyertek [7]. E rendszerek kisszögű röntgenszórással való mérése – különösen a felhasználásnak megfelelő koncentrációban és közegben – nagy kihívást jelent. Hagyományos laboratóriumi kisszögű röntgenberendezésben mérésük nem oldható meg. A CREDO berendezés által nyert szórási görbét az 6. ábrán mutatjuk be. A bemutatott szórási görbe a polimer láncal dekorált lipid kettősréteg radiális irányú elektronsűrűségének a meghatározását teszi lehetővé, amellyel a sztérikus stabilizálás szerkezeti részletei tárhatók fel. A bemutatott eset vezikulás rendszerek és ezen túl a sejtmembrán-kutatás kisszögű röntgenszóráshoz köthető lehetőségeit villantja fel, egyben a CREDO berendezés ún. lágú anyagok, polimer rendszerek tanulmányozásában rejülő lehetőségeit mutatja.

5. ábra. A szilikarészecskék etanolos fázisban készített szuszpenziójának kisszögű szórása. Az ábrán Hartlen és munkatársainak módszere alapján, két méretosztályban szintetizált részecskék szórását mutatjuk be. Vegyük észre, hogy a nagyobb méretű részecskék szórásgörbéje hasonló alakot mutat, mint a kisebb méretűé, de a kisebb szórási változók tartományába van eltolódva. Egy másik fajta szilika (Klebosol) töményebb szuszpenziójában az aggregátumok kimutatására, az ultrakisszögű tartomány mérése vált szükségessé, amelyben az első púp a részecskék aggregációjának következményét, a korrelációs csúcsot (a szomszédos részecskék párkorrelációját) mutatja





6. ábra. A hidratált, sztérikusan stabilizált vezikula 1 tömegszázalékos rendszerének kisszögű szórása. A szórási intenzitás a gömbhéj-rendszer formafaktorának négyzete. Utóbbi a polimer láncsal dekorált, gömbhéj formájú lipid kettősréteg radiális irányú elektronsűrűségének Fourier-transzformáltja. Az ábrán bemutatott részlet a kettősréteg belső szerkezetével van kapcsolatban

Oldatfázisú fehérjék

A BSA (bovine serum albumine) mérése kapcsán a fehérjék oldatfázisú mérésének lehetőségét demonstráljuk. A fehérjék nagy része – különösen a membránfehérjék – nem kristályosítható, ezért a fehérjekristallográfia atomi pontossága helyett az ennél kisebb feloldású kisszögű szórástechnika adta lehetőségeket kell kihasználni. Az ún. durvaszemcsés modellezés keretein belül lehetőség van a fehérjék kisszögű szórásgörbéjének értelmezésére, a szórásgörbe illesztése alapján az oldatbeli átlagos fehérjealak meghatározására. A fehérjék kisszögű szórásgörbéje alapján a fehérjék átlagos méretének jellemzését az ún. girációs (forgási ekvivalens) sugárral adják meg, amely tetszőleges alakra meghatározható. A szórásgörbe egészének figyelembevételével az előbb említett durvaszemcsés modellel a fehérje alakját gömbökből – mint fiktív szerkezeti egységekből – rakják ki. A modellezés finomságát ezen gömbegységek mérete jellemzi. A 7. ábrán láthatjuk, hogy a BSA minta szórása gyenge, ezért különösen fontos a feloldás növelése érdekében, hogy a nagyobb szórási változó tartományában is tolerálható mértékű hibával történjen a mérés. A CREDO berendezés detektorának érzékenysége, nulla zaja ezt a feltételt biztosítja, de a rendelkezésre álló sugárforrás intenzitása nem vezet ésszerű időkorlátokon belüli kisebb mérési hibához. Ilyen esetekben már szinkrotron-forráshoz kell fordulnunk.

