



Neutron diffraction at the Institute of Nuclear Physics in Rez, History and presence NEUTRONOVÁ DIFRAKCE V ÚJF AV ČR V ŘEŽI, HISTORIE A SOUČASNOST

Pavel Mikula

Institute of Nuclear Physics, Academy of Sciences of the Czech Republic, Rez near Prague

Abstract

It has been 35 years since the first neutron diffractometer SPN-100 was installed at the research reactor VVR-S, Řež. The article is the author's honest view of the history of the neutron diffraction group, its growth, its expansion of the scope of research, as well as a look at the present experimental capabilities and future research potential.

Abstrakt

V tomto roce uplynulo právě 35 let od uvedení do provozu prvního neutronového difraktometru SPN-100 u výzkumného reaktoru VVR-S v Řeži. Článek je subjektivním ohlédnutím se autora do historie skupiny neutronové difrakce, jejího růstu, rozšiřování výzkumné problematiky a také na současný stav experimentálního vybavení a výzkumných aktivit s perspektivou do budoucnosti.

1. Úvod

Teoretický a experimentální výzkum v oblasti difrakce a spektrometrie termálních neutronů (obecně neutronového rozptylu) byl zahájen ve světě po roce 1946, kdy byly k dispozici první intenzivní zdroje - jaderné reaktory. Široké použití metod neutronového rozptylu způsobilo, že u každého výzkumného reaktoru nebo pulsního neutronového zdroje je instalováno několik (dokonce desítky)



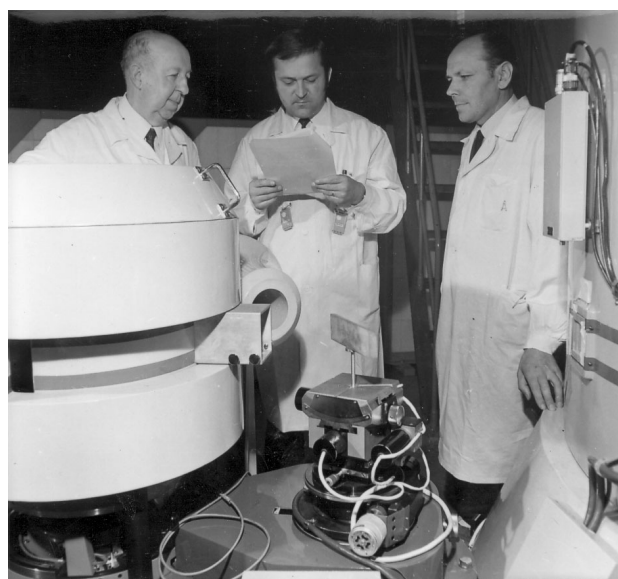
Obr. 1. První neutronový difraktometr SPN-100 vybudovaný vlastními silami pro experimenty s polarizovanými tak i nepolarizovanými termálními neutrony který je instalovaný u horizontálního kanálu HK-4.

experimentálních zařízení. Kromě spuštění provozu výzkumného reaktoru VVR-S v r. 1957, jako nezbytného neutronového zdroje, k nejvýznamnějším mezníkům v rozvoji neutronové difrakce v ÚJF lze přiřadit:

1.1 Vybudování a uvedení do provozu difraktometru SPN-100

Asi po třiletém budování, v r. 1965 uvedli kolegové R. Michalec, B. Chalupa, J. Vavřín a J. Vávra do provozu první dvouosý difraktometr SPN-100 [1], který byl na svou dobu na vynikající mechanické úrovni a většina mechanických částí zůstala nezměněna do současné doby (viz. obr. 1). SPN je zkratkou názvu *Spektrometr polarizovaných neutronů*. Vzhledem k tomu, že dvouosé provedení lze využívat pouze k pružnému rozptylu, vžil se později název *Dvouosý difraktometr SPN-100*. Difrakční experimenty je na něm možné provádět jak s polarizovanými, tak nepolarizovanými neutrony o vlnové délce $\lambda = (0.08-0.25)$ nm.

Původně byly na difraktometru plánovány experimenty s polarizovanými neutrony. Krátce po zahájení programu *Difrakce na feromagnetických dokonalých monokrystalech* [2, 3], byla navázána spolupráce s profesorem V. Petržílkou, který inicioval zahájení zcela nového výzkumného programu *Difrakce neutronů na ultrazvukem buzených kmitajících monokrystalech* [4]. Ke spolupráci se přidávají doc. J. Zelenka a doc. J. Tichý z VŠST v Liberci,



Obr. 2. Prof. V. Petržílka, R. Michalec, B. Chalupa u tříosého spektrometru TKS-400 zakoupeného v r. 1971 tehdejší Československou komisí pro atomovou energii v Polsku pro KJF MFF UK, který je instalovaný u HK-9.

doc. O. Taraba z FE ČVUT Praha a ing. D. Galociová z FS ČVUT Praha. V r. 1969 nastoupil do skupiny P. Mikula na aspiranturu a v r. 1971 se po návratu z SÚJV Dubna ke skupině přidali ing. L. Sedláková a ing. J. Čech. Úmrtím prof. Petržílky spolpáce s fakultami prakticky končí. Koncem 70-tých let do skupiny přicházejí kolegyně M. Vrána (v r. 1979) a J. Kulda na aspiranturu (v r. 1980).

1.2 Zakoupení a instalace spektrometru TKS-400

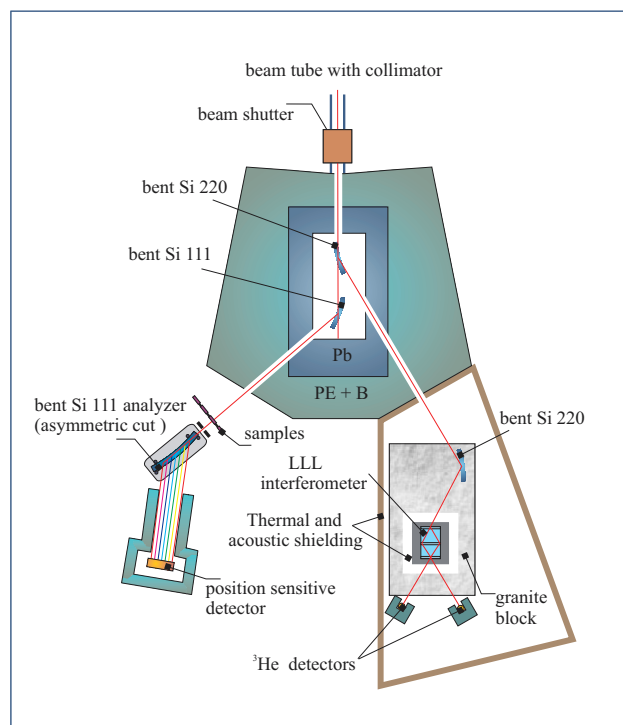
Experimentální čas na difraktometru SPN-100 nestačil na množství plánovaných experimentů poměrně velkého spolupracujícího tvůrčího kolektivu a v r. 1971 byl tehdejší ČSKAE zakoupen v Polsku pro katedru jaderné fyziky MFF UK spektrometr TKS-400 (viz. obr. 2), na němž měla skupina neutronové difrakce v Řeži padesátiprocentní podíl měřicího času [5]. Spektrometr TKS-400 byl několik let hojně využíván pracovníky Katedry kovů MFF UK (Z. Smetana, V. Sechovský, V. Meňovský, V. Šíma aj.) k neutronodifrakčním studiím strukturních a magnetických vlastností uranových sloučenin a získané výsledky byly zahrnuty do jejich kandidátských a doktorských disertací. V r. 1988 byl spektrometr TKS-400 převeden do vlastnictví ÚJF AV ČR.

1.3 Vybudování a uvedení do provozu jednoúčelového difraktometru pro malouhlový rozptyl neutronů DN-2

S využitím prvních zkušeností v oblasti neutronové optiky byly v r. 1983 zahájeny první experimenty malouhlového rozptylu neutronů (SANS) na difraktometru SPN-100 v dvoukrystalovém uspořádání se dvěma elasticky ohnutými monokrystaly. Rozlišením a oblast přenosu impulsu difraktometr vyplňoval oblast nedostupnou konvenčními kolimátorovými zařízeními na jedné straně a tzv. Bonse-Hart difraktometry vysokého rozlišení na druhé straně [6]. Díky prudkému rozvoji neutronové optiky byly u nás navrženy další alternativy [7-9] a v r. 1991 byl uveden do provozu nekonvenční difraktometr malouhlového rozptylu s analyzátozem v úplně asymetrické difrakční geometrii v kombinaci s lineárním polohově citlivým detektorem (viz. obr. 3) [10], který byl postupně zdokonalován [11] až ke konečné verzi používané v současné době [12]. Difraktometr tohoto druhu byl prvním na světě vůbec. Pro zajímavost lze uvést, že difraktometr pracující na stejném principu byl s naší pomocí vybudován také v HMI Berlin. V současné době mají zájem o vybudování takovýchto difraktometrů s naší spoluúčastí v JAERI Tokai (Japonsko) a v PINSTECH (Pakistán). Stávající zařízení v ÚJF Řež, dvoukrystalový difraktometr DN-2, umožňuje tudíž SANS měření s vysokým rozlišením a tím studium větších nehomogenit. Na rozdíl od konvenčních aparatur proto nachází naše metoda nejvíce aplikací v materiálovém výzkumu, zejména při studiu morfologie velkých precipitátů a porozity.

