

Lectures - Wednesday, June 24

L5

Surfaces and Interface POVRCHY A ROZHRANÍ Jaroslav Fiala¹, Ivo Kraus²

¹Nové technologie-Výzkumné centrum Západočeské univerzity v Plzni ²Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská Českého vysokého učení technického v Praze

Atomům, které jsou na povrchu pevné látky, chybí polovička jejich nejbližších sousedů ve srovnání se situací uvnitř té látky. V důsledku toho je silové působení na atomy, které jsou na povrchu jiné, než je silové působení na atomy uvnitř. Což samozřejmě ovlivňuje vzájemnou konfiguraci atomů [1], takže struktura "povrchu" (tenké povrchové vrstvy) se liší od struktury objemové (vnitřní). A protože příroda je "líná", zkonfigurovala vnitřní strukturu pevné látky tak, aby byla energeticky co nejméně náročná, takže atomy, které jsou na povrchu tělesa, mají vyšší energii než atomy uvnitř. A atomy, které jsou na rozhraní dvou těles, mají vyšší energii, než když jsou uvnitř kteréhokoli z těch dvou těles. Proto se zrna (krystaly, mosaikové bloky) polykrystalického materiálu spontánně zvětšují a tělesa se zakulacují (pravda, jsou-li k tomu kinetické, či chcete-li "transportní" předpoklady), aby se povrch (mezipovrch) zmenšil. Naopak, zmenšování zrna (např.intensivním tvářením nebo mletím) a s tím spojenému zvětšování specifického povrchu se příroda brání (má "strach z povrchu" [2]) a to tím více, čím jsou ta zrna menší. Kritická je koloidní velikost (10 – 100 nm), od které se odpor proti dalšímu zmenšování začne prudce zvětšovat – "nanodispersní bariéra" [3]).

Jestliže tuto bariéru násilně překonáme, stanou se zrna (strukturní bloky, částice) tak malá (tak malé), že celý jejich objem bude ovlivněn povrchem. V důsledku toho se struktura a vlastnosti látky změní a signifikantně se budou lišit od struktury a vlastností látky tvořené většími (masivnějšími) částicemi. Látka přejde z "normálního" (masivního) stavu do "jiného stavu", stavu koloidního [4]. Což pak může způsobit podobnou změnu fázového složení, jaká je ta se kterou se setkáváme u Al₂O₃. Termodynamicky stabilní fází hrubozrnného oxidu hlinitého je korund -Al₂O₃, ale syntéza nanokrystalického Al₂O₃ zpravidla vede na -Al₂O₃. Tato (spinelová) fáze má totiž vyšší molární volnou entalpii, ale zato nižší povrchové napětí než -Al₂O₃, takže při dostatečně vysoké dispersi (bude-li vnitřní povrch oxidu hlinitého větší než 125 m²/g) se -Al₂O₃ stane stabilnější než -Al₂O₃. Z tohoto příkladu je vidět, že nanodispersní bariéra není terminátorem na okraji systému, který nelze překročit. Nanodispersní bariéra představuje oboustranné rozhraní mezi obvyklým (hrubozrnným) a koloidním (velmi jemnozrnným) stavem materiálu; mezi dvěma stavy jedné a téže látky, které se kardinálně liší velikostí svého vnitřního povrchu, ale oba jsou přípustné a za určitých podmínek stabilní. Hrubozrnný stav je charakteristický nízkou objemovou volnou entalpií, vysokým povrchovým napětím a malým povrchem. Na rozdíl od toho je koloidní (nanostrukturní) stav charakteristický vysokou objemovou volnou entalpií, nízkým povrchovým napětím a velkým povrchem.

Krystalovou strukturu lze určit s přesností ±0,01 Å buď v tenké povrchové vrstvě o tlouštce několika velmi málo angström pomocí difrakce pomalých elektronů anebo ve vrstvě tlusté 10-20 m pomocí difrakce rtg záření. Porovnáním výsledků získaných těmito dvěma metodami bylo zjištěno, že atomy na povrchu jsou vychýlené vůči těm polohám, které odpovídají "objemové struktuře", asi o 15 % meziatomové vzdálenosti nejbližších sousedních atomů. Podle Hosemannova zákona představuje oněch 15 % relativních vůbec největší výchylku atomů z jejich regulární polohy, při které ještě nedojde k porušení celistvosti pevné (krystalické) látky. Jinými slovy, povrchová relaxace krystalové struktury je na hranici toho, co krystal vydrží aniž by se "rozsypal". Což se ostatně dá čekat, když si uvědomíme, že na ten atom, který je na (rovném) povrchu, působí obrovská síla, jež je výslednicí meziatomového působení 50 % všech atomů v pevné látce, které daný atom nějak ovlivňují.