Összefoglalás

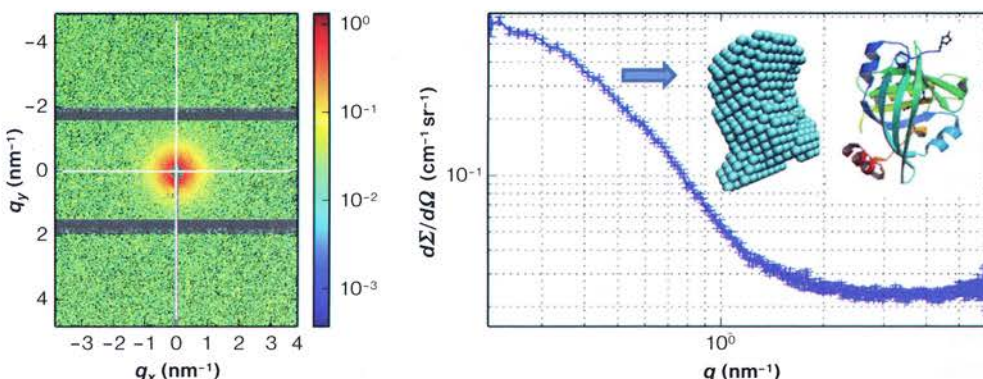
A CREDO laboratóriumi nagyberendezés széles mérettartományban biztosítja a különböző anyagi rendszerek – ezek között is kiemelkedő módon a nanorendszerek – szerkezetvizsgálatát. A bemutatott példákon kívül számos, a gyakorlati élet számára fontos anyag jellemzésében szolgálhat hasznos információkkal. Elsőként említhetjük a különböző gyógyszer- és kozmetikai készítmények vizsgálatát. Ki kell emelnünk azt a tényt, hogy a berendezés által szolgáltatott adatok minősége megközelíti a szinkrotronok mérőállomásainál nyerhetőket. Ennek következtében olyan,

kis koncentrációjú vizes oldatok és általában gyengén szóró rendszerek is mérhetők, amelyek mérés laboratóriumi berendezésekben korábban kivitelezhetetlen volt. A CREDO berendezés az MTA Wigner Fizikai Kutatóközpont és az MTA Energia Kutatóközpont által közösen üzemeltetett, Budapesti Neutron Centrum kisszögű neutronszórási berendezéseivel („Yellow Submarine” és FSANS) stratégiai jelentőségű kutatási infrastruktúra-hálózatot (SKI) képez, a HUNSAS-t (Magyar Kisszögű Szórási Módszerek Hálózata). Ennek keretében a mérőeszközökhöz külső felhasználók is hozzáférhetnek a <http://credo.ttk.mta.hu> weboldalon leírtaknak megfelelően.

Köszönetnyilvánítás. A berendezés az MTA Természettudományi Kutatóközpontja, valamint a Richter Gedeon Vegyészeti Gyár Nyrt. együttműködésével valósult meg. A szerzők ezúton is köszönetet mondanak különösen Dr. Demeter Ádámnak, Dr. Szombathelyi Zsoltnak és Dr. Thaler Györgynek. A projektet ezenkívül a Nemzeti Innovációs Hivatal által kezelt CNK 81052-es számú OTKA-pályázata, valamint a L1.2-07/1-2008-0002 számú Közép-magyarországi Operatív Program (KMOP) pályázat támogatta. A szerzők külön köszönik Pálmai Marcellnek a SiO₂ részecskék előállítását; Gert Roebennek (Institute of Reference Materials and Measurements, Joint Research Centre of the European Commission, Geel, Belgium) a Klebosol mintáért, Lauffer Ferencnek (Feritex Kft.) a finommechanikai munkáért és tervezésért, Dr. Jan Ilavskynak (Advanced Photon Source, Argonne, USA) a kalibrált üveges szemintáért; végül, de nem utolsósorban pedig Dr. Ulla Vainionak, Dr. Günter Goeigknek, Dr. Armin Hoellnek, Dr. Michael Krumreynak és Dr. Christian Gollwitzernek a DESY és BESSY szinkrotronok SAXS mérőhelyein szerzett tapasztalatokért mondanak köszönetet.

IRODALOM

- [1] Kratky, O., Nova Acta Leopoldina (1983) 256, 3–72.
- [2] Guinier A., X-ray diffraction in crystals, imperfect crystals, and amorphous bodies. New York, Dover, 1994.
- [3] Guinier A, Fournet G., Small-angle scattering of X-rays. New York, John Wiley and Sons, 1955.
- [4] Bóta, A., Journal of Applied Crystallography (2013) 465, 573–576.
- [5] Wacha, A., Varga, Z. and Bóta, A., Journal of Applied Crystallography (2014) 47, 1749–1754.
- [6] Pálmai, M., Naszályi-Nagy, L., Mihály, J. és munkatársai, Journal of Colloid and Interface Science (2013) 390, 34–40.
- [7] Varga, Z., Berényi, Sz. Szokol, B. és munkatársai, Journal of Physical Chemistry B (2010) 114, 6850–6854.



7. ábra. A BSA (bovine serum albumine) pufferoldatban (1 tömeg%) készült szórási képe