1.4 Vybudování a uvedení do provozu neutronového interferometru

Vlastní aparatura pro neutronovou interferometrii včetně interferometrického krystalu typu LLL byla vyvinuta v ÚJF v Řeži v letech 1986-87 [13]. V letech 1987-1989 probíhala rekonstrukce řežského výzkumného reaktoru a těžiště experimentálních aktivit skupiny se přesunulo do SÚJV Dubna, kde byli na dlouhodobých pobytech R. Michalec, M. Vrána, L. Sedláková a J. Kulda. V SÚJV vybuvovala naše skupina u impulsního reaktoru IBR-2 dvouosý difraktometr DIFRAN pro experimenty z oblasti neutronové optiky. Program byl zaměřen na neutronografická studia dynamické difrakce elasticky deformovaných monokrystalů [14] a neutronovou interferometrii ve spolupráci s IJG Gatčina a Atominstutem ve Vídni [15, 16]. V SÚJV byly poprvé pozorovány interferogramy průletovou metodou. Po ukončení rekonstrukce reaktoru VVR-S (s novým názvem LVR-15) počátkem 90-tých let ukončili členové skupiny dlouhodobé pobyty v SÚJV a za pomoci grantu AV ČR byla interferometrická aparatura vybudována v Řeži a uvedena do provozu v r. 1991 [10, 17]. I když neutronový interferometr je difrakční zařízení, které pracuje na bázi dynamické difrakce na dokonalých krystalech, je jeho využitelnost v současné době zejména v oblasti fundamentální fyziky, v oblasti studia interakce neutronů s jinými částicemi nebo poli, nebo pro ověřování předpovědi kvantové mechaniky. Vzhledem k tomu, že se u experimentů s neutronovým interferometrem jedná o interferenci koherentních *hmotných* vln (ve světě je v provozu celkem asi 5 neutronových interferometrů) interferometrická aparatura slouží jako unikátní zařízení pro demonstraci jevů kvantové mechaniky na makroskopické úrovni k vědecké výchově mnohých studentů, mladých vědec-



Obr. 3. Schematické zobrazení dvoukrystalového difraktometru malouhlového rozptylu DN-2 a zařízení pro neutronovou interferometrii, které jsou instalovány společně u HK-8.



kých pracovníků, jakož i vědeckých pracovníků jiných oborů [18].

1.5 Instalace texturního difraktometru TEXDIFF

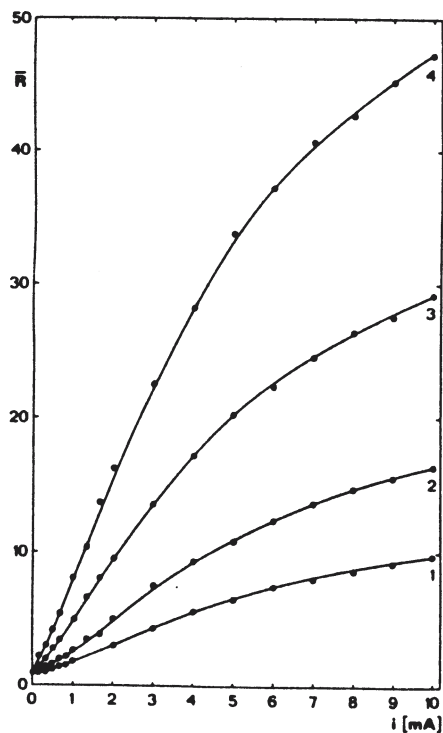
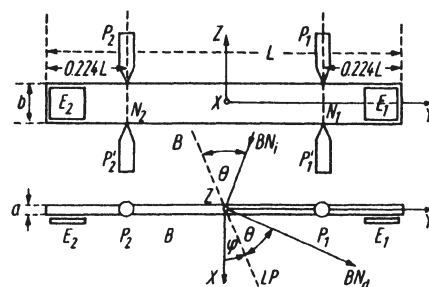
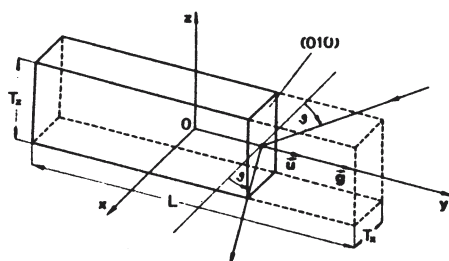
V r. 1991 byl definitivně ukončen provoz výzkumného reaktoru typu VVR v ZfK Rossendorf (reaktor in ZfK byl stejného typu jako LVR-15 v Řeži). Skupina neutronové difrakce v ZfK, jejímž hlavním programem bylo teoretické a experimentální studium textur polykrystalických materiálů se rozhodla instalovat dvouosý difraktometr (vybavený Eulerovým goniometrem značky Huber) pro měření textur u reaktoru v Řeži [19]. Difraktometr je instalován pro měření s konstantní vlnovou délkou (0.144 nm, Zn-monochromator) s možností měření rozptylových úhlů na vzorku až do 115°. Difraktometr byl využíván nejdříve kolegy z Rossendorfu a po reorganizaci ZfK (nová struktura ústavu a jiné výzkumné priority) přešel difraktometr pod

TU Freiberg a po několik let byl pravidelně využíván studenty prof. P. Klimanka. S odchodem prof. P. Klimanka do důchodu byl difraktometr převeden do vlastnictví ÚJF. Difraktometr byl a je také využíván pracovníky ÚJF k texturním měřením. V současné době se po mnohaletém bezporuchovém provozu připravuje rozsáhlá rekonstrukce difraktometru, která se týká jak mechanických částí, detekční trasy (vybavení polohově citlivým detektorem) a také moderní elektroniky pro řízení difraktometru a sběr experimentálních dat.

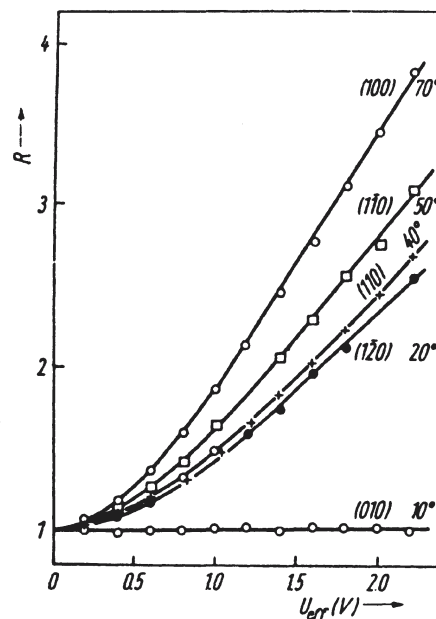
2. Výzkumné programy

2.1 Difrakce neutronů na kmitajících monokrystalech

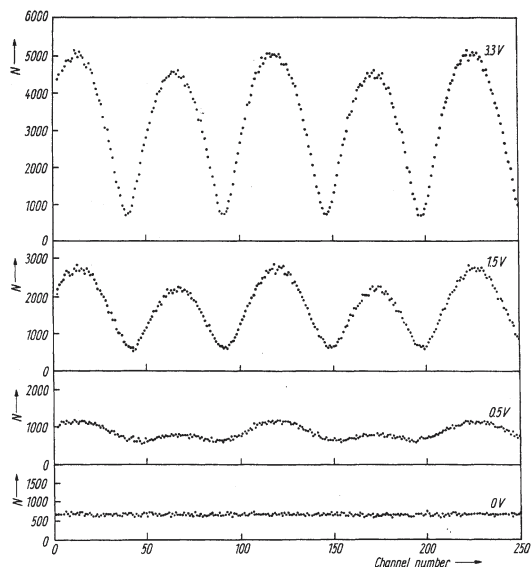
V rámci programu *Difrakce neutronů na ultrazvukem buzených kmitajících dokonalých monokrystalech* lze oprávněně říci, že v 70-tých letech tvůrčí kolektiv vyprodukoval desítky publikací v renomovaných časopisech a



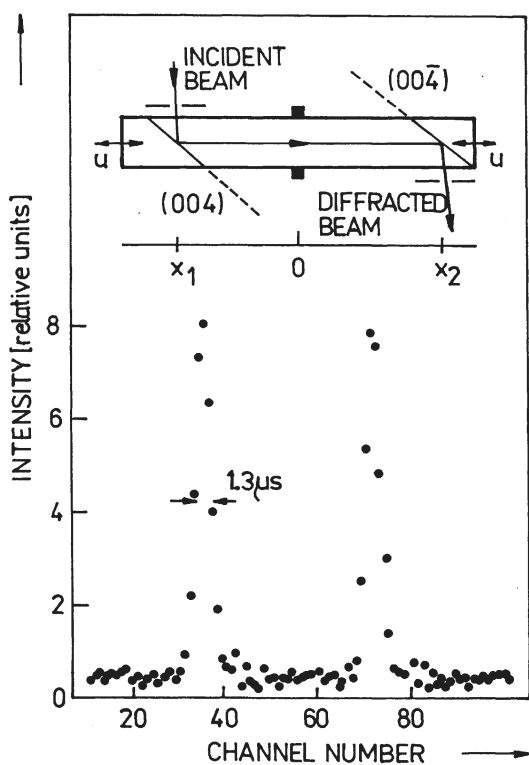
Obr. 4. Schematické znázornění difrakce na podélně kmitající destičce v geometrii symetrické transmise a relativní vzrůst integrální reflektivity v závislosti na proudu piezoelektricky buzené křemenné destičky pro $\lambda = 0.106$ nm a tloušťky 3 mm (1), 14 mm (2) a $\lambda = 0.154$ nm



Obr. 5. Schematické znázornění difrakce na ohybově kmitající destičce v geometrii asymetrické transmise a relativní vzrůst integrální reflektivity v závislosti na budícím napětí pro různé reflexní roviny s odpovídající úhlovou odchylkou ψ od roviny pro symetrickou transmissi; $\lambda = 0.106$ nm, $\nu = 1170$ Hz.



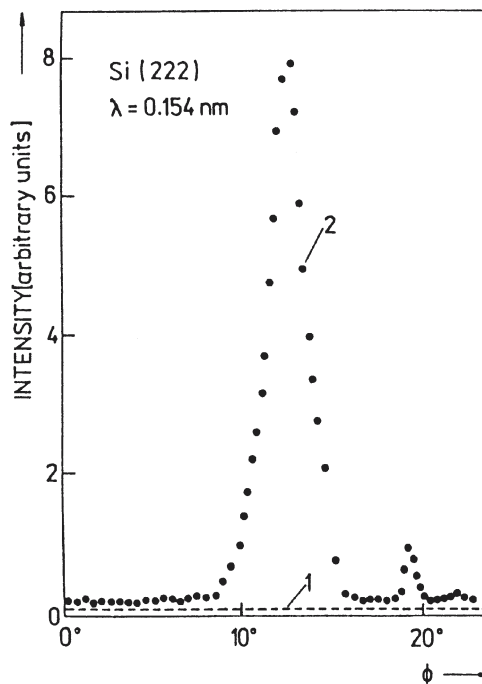
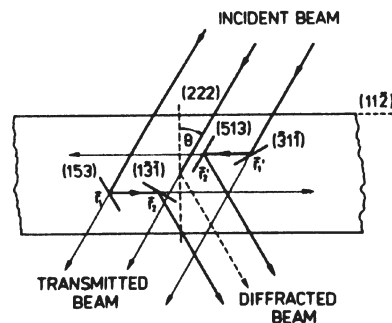
Obr. 6. Časová modulace intenzity neutronového svazku difraktovaného ohybově kmitající křemennou destičkou pro různé hodnoty budícího napětí. Šířka kanálu - 8 μ s, $\lambda = 0.106$ nm, $\nu = 1170$ Hz.