Stejně jako povrch, a už vnější nebo vnitřní, jsou i jiné defekty ideální krystalové struktury, např. dislokace, vakance, intersticiály nebo atomy substitučních příměsí spojeny se zvýšením energie pevné látky. To je pak hnací silou jejich eliminace resp. redistribuce, které zvýšení energie, jež je se strukturními defekty spojené, redukuje. Děje se tak sdružením defektů v lineární, plošné nebo skeletální útvary, tedy procesem, který označujeme jako spontánní strukturalisace. Spontánní strukturalisací vzniká na bázi "primární" struktury, definované rozložením atomů v ideálním krystalu, jakási hyperstruktura (nadstruktura) či chcete-li "sekundární struktura" definovaná rozložením defektů té ideální krystalové struktury [5]. Každý strukturní defekt, řekněme vysunutí atomu z jeho regulární polohy, vyvolá totiž ve svém okolí vysunutí celé řady dalších atomů z jejich regulárních poloh. Pokud jsou dva strukturní defekty daleko od sebe, vysunutí atomů v jejich okolí se vzájemně neovlivňují a energie takových dvou strukturních defektů se sčítá. Jsou-li však takové dva strukturní defekty blízko u sebe, pak posunutí atomů v sousedství jednoho defektu ovlivní i posunutí atomů v okolí druhého defektu. A při vhodné konstelaci těchto dvou blízkých defektů bude jejich celková energie menší než dvojnásobek energie jednoho z nich. Snaha o snížení energie vede pak právě k takové "vhodné konstelaci", jíž se energie soustavy (v tomto případě "soustavou" myslíme ideální krystal se dvěma defekty) minimalizuje.

krátký dosah sil meziatomového působení, které ubývají s šestou až dvanáctou mocninou jejich vzdálenosti. Aby se dva strukturní defekty mohly ovlivňovat, musí být blízko u sebe. Anisotropie vazebních sil, podmíněná rozložením elektronových orbitálů a projevující se například v anisotropii ideální krystalové struktury, určuje také charakter a potažmo anisotropii resp. dimensionalitu sekundární struktury krystalu.



- E. V. Babkin, I. Kraus, G.Gosmanová: Osnovy fiziki kondensirovannogo sostojanija věščestva, SGAKU, Krasnojarsk 2007
- 2. J. Fiala, I. Kraus: Povrchy a rozhraní, ČVUT, Praha 2009
- 3. H. J. Butt, K. Graf, M. Kappl: Physics and Chemistry of Interfaces, Wiley VCH, Weinheim 2006
- 4. S. R. Morrison: The Chemical Physics of Surfaces, Plenum Press, New York 1977.
- Ju. I. Vesnin: Vtoričnaja struktura i svojstva kristallov, SO RAN, Novosibirsk 1997.

L6

ELECTRON BACKSCATTERED DIFFRACTION - PRINCIPLES AND APPLICATIONS Milan Dopita

Institute of Materials Science, TU-BAF, Freiberg, Germany, dopita@gmail.com

The Kikuchi pattern formation in Transmission Electron Microscope (TEM) was first observed and explained in 1928 by S. Kikuchi [1]. It was immediately found that the Kikuchi pattern is a powerful tool for the crystal orientation determination, because "Kikuchi diffraction pattern is a projection of the geometry of the crystal lattice from a volume of specimen in which this geometry is constant, or nearly so (Kikuchi [1])." In 1932 Meibon and Rupp observed high angle Kikuchi patterns from "reflected" electrons. Venables and Harland observed electron backscatter patterns (EBSPs) in the Scanning Electron Microscope equipped with 30 mm diameter fluorescent imaging screen and television camera. This method allowed examination of specimens and the measurement of crystal orientation at high spatial resolution, which was significantly improved by the use of field emission gun scanning electron microscopes. The first on-line working (automated) EBSD systems were developed in 1980 and in 1993 the Orientation Imaging Microscopy (OIM) or orientation mapping was established. The on-line orientation determination from the



