



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 ať 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

spolupráci s podnikem Chirana dokončil prototyp rentgenového spektrografu.

Vedením rtg. laboratoře v Ústředním ústavu geologickém byl po Ing. Rotterovi pověřen Dr. Ing. Lubomír Zahradník. V krátké době nato došlo k delimitaci chemických laboratoří. Jedna jejich část zůstala nadále při Ústředním ústavu geologickém, druhá – s technologickým zaměřením – se stala zárodkem nové instituce, Ústavu nerostných surovin se sídlem v Kutné Hoře.

Sám jsem zůstal v Ústředním ústavu geologickém. Zprvu jsem pracoval v laboratoři na detašovaném pracovišti ve Vysočanech, u Balabenky. Po několika letech, kdy Ústřední ústav geologický (ÚÚG) začal soustřeďovat detašovaná pracoviště – když dostal přiděleny paláce na Malostranském náměstí, v nichž v současné době sídlí parlament ČR – byly fyzikální laboratoře sestěhovány do Hradební ulice v Praze 1. To byl „zlatý věk“ rentgendifrakční laboratoře ÚÚG. Podařilo se dovézt řadu přístrojů ze zahraničí. Guinierova komora dle P.M. de Wolffa s křemenným monochromátorem zakřiveným do logaritmické spirály a užívající Seemann-Bohlinovy fokusace byla s výhodou užívána zejména pro studium jílových minerálů, které byly nejčastějšími objekty přicházejícími do servisní laboratoře od geologů. Byla importována vysokoteplotní komora Unicam Instruments z Anglie. Provedl jsem její adaptaci na studium jílových minerálů, když jsem zařazením zakřiveného krystalového monochromátoru sfokusoval přední difrakce s identifikačním významem pro vrstevní silikáty. Úzký wolframový pásek umístěný ve středu držáku vzorku dával možnost získání dostatečně úzkých difrakcí wolframu, jehož mřížkový parametr svojí změnou indikoval teplotu v bezprostředním okolí zkoumaného vzorku. Byla adaptována komora „Hilger“ pro studium orientovaných agregátů s průběžně nastavitelnou šířkou šterbiny. V případě dokonalé orientace vrstevních silikátů bylo možno získat při vhodném nastavení preparátu pouze jejich basální difrakce mající pro ně zásadní identifikační hodnotu. Laborať v té době měla k dispozici Weissenbergův goniometr zhotovený Přístrojovým ústavem Akademie věd v Brně. Největším přínosem do laboratoře byl rentgenový difraktograf Müller s čítačovou registrací a měřicími jednotkami od firmy Philips, v té době jeho nejmodernější verze, osazená transistory, jež sloužila provozu přes 20 let. Rtg. difraktograf byl spojen s jednotkou pro rentgenspektrální analýzu. Pouhým přepnutím bylo možno přejít okamžitě od prováděné fázové analýzy v elementární analýzu. K dispozici bylo i několik zařízení domácí provenience – několik Mikromet od české firmy Chirana. Je dobré si připomenout, že slibně se rozvíjející produkci českých rtg. přístrojů pro difrakční účely přes protesty odborné skupiny později zastavilo rozdělení výrobních programů v rámci tehdejší RVHP, kdy jejich rozvoj a výroba byly přiděleny SSSR a NDR. Rentgendifrakční laborať ÚÚG měla v té době i nejpočetnější personální obsazení.

Metodika rentgenové difrakce našla použití v mnoha vědních oborech, ale i v praktické aplikaci. Ukázala se nutnost komunikace mezi jednotlivými pracovišti používajícími rentgenové záření pro nejrůznější potřeby. Bylo třeba si osvojit řadu teoretických základů metodiky. Byli to zejména pracovníci Ústavu fyziky pevných látek v Cukro-

varnické ulici, mezi jinými Dr. Syneček, Dr. Línek, Dr. Čermák, Dr. Simerská a samotná Prof. Kochanovská, kteří zajišťovali svými přednáškami vzdělávání se v oboru širší veřejnosti. Přednáškovou činnost organizovala ve formě t.zv. rentgenových rozhovorů o aktuálních otázkách strukturní analýzy Prof. Dr. Adéla Kochanovská, nestor čs. rentgenografie. Přednášky se konaly v budově Prezidia čs. Akademie věd, na Národní třídě, za neobvykle velké účasti posluchačů, pocházejících z nejrůznějších institucí Čech, Moravy i Slovenska. Po určité době se jevila potřeba oficiální organizace, která by zastřešovala činnost odborné skupiny. Diskutovalo se o zařazení rentgendifrakční skupiny do Jednoty matematiků a fyziků. Nakonec ale převládl názor o vhodnosti začlenění do Vědecko-technické společnosti. Přednášky se přesunuly do budovy VTS v Praze 1, Široké ulici. V té době ve funkci vědeckého tajemníka vystupoval Ing. Rada z Výzkumného ústavu v Panenských Břežanech. Později, na doporučení Prof. Kochanovské, jsem tuto funkci převzal osobně. Vedle rozhovorů se organizovaly tematické zájezdy na konference Mezinárodní krystalografické unie. Vzpomínám na jeden takový zájezd na konferenci, jež se konala v Cambridge, v Anglii, jehož se zúčastnila řada významných osobností, včetně těch, kteří později stáli v čele institucí.

Když se postavila moderní budova Ústavu makromolekulární chemie na Petřínách, rentgenová difrakce se stala i zde významným oborem, u jehož základů stál Dr. Toman, který později emigroval. Organizování rtg. rozhovorů se pak ujali tehdy mladší pracovníci tohoto ústavu, majícímu k dispozici moderní přednáškovou síň.