Obr. 7. Schema buzení dvojnásobných reflexí v jednom podélně kmitajícím křemíkovém monokrystalu a pulsní charakter spektra dvakrát odražených monochromatických neutronů.

bezspornu patřil v příslušné výzkumné oblasti k nejlepším ve světě (v seznamu literatury je uveden jen výběr některých typických prací).

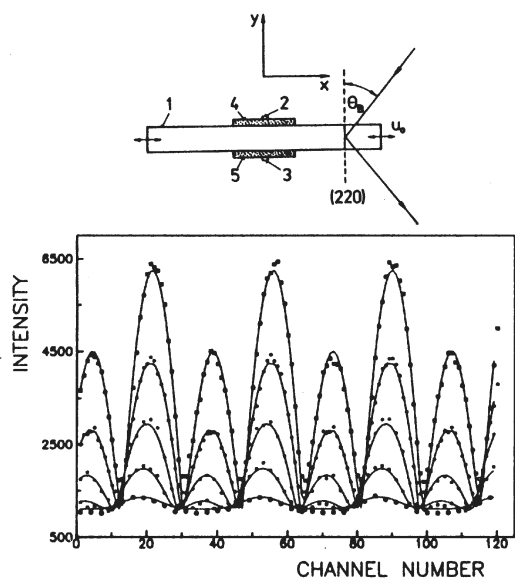
Výzkumná činnost zahrnovala: *studium reflexních vlastností a časové modulace difraktovaných neutronů vlivem Dopplerova a aberačního jevu pro různé typy kmitů krystalů* [20-24], *pro různé oblasti rezonančních frekvencí ve frekvenčním pásmu 1-5000 kHz* [25, 26] a *pro různé*



Obr. 8. Schema geometrického uspořádání pro pozorování jevu vícenásobných reflexí (Renningerův nebo také *Umweganregung* jev) simulujícího zakázanou reflexi Si(222) a pozorovaný efekt v závislosti na azimutálním úhlu otáčení krystalu Φ kolem vektoru [222] pro nekmitající (1) a ohybově kmitající destičku (2). Hlavní maximum odpovídá procesům znázorněným v horní části.

krystalické materiály [27] (viz. obr. 4 - 6), *studium elektrických a elektromechanických vlastností kmitajících rezonátorů* [28, 29], *experimenty difrakce neutronů na dvou synchronně kmitajících monokrystalech, pulsování neutronového svazku jedním a dvěma kmitajícími monokrystaly* ($FWHM_t = 1-100 \mu$ s, $\nu = 2-80$ kHz) [30 - 34] (viz obr. 7), *studium vícenásobných reflexí v jednom kmitajícím monokrystalu* [35 - 38] (viz obr. 8), *studium některých jevů (anomální absorpce a "přeskoky" mezi dispersními plochami) plynoucí z dynamické teorie difrakce* [39-42] (viz. obr. 9).

Jak již bylo zmíněno, tvůrčí kolektiv neměl v této oblasti výzkumu vážnou konkurenci ve světě. Bylo dosaženo řady vynikajících výsledků základního a metodického charakteru. Např. některé parametry neutronových pulsů ($FWHM_t = 1 \mu$ s a opakovací frekvence $\nu = 80$ kHz) [34]



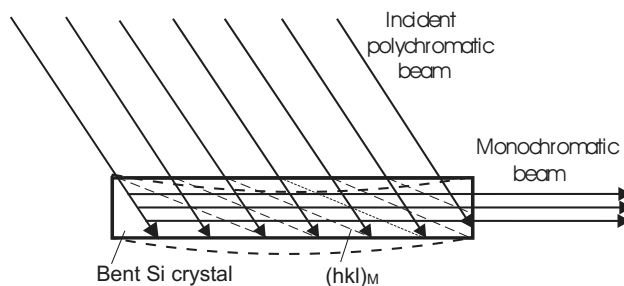
Obr. 9. Schematické znázornění experimentu a časová modulace neutronového svazku difraktovaného podélně kmitajícím silně absorbujícím monokrystalem InSb pro různé amplitudy kmitů, kdy během jedné půlperiody kmitů je buzená jedna větev dispersní plochy (velká absorpce) a během druhé půlperiody druhá větev (malá absorpce). 1 - krystal, 2,3 - úchytné body, 4,5 - budící a snímající piezokeramická destička.

získané pomocí ultrazvukem buzeného krystalového přerušovače nebyly dosud překonány. Předpokládá se, že by mohly být využity v oblasti neutronové spektrometrie po vybudování nových vysoce výkonných spalačních neutronových zdrojů.

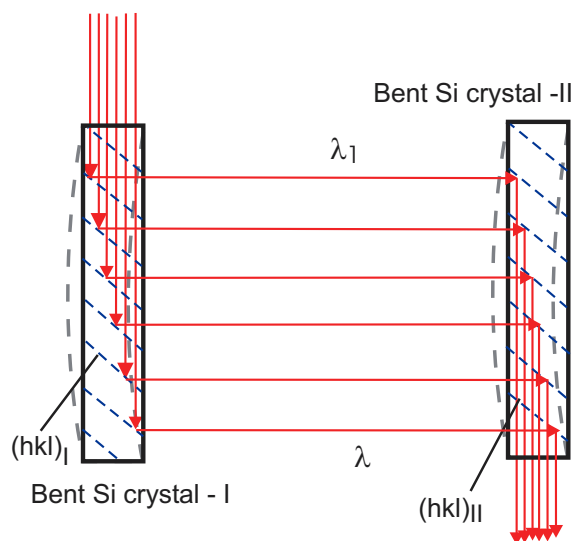
Od poloviny 70-tých let se tvůrčí kolektiv věnuje také problematice studia difrakce na staticky deformovaných (dokonalých) monokrystalech [43 - 46], což byl počátek přechodu na novou oblast studia *Difrakce neutronů cylindricky ohnutými dokonalými monokrystaly*. Výsledky programu *Difrakce neutronů na kmitajících monokrystalech* byly souhrnně publikovány v několika člancích [46 - 48], jsou součástí několika kandidátských disertací [49 - 52] a jedné doktorské disertace [53].

2.2 Difrakce neutronů na elasticky deformovaných dokonalých monokrystalech

V 70-tých letech byly z iniciativy prof. Meier-Leibnitze rozvíjeny v ILL Grenoble metodické studie možnosti využití fokusačních technik založených na Braggově difrakční optice s cylindricky a sféricky ohnutými krystalickými destičkami v neutronové difraktometrii a spektrometrii. Určitého využití se dočkaly pouze horizontálně a vertikálně fokusující monochromátory s ohnutými mozaikovými krystaly. Z důvodu určitého nedotažení výzkumné činnosti nedošlo tehdy k praktickému využití elasticky ohnutých dokonalých monokrystalů. Vyřešením některých problémů (např. upřesnění výpočtu pikové a integrální reflektivity [54 - 56], optimalizace tloušťky a poloměru ohybu krystalu [54, 55],



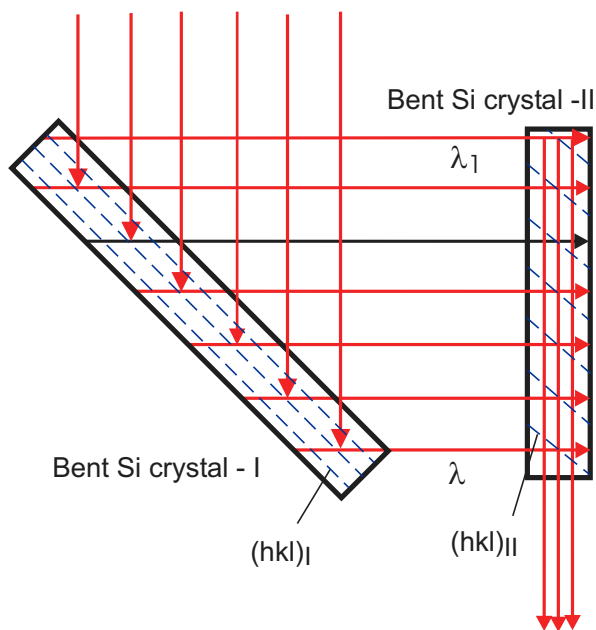
Obr. 10. Úplně asymetrická difrakční geometrie cylindricky ohnutého dokonalého monokrystalu křemíku jako neutronového monochromátoru.



Obr. 11. Dvoukrystalový monochromátor na bázi cylindricky ohnutých křemíkových destiček v úplně asymetrické difrakční geometrii.

možnost využití asymetrické difrakční geometrie [57, 58]) se nám podařilo problematiku *Difrakce neutronů cylindricky ohnutými dokonalými monokrystaly* dostat začátkem 80-tých let do popředí zájmu evropských laboratoří. Tento program zahrnoval: *studium dynamických jevů* [59] a *vícenásobných reflexí* [60, 61] *při difrakci elasticky deformovanými monokrystaly*, *vývoj a testy nových nekonvenčních neutronoptických prvků (fokusujících monochromátorů a analyzátorů) na bázi cylindricky ohnutých dokonalých monokrystalů* [62 - 65] (viz obr. 10 až 12), *návrh a praktické aplikace nového extinkčního modelu reálných krystalů* [66] aj.

Dle našich informací, efekty vícenásobných reflexí byly studovány a experimentálně pozorovány v neutronodifrakčních experimentech pouze C.G. Shullem na mosaikových krystalech a naší skupinou na kmitajících a elasticky ohnutých monokrystalech. Výsledkům našich studií je věnována samostatná kapitola knihy Shih-Lin Changa [67]. Velkého ocenění skupiny se také dostalo na mezinárodním pracovním setkání specialistů v oblasti neutronové optiky v Braunschweigu v r. 1993 [68]. Tam, v závěrečném hodnocení bylo konstatováno, že to byla právě „česká škola“, která ukázala možnosti a výhody použití fokusujících monochromátorů a analyzátorů na bázi cylindricky ohnutých dokonalých monokrystalů v neutronodifrakčních experimentech. V současné době je



Obr. 12. Časově fokusující dvoukrystalový monochromátor na bázi cylindricky ohnutých křemíkových destiček.