Figure 1. Inverse pole figure maps of the CuZr samples, after (a) 1 (b) 2 and (c) 8 ECAP passes. The HAGBs (misorientation > 15°) are plotted as black line. Misorientation profile through one deformed grain in $n_p = 1$ (d) and and $n_p = 2$ (e), respectively and misorientation profile through several grains after eight ECAP passes calculated around the dashed line indicated in the measured map.

Krystalografická společnost



Figure 2. Inverse pole figure coloured map of the WC-Co hardmetal (a). Distribution of the length frequencies determined from orientation map using the length intercept method - blue bins and corresponding fit with the lognormal function – red solid line (b). Evolution of the mean grain size determined from the EBSD measurements in the hexagonal WC hard phase for four hardmetals differing in the starting powder WC hard phase amount (c).



Figure 3. Special 2 and 4 coincidence site lattice grain boundaries present in hexagonal WC phase in the WC-Co hardmetal, its confirmation of occurrence and quantification in hardmetals differing in the starting powder WC hard phase amount.

EBSD patterns is computationally time-consuming task, however within the last decade the EBSD technique underwent a great boom as a consequence of the computers hardware improvements and progresses in the scanning electron microscopes technique, as well.

The EBSD is surface sensitive method, measured information come from the depth of several tenths of nm, depending on the measured material atomic number (the penetration depth of electrons decreases with increasing atomic number). The spatial resolution of the EBSD depends on the used electron microscope type (used electrons source). In the case of scanning electron microscope equipped with field emission cathode it is in order of ~10 nm.

Two types of information are essentially held by the electron backscatter patterns. First is the Kikuchi pattern quality measure and the second is the orientation of irradiated volume. The first one, Kikuchi pattern quality information, can be used for determination of the crystal "perfection", estimation of the crystal defects types and its densities, because the presence of the lattice defects in irradiated volume has in general in consequence decrease of the Kikuchi pattern "sharpness" (blurring of the Kikuchi pattern). However, the Kikuchi pattern quality is strongly influenced by the sample surface preparation. The Kikuchi pattern from poorly polished specimen is not sharp as well and this effect correlates with influence of the lattice defects and imperfections. Therefore, the determination of the lattice defects and densities can be done only quasi-quantitatively.

More interesting information about the investigated specimen are provided by the orientation of each infinitesimal measured sample volume which can be calculated from respective Kikuchi pattern. From the orientation map,



Figure 4. Inverse pole figures (IPF) (a) and pole figures (PF) for {100} {110} and {111} families of lattice planes (b) in the rolled Cu sheet metal.

we can simply obtain information on the specimen morphology (see Fig. 1), grains and sub-grains shapes and grain and sub-grain size distributions (see Fig. 2). Measured orientation information allows us to calculate the misorientation [2] between different measured points and to describe the properties and the character of grain boundaries (GBs), to quantify fractions of high/low angle grain boundaries, observe and investigate occurrence of special grain boundaries (for instance CSL grain boundaries) – see Fig. 3.

Orientation information yield us the details on the preferred orientation of crystallites, where we are not restricted to the measurements of distribution of one (or several) lattice planes in different direction in sample, which is the case of texture measurements using the X-ray diffraction (and sometimes can lead to significant errors), but we simply determine the distribution of all possible crystal orientations in given direction in sample.

Measured orientation data can be used for calculation of the orientation distribution function (ODF) or misorientation distribution function (MODF). In specimen containing more phases, quantitative (volume averaged) phase analysis can be done, and above described details can be constructed for each individual phase present in sample, of course. Moreover, we can investigate the orientation dependences between different phases in the specimen.

- S. Kikuchi, Imp. Acad. Tokyo, Proc., June 1928, Volume 4, 271-278.
- 2. V. Randle and O. Engler, Introduction to Texture Analysis, Gordon and Breach Science Publishers, 2000.
- M. Dopita, M. Janeček, D. Rafaja, J. Uhlíř, Z. Matěj, R. Kužel: *Int. J. Mat. Res.*, 6 (2009).
- M. Dopita, D. Rafaja, H. J. Seifert, D. Janisch, and W. Lengauer: Proceedings of the 17th international Plansee seminar, Vol 3, 2009.