Hlavním materiálem, který byl studován v rentgendifrakční laboratoři Ústředního ústavu geologického, byly sedimentární horniny, a to zejména obsahující vrstevní silikáty-jílové minerály. Na ty byl hlavně zaměřen rozvoj metodiky. Byla tehdy velmi úzká spolupráce mezi Ústředním ústavem geologickým a Katedrou petrologie na Přírodovědecké fakultě Karlovy university, kde ústřední postavou v oboru byl Prof. Jiří Konta. V době, kdy mezinárodní styky nebyly příliš upřednostňovány, byl to on, kdo začal s organizováním Jílových konferencí s mezinárodní účastí, jež se staly prostředníkem setkání odborníků v oboru argilologie z východu a západu. Doposud to oceňují tehdejší účastníci z východních zemí, pro něž to byla jedna z řídkých dostupných možností setkání s kolegy ze západu. Naše národní konference o jílové mineralogii a petrologii se loňského roku dočkaly svého již 16. opětování.

Vytvořili jsme vlastní Společnost pro výzkum a využití jílu, jež je zařazena jako národní skupina v rámci světové a evropské asociace a zúčastňujeme se svými příspěvky evropských i světových konferencí, jež mají svoji pravidelnou čtyřletou periodicitu.

Po řadu let byly vytvářeny tlaky, aby laboratoře Ústředního ústavu geologického, později Českého geologického ústavu opustily budovu v Praze 1, Hradební ulici. Byly snahy postavit samostatnou budovu, kde by se soustředily všechny laboratorní provozy. Po mnohaletém úsilí se podařilo zřídit laboratorní celek na Barrandově, v jehož rámci se provozuje nadále i obor rentgenové difrakce.



Současnost (1990 - 2001)

V období posledních deseti let zaznamenala laboratoř rtg difrakce značný posun v úrovni poskytovaných služeb, vyvíjených metodik a publikovaných prací. Nutným základem akcelerace úrovně laboratoře byl kvalitní zdroj dat, který poskytla nejprve kompletní modernizace tehdejšího stávajícího difraktometru (digitalizace signálu, automatický sběr dat a vývoj rtg software) a později pořízení moderního práškového difraktometru Philips X'pert System.

Soudobý program laboratoře je rozdělen na dvě části - servisní práce pro potřeby ČGÚ a výzkumná činnost podporovaná především projekty GAČR.

Servisní práce obvykle představují kvalitativní a kvantitativní rtg fázovou analýzu minerálních směsí a již dlouhá léta zavedenou analýzu jílových minerálů. Naše rtg laboratoř získala jisté povědomí ve stanovení kvantitativního fázového složení půdních vzorků. Zde vyvinutá metodika je založena na kombinaci rozpočtu chemických dat a údajů o fázovém kvalitativním a semi-quantitativním složení (Ondruš a Veselovský, 1995). Posléze byla tato metodika s úspěchem aplikována i na běžné horninové vzorky. Mimo běžné geologické materiály jsou do laboratoře příležitostně zadávány k analýze i vzorky technologické nebo technické od externích zadavatelů – opět obvykle s cílem najít kvalitativní resp. kvantitativní fázové složení.

Kromě běžného servisu se v laboratoři řeší i řada odborných problémů vyplývajících z grantových projektů. Dominantní měrou se data z laboratoře rtg. difrakce ČGÚ uplatnila při řešení projektů studia sekundárních a primárních minerálů z ložiska Jáchymov (projekty GAČR 205/93/0900, 205/97/0491, 205/00/0087), uranové mineralizace na ložisku Rožinka (GAČR 205/00/0212), efektů vyvolaných šokovou metamorfózou v karbonátech (GAČR

205/95/0980) a krystalochemie meteoritických fosfidů Fe a Ni (GAČR 205/98/0655).

Za posledních 10 let bylo týmem pracovníků laboratoře nalezeno a publikováno celkem 8 nových přírodních látek a ty pak mezinárodní komisí CNMMN schváleny jako nové minerální druhy.

V současnosti je laboratoř vybavena práškovým difraktometrem Philips X'Pert MPD, dvěma Guinier-de Wolffovými filmovými kamerami firmy Nonius, Guinier-Häggovou filmovou kamerou XRC-700 (Philips - Jungner Instruments, Švédsko), Debye-Scherrerovými kamerami precisions kamerami PDK-1 (Dioptra, Kroměříž) a Stoe (zapůjčena GIÚ AVČR).

Díky spolupráci s Metodickým centrem krystalových struktur na katedře anorganické chemie PřFUK v Praze mají pracovníci rtg. difrakční laboratoře ČGÚ navíc přístup i ke čtyřkruhovým monokrystalovým difraktometrům EnrafNonius CAD4-MACHIII a Nonius KappaCCD.

Data jsou v laboratoři zpracovávána vlastním software z balíku ZDS verze 6.0x (kvantitativní fázová analýza, analýza velikosti částic a mikropnutí, profilové fitování, velikost mřížkových parametrů, atd.) a Bede ZDS Search/Match (kvalitativní fázová analýza) a rovněž programy šířenými volně (XFIT, SHELX97-2, SIR97, EXPO, FULLPROF2.K, UNITCELL, etc.). Pro grafické znázorňování struktur byl pořízen program ATOMS v. 5 od Shape Software.

Literatura:

Ondruš P., Veselovský F. (1995): RECAL - program for quantitative phase analysis of soils based on X-ray diffraction and chemical analyses combination. Věstník ČGÚ, 70, 2, 93-96.