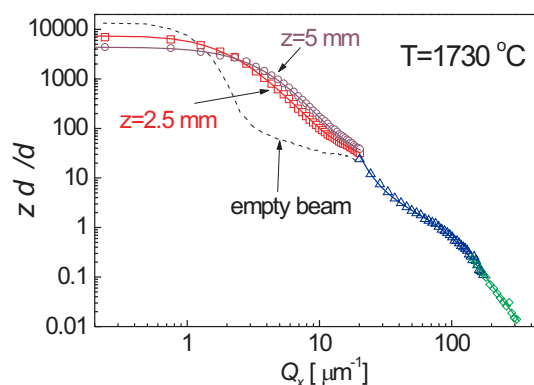
program omezen právě na *vývoj a testy nových fokusujících monochromátorů a analyzátorů* pro difraktometry (spektrometry) instalované jak u zdrojů s konstantním tokem (reaktory), tak u pulsních zdrojů pro experimenty prováděné průletovou metodou TOF [69-75]. Nejnovější pionýrské experimenty provedeny na pulsním zdroji v KEK Tsukuba ukázaly, že využití Braggovy difrakční optiky v průletových difrakčních metodách má velkou budoucnost zejména v souvislosti s plánovaným budováním nových spalačních zdrojů. Výsledky programu *Difrakce neutronů na elasticky deformovaných dokonalých monokrystalech* byly souhrnně publikovány v několika článcích [76 - 80], byly také součástí několika kandidátských prací [81 - 83] a jedné doktorské disertace [84].

2.3 Maloúhlový rozptyl neutronů

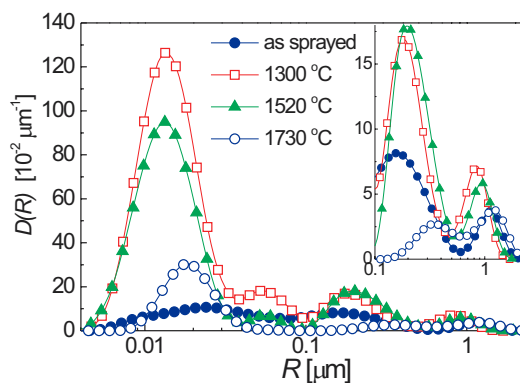
Maloúhlový rozptyl neutronů (SANS) patří k experimentálním technikám často využívaným k výzkumu nehomogenit o rozměrech od 10 Å do 10 μm a má široké uplatnění v chemii, biologii a fyzice pevných látek. Jeho hlavní předností je možnost nedestruktivní kvantitativní analýzy parametrů mikrostruktury, průměrovaných přes makroskopický objem vzorku a tudíž neovlivněných povrchovými artefakty a lokálními fluktuacemi. Výzkumná činnost v ÚJF je prakticky výhradně orientována na materiálový výzkum, kde se naše metoda ukázala jako velmi účinná a díky oboru rozlišení často nenahraditelná. Je to zejména: *studium porozity plasmově nanášených keramických materiálů, které jsou charakteristické přítomností širokého spektra porů a trhlín velikosti řádu od 100 Å do 10 μm a které do značné míry určují jejich unikátní fyzikální a chemické vlastnosti, studium mikrostruktury superslitin na bázi niklu, které jsou charakteristické přítomností precipitátů poměrně velkých rozměrů, jejichž existence a morfologie má velký vliv na jejich mechanické vlastnosti, mimo jiné také při vysokých teplotách.*

2.3.1 Studium porozity v keramických materiálech

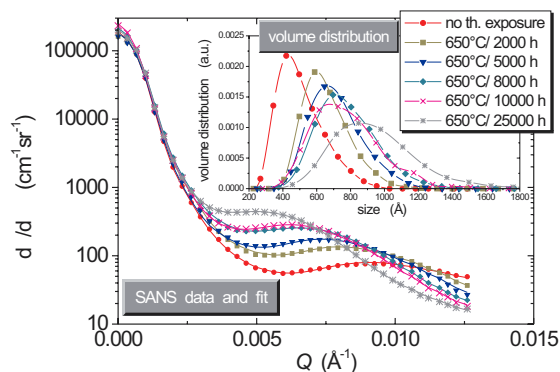
Díky svému oboru rozlišení se měření SANS na dvoukrystalovém difraktometru osvědčilo zejména jako alternativní metoda pro studium porozity. Poprvé byla vyzkoušena při studiu porozity v plasmově nanášeném korundu ve spolupráci s ÚFP AVČR. První experimenty byly převážně metodického zaměření, nebož vyhodnocení rozptylu na těchto materiálech vyžaduje zahrnutí silného vícenásobného rozptylu. Proto byla vyvinuta metoda spolu se softwarem, umožňující fitovat parametry různých modelů mikrostruktury přímo na SANS data měřená na dvoukrystalovém difraktometru, a to i v případech, kdy střední volná dráha neutronu je několikanásobně kratší, než tloušťka vzorku [85]. Tato metoda byla s úspěchem využita při studiu změn porozity ve vzorcích Al_2O_3 , vyvolaných fázovými přechody při tepelném zpracování, kdy žhání při teplotách nad 1200°C vede u těchto materiálů k fázovému přechodu doprovázenému značným zvýšením hustoty a tím k vytvoření nové populace porů a trhlín. Měření v ÚJF Řež umožnilo stanovit rozložení velikostí porů, objemové frakce a dalších parametrů v závislosti na tepelném zpracování v širokém rozsahu od 0.01 do 2 μm a rozlišit několik typů porů podle jejich velikosti [86, 87] (viz obr. 13 a 14).



Obr. 13. Data z maloúhlového rozptylu neutronů na plasmově stříkané keramice Al_2O_3 pro různá rozlišení a tloušťky vzorku [86, 87].



Obr. 14. Distribuce velikostí porů v plasmově stříkané keramice Al_2O_3 získaná z maloúhlového rozptylu neutronů.



Obr. 15. Data a odpovídající fit maloúhlového rozptylu neutronů na precipitátech v superslitině EI698VD po tepelném namáhání a získaná objemová distribuce precipitátů.

Na difraktometru DN-2 byly poprvé studovány vzorky superplastické keramiky Y-stabilizovaného ZrO_2 , kde byly naměřeny objemy a velikosti mikrotrhlin generovaných při superplastické deformaci v závislosti na stupni deformace. Tato měření přinesla zajímavé údaje o korelacích mezi mechanismem superplastické deformace a parametry mikrotrhlin a stala se základem slibně se rozvíjející spolupráce s Ibaraki University v Japonsku na vývoji těchto technologicky zajímavých materiálů.

2.3.2 Superslitiny na bázi niklu

V rámci tohoto programu (spolupráce s HMI Berlin) byla studována nejdříve morfologie precipitátů v superslitinách ZS26 [88]. Pozoruhodného úspěchu bylo pak dosaženo při studiu superslitiny SC16, kdy vedle kuboidálních precipitátů fáze γ' provedená měření odhalila přítomnost druhého typu rozptylujících center fáze σ , která nebyla v SC16 dříve detekována a která není možno efektivně charakterizovat jinými metodami [89,90]. Výzkum nového druhu Ni superslitiny SCA, byl zase zaměřen na studium vlivu rozdílných postupů tepelného zpracování (procesy "stárnutí") na výslednou mikrostrukturu. Relativně menší precipitáty fáze γ' umožnily komplexní charakterizaci - velikost, tvar a frakční objem - kuboidálních precipitátů v závislosti na jejich tepelné přípravě [91]. Ve spolupráci s TU Košice byl na vzorcích CMSX3 a EI698VD provedeny úspěšné metodologické experimenty studia vlivu vysokoteplotní creepové expozice a stárnutí způsobující změnu morfologie precipitátů [92] (viz obr. 15).

2.3.3 Metody zpracování dat

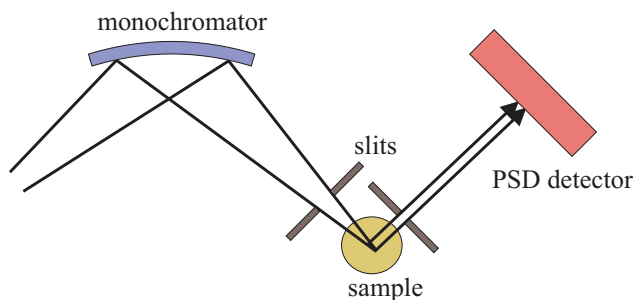
V průběhu posledních let bylo též dotvářeno programové vybavení pro zpracování dat, které je nezbytné pro interpretaci výsledků měření. Byly vyvinuty vyhodnocovací metody pro maloúhlový rozptyl jak s vysokým rozlišením, tak i s nízkým rozlišením kolimátorových systémů. V prvním případě experimenty ukázaly nutnost zahrnout do zpracování vícenásobný rozptyl a také anisotropii systému, případně magnetickou složku účinného průřezu [93]. V druhém případě byly do nově vyvinutých programů vyhodnocování zahrnuty nové modely mikrostruktury, možnost fitování částic několika typů ve studovaném materiálu

současně a také možnost libovolné orientace modelovaných částic a modelování vlivu jejich prostorové rozorientace na měřená data [94 - 96].

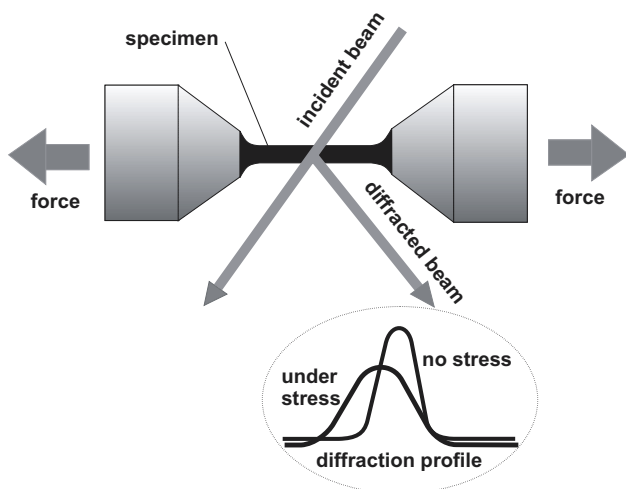
Kromě těchto hlavních směrů jsme se podíleli též na výzkumu mikrostruktury polymerů (spolupráce s KFKI Budapešť) a hydratace cementů (spolupráce s ANSTO, Austrálie). S ÚJV Řež jsme též začali spolupracovat na studiu mikrostruktury radiačně poškozených ocelí reaktorů typu VVER, kde jsou pozorovány výrazné změny mikrostruktury v závislosti na fluenci. Maloúhlový rozptyl zde umožňuje stanovit průměrné rozměry a objem precipitátů a díky pozorovaným změnám v podílu jaderného a magnetického rozptylu rozlišit i precipitáty různého chemického složení.

2.4 Studium mřížkových deformací v polykrystalických materiálech

V r. 1991 byly provedeny první testovací experimenty z oblasti práškové difraktometrie, ve kterých bylo nekonvenčně použito třísosé uspořádání spektrometru TKS-400 s fokusujícím monochromátorem a fokusujícím analyzátozem. Využití neutronové optiky a zcela nekonvenční použití analyzátozem v standardní práškové difraktometrii přineslo nové výsledky metodického charakteru [97-100]. Byla to zejména možnost měření relativních změn mřížkového parametru (z měření změn úhlových poloh difrakčních maxim) vlivem elastické deformace s přesností 10^{-4} a také možnost studia mikrodeformací z analýzy změn profilů difrakčních maxim. Na rozdíl od klasických práškových difraktometrů, měření na fokusujících difraktometrech je prováděno bez Solleových kolimátorů, jejichž použití silně omezuje světelnost experimentálních aparatur. V následujících letech byly navrženy a otestovány další alternativy fokusujících difraktometrů a nejefektivnější varianta znázorněná na obr. 16 [101, 102] je nejvíce používána v současné době, jak na SPN-100 tak i na TKS-400. Rok 1991 byl také nastartován jedním z neúspěšnějších výzkumných programů studia mikro- a makrodeformací v polykrystalických materiálech ve spolupráci s mnoha institucemi v ČR a v zahraničí. Skupina neutronové difrakce provedla v posledních letech rozsáhlé experimentální studie v oblasti základního materiálového výzkumu při měření mřížkových deformací a deformačních vlastností nových krystalických materiálů. Byly studovány zejména různé typy ocelí - studie super-

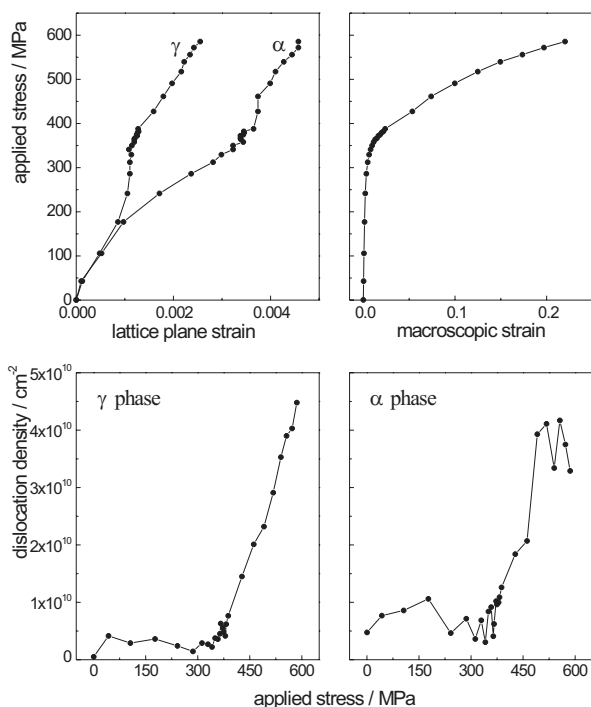


Obr. 16. Schematické znázornění fokusujícího difraktometru pro měření relativních změn mřížkového parametru polykrystalických látek.



Obr. 17. Geometrie uložení vzorku v trhačce a v neutronovém svazku pro měření *in-situ*.

pevných UHC (Ultra High Carbon) nanokrystalických ocelí, IF (Interstitial Free) ocelí, ULC (Ultra Low Carbon) ocelí, austeniticko feritických a ocelí [103] (viz. obr. 17 a 18) a také komponent dvousložkových monokrystalických kompozitů na bázi Al_2O_3 [104, 105]. V případě více-fázových a kompozitních materiálů lze mikrostrukturní parametry (elastická mřížková deformace, střední hodnota mikrodeformací a velikost koherentních difrakčních bloků) určit pro každou komponentu zvlášť. Jinou tématickou skupinou experimentu představují difrakční studie *in situ*

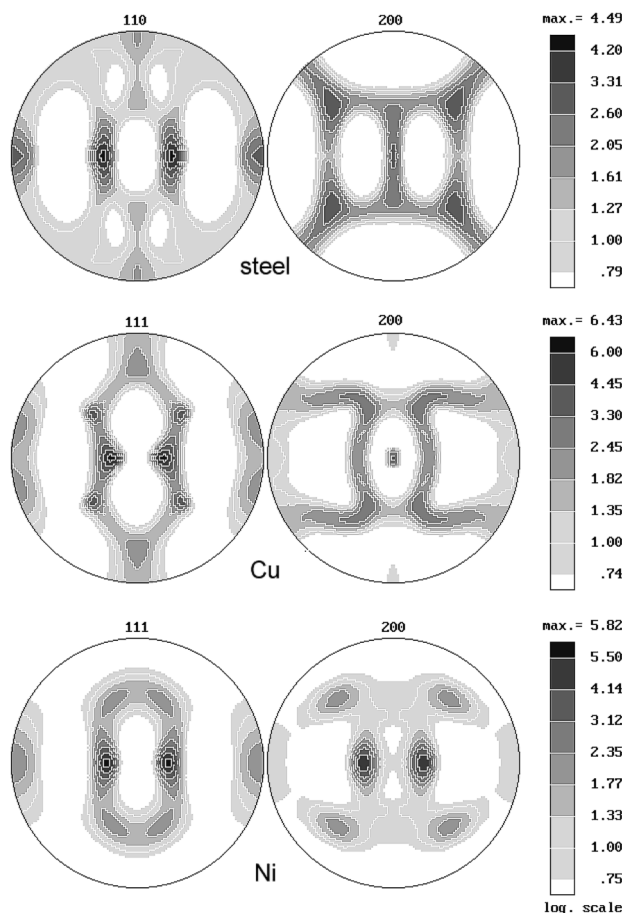


Obr. 18. Křivky σ - ε jednotlivých fází γ a α získané z neutronodifrakčního experimentu na vzorku austeniticko-martensitické oceli, mechanická křivka σ - ε a závislosti hustot dislokací pro fáze γ a α na vnějším napětí, které byly následně získané z analýzy difrakčních profilů.

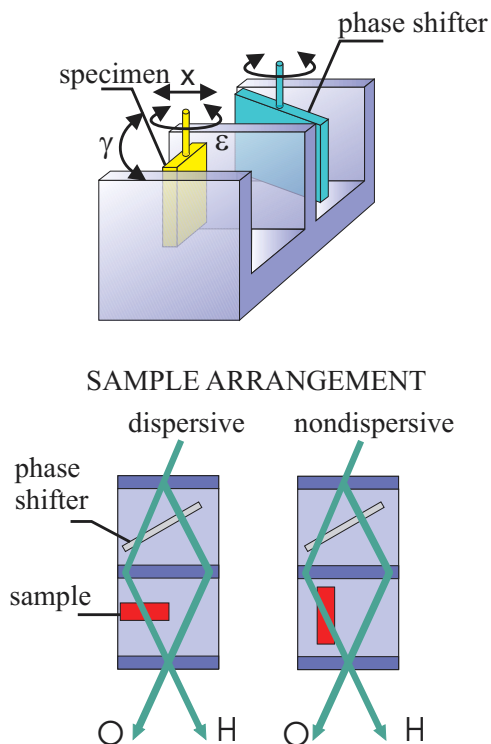
martenzitické transformace probíhající v termomechaniky namáhaných slitinách s tvarovou pamětí (SMA) [106,107]. V rámci rozsáhlé spolupráce jsou zkoumány různé materiály na bázi slitin NiTi, Cu (CuAlMnZn) a Fe (FeMnSi). Ve většině případů se výzkum soustřeďuje zejména na studium strukturních změn v průběhu plastické deformace. Tyto experimenty, prováděné *in situ* neutronových svazcích s pomocí trhačky (při naložení vnější síly v tahu a tlaku) mohou významně přispět k objasnění deformačních mechanismů v těchto materiálech. V posledním období bylo dosaženo také významného pokroku při interpretaci výsledku získaných z neutronových difrakčních experimentů. Byly vytvořeny vlastní programy pro vyhodnocení mikrostrukturních parametrů difrakčních profilů tak, aby vystihovaly deformační mechanismy v polykrystalických materiálech [108, 109].

2.5 Texturní měření textur polykrystalických materiálů

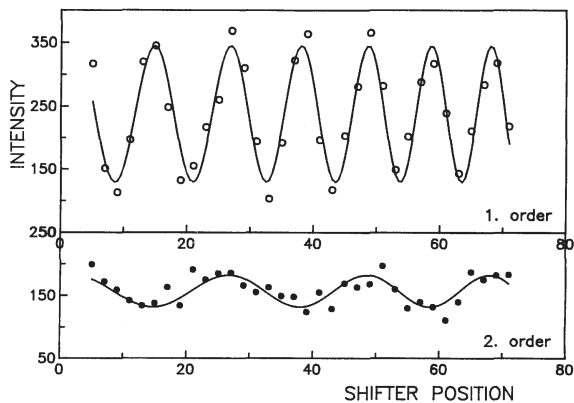
Anizotropie fyzikálních a mechanických vlastností polykrystalických materiálů silně souvisí s anizotropií distribuce směrů zmn (textura) vzhledem k vybranému souřadnicovému systému. Proto účelem texturních studií je hledání souvislostí mezi texturou a makroskopickými vlastnostmi vzorku a také pochopení mechanismu tvoření textur a jejich transformace pomocí vhodných modelů.



Obr. 19. Pólové obrazce textur válcovaných materiálů oceli (90 % redukce), mědi (90 % redukce) a elektrolýtického niklu (56 % redukce).

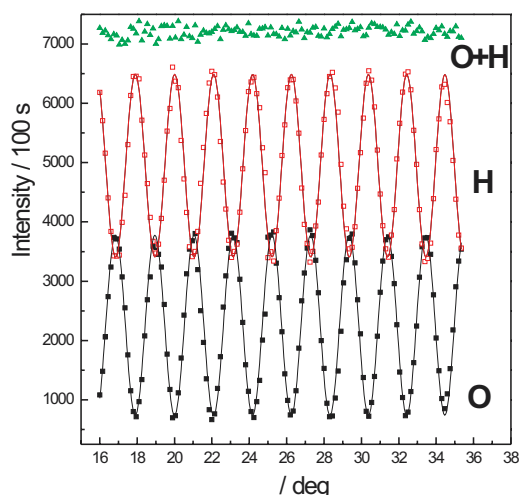


Obr. 20. Schema monolitického křemíkového interferometru typu LLL se vzorkem a měničem fáze a schema dispersního a bezdispersního umístění vzorku v interferometru.



Obr. 21. Neutronové interference ve svazku O v závislosti na úhlu natočení měniče fáze získané současně na dvou řádech reflexe (220) na impulsním svazku reaktoru IBR-2 v SÚJV Dubna.

Omezíme-li se pouze na výzkumnou činnost s účastí ÚJF, první texturní měření byla zahájena ve spolupráci s VSŽ Košice v rámci programu *Neutronová texturní analýza válcovaných materiálů*. Byly studovány textury ocelových (struktura BCC, textura charakterizována vlákny typu α a γ) a měděných a niklových plechů (struktura FCC, textura charakterizována vlákny typu b) válcovaných za studena (viz. obr. 19) [110,111]. V nedávné době byla ve skupině též zavedena nová metodika měření textury *in-situ* během kombinovaného termomechanického namáhání. Na texturní difraktometr TEXDIF byla nainstalována miniaturní trhačka a systém pro horkovzdušný ohřev vzorku. Tato nová metodika byla prakticky odzkoušena na slitině s tvarovou pamětí typu



Obr. 22. Neutronové interference s kontrastem 65 % ve svazcích O a H v závislosti na úhlu natočení měniče fáze (křemíková planparalelní destička) měřené bez vloženého vzorku.

CuAlMnZn [112]. Zavedení této ojedinělé metody významně rozšiřuje okruh experimentálních informací, které je možné o deformované SMA slitině získat na našem pracovišti.

2.6 Neutronová interferometrie

Neutronová interferometrie je považována za jednu z nejjemnějších experimentálních technik. Podstata spočívá v koherentním rozštěpení neutronové vlny, prostorovém oddělení složek a jejich následném složení. Rozštěpení a opětovné složení vln se provádí trojnásobnou Laueho diffrakcí na třech planparalelních monokrystalických křemíkových destičkách (viz obr. 20). Poměrně velká prostorová separace svazků již dovoluje pomocí interakce zavést relativní změnu fáze koherentních vln. Dokonce velmi malé změny relativní fáze koherentních složek vyvolají dobře pozorovatelné interferenční jevy. Extrémně vysoká citlivost metody činí z neutronového interferometru unikátní experimentální nástroj pro studium základů nelinearistické kvantové mechaniky. Změna relativní fáze při průchodu vzorkem umožňuje vysoce přesná měření koherentní jaderné a magnetické amplitudy rozptylu prvků, izotopů, roztoků, atd. Citlivost fáze k narušení vyvolaném různými nehomogenitami v matici může být úspěšně využita ve fyzice pevných látek (precipitační procesy, fluktuace při fázových přechodech, porozita materiálu, atd).

Skupina dosáhla významného metodického výsledku již během provozu interferometru v SÚJV Dubna, kdy průletovou metodou byly poprvé pozorovány interference koherentních vln současně na dvou řádech reflexe (viz obr. 21). K významným výsledkům interferometrických měření provedených v rámci spolupráce na dvou nezávislých aparaturách v ÚJF Řež a HMI Berlín patří změření koherentní délky rozptylu neutronů na izotopech Pb-208 [113], Pb-204 a Pb-207 [114]. V případě Pb-204 se jedná o první přímé měření této veličiny. Upřesnění koherentní

rozptylové délky na izotopu Pb-208 je významné v souvislosti s upřesněním amplitudy neutron-elektronové interakce na základě studia rozptylu neutronů na jádrech těžkých prvků. Významným úspěchem posledních let bylo navržení, experimentální ověření a zavedení nové (bezdispersní) metody určování neutronové koherentní rozptylové délky z neutronoptických experimentů s přesností 10^{-5} (viz. obr. 20 a 22). V porovnání s dřívější běžně používanou dispersní metodou lze dosáhnout zvýšení přesnosti až o dva řády [115]. Vysoká přesnost této metody souvisí s tím, že jsou při ní zcela vyloučeny systematické chyby spojené s určením vlnové délky neutronů (bezdispersní metoda) a nejsou kladeny extrémně vysoké požadavky na vzájemnou orientaci vzorku a rovin interferometru. Tato metoda byla použita k upřesnění koherentní rozptylové délky neutronů na jádrech křemíku. Experimenty byly provedeny ve spolupráci s HMI Berlín a NIST Gaithersburg na různých vlnových délkách neutronů a na různých interferometrech [116-119]. Hodnota koherentní rozptylové délky získaná v těchto experimentech má pětikrát vyšší přesnost ve srovnání s dosud všeobecně akceptovanou nejpreciznější hodnotou experimentálně určenou C.G. Shullem na základě měření Pendellösung-effektu.

V současné době probíhají na interferometru v Řeži ve spolupráci s RIKEN (Japonsko) experimentální studie dekoherence neutronových vln při průchodu nehomogenním prostředím. První experimenty byly provedeny na práškových vzorcích Ni/Ti s různým stupněm slinutí dvou fází. Jedná se o novou oblast studia koherentních vlastností hmotných vln. Ve spolupráci s PTB Braunschweig probíhá metodická příprava k zahájení experimentů měření koherentní délky rozptylu neutronů na germaniu.

3. Spolupráce

V 70-tých letech byla domácí spolupráce s FS ČVUT, FE ČVUT, MFF UK, VŠST (Liberec) soustředěna na plnění programu *Difrakce neutronů na kmitajících monokrystalech*. Zahraniční spolupráce byla orientována výhradně na SÚJV Dubna v rámci společného programu studia interakce *neutron-elektron* [15, 120 - 123]. V 80-tých letech se spolupráce skupiny rozšiřuje také na ZfK Rossendorf (u Drážďan). Zde pracovníci skupiny provedli několik významných experimentů v oblasti neutronové optiky. Byly to zejména úspěšné testy prvního neutronového interferometru a nové difrakční metody měření maloúhlového rozptylu neutronů [8]. Rovněž byli každoročně zváni německými kolegy k přednáškám na jimi organizovaných *Školách neutronové fyziky*. V 80-tých letech byl spektrometr TKS-400 také často využíván bulharskými kolegy z INRNE Sofia k strukturním měřením amorfních skel na bázi teluru [124 - 126]. Koncem 80-tých let začínají významné spolupráce s Universitou v Anconě v oblasti materiálového výzkumu [127, 128], dlouhodobá spolupráce s PTB Braunschweig v oblasti neutronové optiky [54, 65, 69, 77, 78, 80] a první kontakty s ILL Grenoble [40] (v r. 1991 odjíždí J. Kulda k dlouhodobému pobytu do ILL). V 90-tých letech bylo navázáno několik nových spoluprací s domácími a zahraničními laboratořemi. Mezi nejdůležitější lze zařadit zejména ÚJF AV ČR a HMI Berlín (studium mikrostruktury materiálů metodou

maloúhlového rozptylu neutronů), FS ČVUT, FzÚ AV ČR, University Loughborough, TU Košice, Ibaraki University Hitachi, LLB Saclay (studium mřížkových deformací v polykrystalických látkách), KURRI Kumatori a JAERI Tokai, ILL Grenoble (fokující monochromátory a analyzátory), HMI Berlín, NIST, PTB Braunschweig a Atominstytut Vídeň (neutronová interferometrie), TU Freiberg a VSŽ Košice (měření textur polykrystalických materiálů).

4. Závěr

V současné době je skupina neutronové difrakce v Řeži počtem nevelká a od r. 1991 po odchodu J. Kuldy do ILL Grenoble, pracuje již 10 let v nezměněné sestavě. Z důvodu dobře známých obecných příčin, nebylo omlazování skupiny a tím i její rozšiřování snadné a začalo se dařit až docela nedávno. V současné době se vědecké činnosti ve skupině věnují:

RNDr. P. Mikula, DrSc. (od r. 1968) v oblasti difrakce neutronů na ultrazvukem buzených kmitajících monokrystalech, studia vícenásobných reflexí v elasticky deformovaných monokrystalech, Braggova difrakční optika, vývoj a testování nových fokusačních technik v difrakčních experimentech,

RNDr. M. Vrána, CSc. (od r. 1975) v oblasti interpretace výsledku na bázi dynamické teorie difrakce, interferometrie, měření mřížkových deformací poly- a monokrystalických vzorků, neutronové optiky,

RNDr. P. Lukáš, CSc. (od r. 1983) v oblasti dynamické difrakce na slabě deformovaných monokrystalech, neutronové interferometrie, materiálového výzkumu neutronodifrakčními metodami (zejména studia mřížkových deformací poly- a monokrystalických vzorků při aplikaci vnější síly v kombinaci s teplotou),

RNDr. J. Šaroun, CSc. (od r. 1987) v oblasti maloúhlového rozptylu neutronů, při vývoji programů pro vyhodnocení dat z měření maloúhlového rozptylu se započtením vícenásobného rozptylu, Monte Carlo simulací parametrů a optimalizace neutronových difraktometrů a spektrometrů,

RNDr. P. Strunz, CSc. (od r. 1988) v oblasti maloúhlového rozptylu neutronů, při vývoji programů pro 3-D modely pro vyhodnocování složitých experimentálních dat maloúhlového rozptylu a také programů pro vyhodnocení dat z měření mřížkových deformací poly- a monokrystalických vzorků,

Mgr. D. Neov (doktorand, od r. 1998) v oblasti studium mřížkových deformací poly- a monokrystalických vzorků a textur polykrystalických látek,

Mgr. V. Ryukhtin a D. Lugovyj (doktorandi, od r. 2000) v oblasti maloúhlového rozptylu neutronů a studia mřížkových deformací poly- a monokrystalických vzorků a textur polykrystalických látek.

Nosnými výzkumnými programy skupiny neutronové difrakce jsou: *studium mřížkových deformací v poly- a monokrystalických materiálech v kombinaci s texturními měřeními, maloúhlový rozptyl neutronů, neutronová interferometrie, Braggova difrakční optika.*

Podrobnější informace o experimentálním vybavením, aktivitách, mezinárodní, domácí spolupráci a publikační



činnosti skupiny neutronové difrakce lze najít na webovských stránkách na adrese <http://omega.ujf.cas.cz/>.

Závěrem pokládám za nutné připomenout, že kromě výzkumného kolektivu v ÚJF v Řeži, využívají v současné době neutronového rozptylu (v Řeži nebo v zahraničních laboratořích) ke studiu strukturálních a fyzikálních vlastností kondenzovaných látek také další skupiny. Jsou to zejména FJFI ČVUT (skupina prof. S. Vratislava), MFF UK (skupina prof. V. Sechovského), ÚMCH AV ČR (skupina ing. J. Pleštila, CSc.), FÚ AV ČR (oddělení dielektrik a oddělení magnetizmu a supravodičů).

Výzkumná činnost skupiny neutronové difrakce společně s činností dalších skupin provádějících experimentální aktivity na reaktoru LVR-15 je finančně podporovaná Grantovou agenturou ČR v rámci schválené Komplexního projektu 202/97/K038.

Literatura

- R. Michalec, J. Vavřín, B. Chalupa & J. Vávra, *Jaderná energie*, **12** (1966), 421-425.
- B. Chalupa, R. Michalec, J. Bischof & D. Galociová, *Czech. J. Phys. B*, **16** (1966), 942-944.
- R. Michalec & V. Štich, *Czech. J. Phys. B*, **19** (1969), 278-280.
- V. Petržilka, *Czech J. Phys. B*, **16** (1966), 458; *Nature*, **218** (1968), 80; *Czech J. Phys. B*, **18** (1968), 1111-1116.
- V. Petržilka et al., *Jaderná energie*, **18** (1972), 367-370.
- J. Kulda & P. Mikula, *J. Appl. Cryst.*, **16** (1983), 498-504.
- R. Michalec, J. Vávra & B. Michalčová, *Nucl. Instrum. Methods A*, **278** (1989), 617-618.
- P. Mikula, P. Lukáš & F. Eichhorn, *J. Appl. Cryst.*, **21** (1988), 33-37.
- P. Mikula, V. Wagner & R. Scherm, *J. Appl. Cryst.* **24** (1991) 298-303.
- P. Lukáš, P. Mikula, J. Kulda, J. Šaroun & P. Strunz, *Physica B*, **180&181** (1992), 984-986.
- J. Šaroun, P. Lukáš, P. Mikula & P. Strunz, *Journal de Physique*, **C7, 3** (1993), 439-442.
- P. Strunz, J. Šaroun, P. Mikula, P. Lukáš & F. Eichhorn, *J. Appl. Cryst.*, **30** (1997), 844-848.
- P. Lukáš, P. Mikula & J. Kulda, *Czech. J. Phys.*, **B37** (1987), 993-996.
- P. Lukáš et al., *Acta Cryst. A*, **47** (1991), 166-169.
- Yu.A. Alexandrov et al., *Zeitschrift fr Physik*, **A334** (1989), 359-360.
- J. Kulda et al., *Nucl. Instrum. Methods A*, **300** (1991), 80-84.
- P. Lukáš, B. Alefeld, A. Ioffe, P. Mikula & M. Vrána, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **28** (1995), A88-A91.
- M. Vrána, P. Mikula, P. Lukáš, A. Ioffe & W. Nistler, *J. Phys. Soc. Japan*, **70** (2001) 465-467 .
- User's guide *Center for Fundamental and Applied Neutron Research*, 1997, Řež
- R. Michalec, B. Chalupa, D. Galociová & P. Mikula, *Phys. Letters*, **28A** (1969), 546-547.
- R. Michalec, B. Chalupa, J. Čech, V. Petržilka, S. Kadečková & O. Taraba, *Phys. Letters*, **29A** (1969), 679-680.
- D. Galociová, J. Tichý, J. Zelenka, R. Michalec & B. Chalupa. *Phys. Stat. Sol. (a)*, **2** (1970), 211-216.
- L. Sedláková et al., *Nature*, **242** (1973), 109.
- R. Michalec et al., *J. Appl. Cryst.*, **7** (1974), 588-592.
- J. Zelenka, V. Petržilka, R. Michalec & P. Mikula, *Czech. J. Phys.*, **A 25** (1975), 492-494.
- B. Chalupa, R. Michalec & D. Galociová, *Nucl. Instrum. Methods*, **67** (1969), 357-358.
- R. Michalec, L. Sedláková, B. Chalupa, J. Čech, V. Petržilka, J. Zelenka, *Phys. Stat. Sol. (a)* **23** (1974) 667-673.
- J. Zelenka et al., *Acustica* **27** (1972) 159-165.
- J. Vrzal et al., *Acustica* **37** (1977) 167-174.
- R. Michalec, P. Mikula, L. Sedláková, B. Chalupa & J. Čech, *Phys. Stat. Sol. (a)*, **26** (1974), 317-324.
- P. Mikula, R. Michalec, L. Sedláková, B. Chalupa & J. Čech, *Phys. Stat. Sol. (a)*, **26** (1974), 691-696.
- P. Mikula, R. Michalec & J. Vávra, *Nucl. Instrum. Methods*, **137** (1976), 23-27.
- R.T. Michalec, P. Mikula & J. Vávra, *Nucl. Instrum. Methods*, **143** (1977), 121-124.
- J. Kulda, P. Mikula, M. Vrána, R.T. Michalec & J. Vávra, *Nucl. Instrum. Methods*, **180** (1981), 89-92.
- P. Mikula, R. Michalec, J. Čech, B. Chalupa, L. Sedláková & V. Petržilka, *Acta Cryst.*, **A30** (1974), 560-564.
- P. Mikula et al., *Acta Cryst.*, **A31** (1975), 688-693.
- P. Mikula, R.T. Michalec, M. Vrána & J. Vávra, *Acta Cryst.*, **A 35** (1979), 962-965.
- P. Mikula, M. Vrána, R.T. Michalec, J. Kulda & J. Vávra, *Phys. Stat. Sol. (a)*, **460** (1980), 549-555.
- B. Chalupa, R. Michalec, L. Horalk & P. Mikula, *Phys. Stat. Sol. (a)*, **97** (1986), 403-409.
- J.P. Guigay, P. Mikula, R. Hock, J. Baruchel & A. Waintal, *Acta Cryst.*, **A 46** (1990), 821-826.
- P. Mikula, P. Lukáš & J. Kulda, *Acta Cryst.*, **A 48** (1992), 72-73.
- E.M. Iolin, L.L. Rusevich, M. Vrána, P. Mikula & P. Lukáš, *Phys. Stat. Sol. (b)*, **195** (1996), 21-35.
- L. Sedláková et al., *Phys. Stat. Sol. (a)*, **22** (1974), K223-K225.
- L. Sedláková et al., *Phys. Stat. Sol. (a)*, **27** (1975), 309-314.
- J. Vrzal et al., *Nucl. Instrum. Methods*, **129** (1975), 521-525.
- V. Petržilka et al., *Nucl. Instrum. Methods*, **123** (1975), 353-361.
- J. Kulda, M. Vrána & P. Mikula, *Physica B*, **151** (1988), 122-129.
- R. Michalec et al., *Physica B*, **151** (1988), 113-121.
- P. Mikula, *Extinkční jevy při difrakci neutronů na kmitajících monokrystalech*, Kandidátská disertační práce, ÚJF ČSAV Řež, 1976.



50. L. Sedláková, *Difrakce pomalých neutronů na monokrystalech KDP a izotopech wolframu*, Kandidátská disertační práce, ÚJF ČSAV Řež, 1980.
51. J. Vrzal, *Neutronové monochromátory*, Kandidátská disertační práce, MFF UK Praha, 1985.
52. J. Kulda, *Difrakce neutronů na elasticky deformovaných monokrystalech*, Kandidátská disertační práce, ÚJF ČSAV Řež, 1984.
53. R. Michalec, *Neutronová optika*, Doktorská disertační práce, ÚJF ČSAV Řež, 1981.
54. J. Kulda, *Acta Cryst.*, **A 40** (1984), 120-126.
55. P. Mikula, J. Kulda, M. Vrána & B. Chalupa, *J. Appl. Cryst.*, **17** (1984), 189-195.
56. J. Kulda & P. Lukáš, *Phys. Stat. Sol. (b)* **153** (1989), 435-442.
57. P. Mikula et al., Proc. of the Conf. on *Neutron Scattering in the Nineties*, 14.-18.1.1985, Jülich, IAEA Vienna, 1986, p. 515-523.
58. P. Mikula et al., *J. Appl. Cryst.*, **18** (1985), 135-140.
59. Yu. Alexandrov et al., *Phys. Stat. Sol. (a)*, **83** (1984), 455-460.
60. P. Mikula, J. Kulda, M. Vrána, R.T. Michalec & J. Vávra, *Nucl. Instrum. Methods*, **197** (1982), 563-566.
61. P. Mikula et al., Proc. of the Symp. *Neutron Scattering*, 6.-8.8.1984, West Berlin, HMI-B 411, p. 233-235.
62. P. Mikula, J. Kulda, L. Horalk, B. Chalupa & P. Lukáš, *J. Appl. Cryst.*, **91** (1986), 324-330.
63. P. Mikula, P. Lukáš & R. Michalec, *J. Appl. Cryst.*, **20** (1987), 428-430.
64. P. Mikula, E. Krger, R. Scherm & V. Wagner, *J. Appl. Cryst.* **23** (1990), 105-110.
65. V. Wagner, P. Mikula & P. Lukáš, *Nucl. Instrum. Methods in Phys. Research A*, **338** (1994), 53-59.
66. J. Kulda, *Acta Cryst. A*, **43** (1987), 167-173; **44** (1988), 286-290; *Physica B*, **156&157** (1989), 671-674.
67. Shih-Lin Chang, *Multiple Diffraction of X-rays in Crystals*, Springer Verlag, 1984; Moskva "Mir" 1987, chapter 7.6.
68. Proc. Int. Workshop *Focusing Bragg Optics*, May 10-11, 1993, Braunschweig, eds. A. Magerl, V. Wagner, *Nucl. Instrum. Methods A*, **338** (1994), xx.
69. M. Vrána, P. Mikula, P. Lukáš & V. Wagner, *Physica B*, **241-243** (1998), 231-233.
70. I. Tanaka, N. Niimura & P. Mikula, *J. Appl. Cryst.*, **32** (1999), 525-529.
71. J. Kulda, P. Mikula & J. Šaroun, *Physica B*, **276-278** (2000), 73-74.
72. P. Mikula, V. Wagner & M. Vrána, *Physica B*, **283** (2000), 403-405.
73. P. Mikula, P. Lukáš, J. Šaroun, M. Vrána & V. Wagner, *J. Phys. Soc. Jpn.*, 2001, in print.
74. M. Ono, P. Mikula, S. Haryo & J. Savano, *J. Phys. Soc. Jpn.*, 2001, in print.
75. P. Mikula, P. Lukáš & M. Vrána, In Proc. of the 15th Meeting *ICANS-XV*, November 6-9, 2000, Tsukuba, Japan.
76. Yu.A. Alexandrov et al., *Physica B*, **151** (1988), 108-112.
77. P. Mikula, J. Kulda, P. Lukáš, M. Vrána & V. Wagner, *Nucl. Instrum. Methods A*, **338** (1994), 18-26.
78. P. Mikula, J. Kulda, P. Lukáš, P. Strunz, J. Šaroun, M. Vrána & V. Wagner, Report PTB Braunschweig, PTB-N-26, 1997, p. 1-53.
79. P. Mikula, J. Kulda, P. Lukáš, M. Vrána, M. Ono & J. Savano, *Physica B*, **276-278** (2000), 174-176.
80. P. Mikula et al., *Physica B*, **283** (2000), 289-294.
81. P. Lukáš, *Dynamical Neutron Diffraction on Deformed Crystals and Neutron Interferometry*, Kandidátská disertační práce, ÚJF AV ČR Řež, 1990.
82. J. Šaroun, *Využití difrakční optiky při měření malouhlového rozptylu neutronů s vysokým rozlišením*, Kandidátská disertační práce, ÚJF AV ČR, Řež, 1994.
83. P. Strunz, *Využití malouhlového rozptylu neutronů ve fyzice pevných látek a v materiálovém výzkumu*, Kandidátská disertační práce, ÚJF AV ČR, Řež, 1994.
84. P. Mikula, *Neutron Diffraction by Perfect and Elastically Deformed (Perfect) Single Crystals*, Doktorská disertační práce, ÚJF AV ČR, Řež, 1997.
85. J. Šaroun, *J. Appl. Cryst.*, **33** (2000), 824-828
86. J. Šaroun et al., *Physica B*, **234-236** (1997), 1011-1013.
87. J. Šaroun, P. Strunz, S. Borbély, J. Ilavský & B. Kolman, *J. Mater. Sci. Forum*, **321-324** (2000) 270-275.
88. P. Strunz, A. Wiedenmann, J. Zrník & P. Lukáš, *J. Appl. Cryst.*, **30** (1997), 597-601.
89. R. Gilles, D. Mukherji, P. Strunz, B. Barbier, A. Wiedenmann & R. Wahi, *Scripta Materialia*, **38** (1998), 803-809.
90. R. Gilles, D. Mukherji, P. Strunz, A. Wiedenmann & R. Wahi, *Physica B*, **241-243** (1998), 347-349.
91. R. Gilles, D. Mukherji, P. Strunz, S. Lieske, A. Wiedenmann & R. Wahi, *Scripta Materialia*, **39** (1998), No.6, 715-721.
92. P. Strunz, J. Zrník, R. Gilles & A. Wiedenmann, *Physica B*, **276-278** (2000), 890-891.
93. J. Šaroun, *J. Appl. Cryst.*, **33** (2000), 824-828.
94. P. Strunz & A. Wiedenmann, *J. Appl. Cryst.*, **30** (1997), 1132-1139.
95. P. Strunz et al., *J. Appl. Cryst.* **33** (2000), 834-838.
96. P. Strunz et al., *J. Appl. Cryst.*, **33** (2000), 829-833.
97. J. Kulda, P. Mikula, P. Lukáš & M. Kocsis, *Physica B*, **180&181** (1992), 1041-1043.
98. P. Lukáš, M. Vrána, P. Mikula & J. Kulda, *SPIE*, **1738** (1992), 438-446.
99. P. Mikula et al., *Journal de Physique IV, C7*, **3** (1993), 2183-2188.
100. M. Vrána, P. Lukáš, P. Mikula & J. Kulda, *Nucl. Instrum. Methods A*, **338** (1994), 125-131.
101. P. Mikula, M. Vrána, P. Lukáš, J. Šaroun & V. Wagner, *Materials Sc. Forum*, **228-231** (1996) 269-274.
102. P. Mikula, V. Wagner & M. Vrána, *Physica B*, **283** (2000), 403-405.
103. P. Lukáš, Y. Tomota, S. Harjo, D. Neov & P. Mikula, *J. Neutron Research*, **9** (2001) 415-421.



104. M. Ono et al., *IOM Communications*, **1** (2000), 49-56.
105. M. Ono et al., *Materials Sc. Forum*, **347-349** (2000), 530-535.
106. Y. Tomota, S. Harjo, P. Lukáš & D. Neov, *JOM*, **52** (2000), 32-34.
107. D. Neov, P. Šittner, P. Lukáš, M. Vrána & P. Mikula, *Materials Sc. Forum*, **347-349** (2000), 334-339.
108. P. Strunz et al., Proc. of the Int. Conf. *ICRS-5*, 16.-18. 6. 1997, Linköping, Sweden, eds. T. Ericsson, M. Odén and A. Andersson, Vol. **2**, p. 688-693.
109. P. Strunz, P. Lukáš & D. Neov, Proc. of the Int. Conf. on *Stress Evaluation by Neutron and Synchrotron Radiation - MECA-SENS*, 13.-14. 12. 2000, Reims, France; *J. Neutron Research*, **9** (2001) 99-106.
110. M. Černík, P. Mikula, P. Lukáš & D. Neov, In Proc. of the Int. Conf. *Technológia* 99, 8. 9. - 9. 9. 1999, Bratislava, p. 31-34.
111. M. Černík & D. Neov, *Physica B*, **276-278** (2000) 894-896.
112. D. Neov, P. Lukáš, P. Šittner and M. Černík, In Proc. of the 18th Conf. on *Applied Crystallography*, 4.-7. 9. 2000, Katowice, Poland.
113. A. Ioffe, P. Lukáš, P. Mikula, M. Vrána & V. Zabijakin, *Z. Phys. A*, **348** (1994), 243-244.
114. A. Ioffe et al., *Eur. Phys. J. A*, **7** (2000), 149-153.
115. A. Ioffe & M. Vrána, *Phys. Letters A*, **231** (1997), 319-324.
116. M. Vrána et al., *Physica B*, **276-278** (2000), 172-173.
117. A. Ioffe et al., *Physica B*, **241-243** (1998), 130-132.
118. A. Ioffe et al., *Phys. Rev. A*, **58** (1998), 1475-1479.
119. M. Vrána, P. Mikula, P. Lukáš, A. Ioffe & W. Nistler, *Physica B*, **283** (2000), 400-402.
120. Yu.A. Alexandrov et al., *Physica B*, **151** (1988), 108.
121. Yu.A. Alexandrov et al., *Phys. Lett.* **72A** (1979), 361-362.
122. Yu.A. Alexandrov et al., *Czech. J. Phys. B*, **31** (1981), 551-554.
123. Yu. A. Alexandrov et al. *JETF*, **89** (1985), 34-40.
124. V. Kozhukharov, S. Neov, I. Gerasimova & P. Mikula, *J. Materials Science*, **21** (1986), 1707-1714.
125. S. Neov, I. Gerasimova, B. Sidzhimov, V. Kozhukharov & P. Mikula, *J. Materials Science*, **23** (1988), 347-352.
126. S. Neov, I. Gerasimova, V. Kozhukharov, P. Mikula & P. Lukáš, *J. Non-Crystalline Solids*, **192&193** (1995), 53-56.
127. P. Strunz et al., *Journal de Physique*, Coll. C7, **3** (1993) 1439-1442.
128. P. Bianchi et al., *Mat. Sc. Forum* **27/28** (1988) 429-432.

X-Ray Laboratory of the Czech Geological Survey

LABORATOŘ RENTGENOVÉ DIFRAKCE ČESKÉHO GEOLOGICKÉHO ÚSTAVU: HISTORIE A SOUČASNOST

Karel Melka¹, Petr Ondruš² a Roman Skála²

¹Geologický ústav AV ČR, Rozvojová 135, 165 02 Praha 6 – Lysolaje,

²Český geologický ústav, Geologická 6, 152 00 Praha 5, ondrus@cgu.cz, tel. 51085210

Stejně tak jako v jiných vědních disciplínách zabývajících se vnitřní strukturou látek je nedílnou a velmi podstatnou součástí mineralogie v širším slova smyslu právě strukturní analýza. Vědecké práce v mineralogii dnes směřují právě k strukturní analýze, která umožňuje velmi detailní pohled na studovanou látku až přírodního či umělého původu a je schopna vysvětlit a predikovat její chování v širších souvislostech.

Historie

Vzpomínky RNDr. Karla Melky, CSc. - bývalého vědeckého tajemníka Krystalografické společnosti a dlouholetého pracovníka laboratoře

Na tehdejším Ústředním ústavu geologickém byla v rámci chemických laboratoří v Praze 7, Kostelní ul. zřízena rentgenová laboratoř v padesátých letech minulého století pod vedením Ing. Roberta Rottera. Byla k dispozici stolní aparatura od firmy Müller a dva přístroje Mikrometa od firmy Chirana-Modřany. Pracovalo se s polykrystalickými materiály za účelem jejich mineralogického určení pro potřeby geologů. K dispozici byly difrakční komory

umožňující užití Debye-Scherrerovy metody a semifokusační metody dle A. Kochanovské s filmovou registrací. V omezených případech se pracovalo s monokrystaly a užívalo se metody otáčeného krystalu, případně Laueho metody. Byly činěny pokusy s vlastní konstrukcí rentgenového spektrografu. Realizací tohoto záměru se zabýval sám Ing. Rotter, který byl členem pracovní skupiny soustředěné na studium a výrobu germania a spolu s ní tehdy vyznamenán „Řádem práce“. Druhý den však po udělení vyznamenání na pražském hradě byl na hodinu propuštěn z Geologického ústavu, když při opožděném prověřování byly u něho zjištěny jisté, tehdy závažné kádrové nedostatky. Nositel Řádu práce se tak náhle ocitl bez zaměstnání. Ing. Rotter byl neobyčejně odborně fundovaný člověk a nesmírně hodný. Dr. Slánský z katedry krystalografie na Přírodovědecké fakultě v Praze se o něm vyjadřoval, že je tak hodný, až se na něm dá štípat dříví. Nicméně v důsledku uvedené události byl tak osobně poznamenan, že podniky a instituce se obávaly tohoto tak kvalitního pracovníka přijmout do zaměstnaneckého stavu. Nakonec se mu přece jen podařilo umístit v Ústavu pro výzkum rud v Modřanech. Zde ve