L7

MAPPING OF CRYSTAL LATTICE MISORIENTATION BY ROCKING CURVE IMAGING

P. Mikulík¹, D. Lübbert², L. Helfen³, P. Pernot³, T. Baumbach²

¹Department of Condensed Matter Physics, Masaryk University, Brno, Czech Republic ²ISS and ANKA, Karlsruhe, Germany ³ESRF, Grenoble, France mikulik@physics.muni.cz

Synchrotron radiation diffraction rocking curve imaging (RCI) is a technique which combines full-field X-ray digital topography and Bragg-diffraction rocking curve recording [1, 2, 3]. Large parallel monochromatic beam irradiates a crystalline sample (e.g. a wafer) with a (sub)surface crystal lattice misorientation distribution characterized by local tilt angles. Series of digital topographs during sample rocking-curve rotation are recorded by a two-dimensional detector. The aim of the method is to back-project the data in order to reconstruct local lattice tilt distribution with high spatial and angular resolution on an extended sample surface area.

Local lattice tilts on the sample surface can be caused by local lattice misorientations (lattice waviness, misoriented crystallites, etc.) or due to deformation (strained grains, grain boundaries, etc.). There are two classical X-ray diffractometry methods which assess these properties: X-ray diffraction rocking curve measurement and X-ray diffraction topography. In the former method, a small monochromatic incident beam impinges on the sample surface and intensity of the diffracted beam is measured by an open scintillation detector during sample rotation. Sample has to be scanned to measure many local rocking curves; the achievable spatial resolution is given by slit sizes on the incident side and goes down to 0.1 mm. The latter method records diffraction image from an extended incident beam on high-resolution X-ray film which determines the spatial resolution on the exit side; there are many topography techniques to visualize different types of defects [4]. Recently, high-resolution two-dimensional digital detectors became available at synchrotron beamlines. Therefore it became possible to combine both methods and thus record digital topographs during sample rotation, see figure 1.

Consequently, series of digital topographs are measured by a two-dimensional detector (camera) at different sample orientations: rocking angle and sample azimuth.



Figure 1. Schematic drawing of rocking curve imaging principle.

Simultaneous high spatial resolution (ones up to tens of micrometers) provided by the 2D detector and angular resolution (around 0.001°) allows to quantify crystalline structure perfectness over large sample area which scales with the area of the detector. Each series being an intensity volume *x*-*y*- from which peak characteristics of millions of local Bragg peaks from each series are extracted, figure 2. Each Bragg peak corresponds to diffraction from a surface point those local lattice tilt caused deflection of direction of the diffracted beam. Therefore each diffraction image is an overlap of spots those location on the sample surface is evident only for very short sample-detector distances. Otherwise, the inherent focusing-defocusing pattern of diffracted rays due to finite sample-detector distance and larger tilt values requires a reconstruction method in order to back-project the measured tilt components from the detector plane on the sample surface.

There are several reconstruction algorithms those complexity depends on deflection values and on type of defects (such as slowly-varying misorientated wafer regions or misoriented crystallites) [5,6]. Figure 3 shows back-projected tilt maps for two GaAs wafers with different range of misorientations values, in particular 0.033° and 0.22° for wafers (a) and (b), respectively.



Figure 2. Rocking image series visualization as a full intensity volume, map (section) or individual rocking curves.

Krystalografická společnost



Figure 3. Maps of tilts and the corresponding histograms for two GaAs wafers.

- D. Lübbert, T. Baumbach, J. Härtwig, E. Boller, & E. Pernot, *Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B*, 160, (2000), 521.
- 2. P. Mikulík, D. Lübbert, D. Korytár, P. Pernot, & T. Baumbach, J. Phys. D: Appl. Phys., **36**, (2003), A74.
- P. Mikulík, D. Lübbert, P. Pernot, L. Helfen, & T. Baumbach, *Appl. Surf. Sci.*, 253, (2006), 188.
- D.K. Bowen & B.K. Tanner, *High Resolution X-Ray* Diffractometry and Topography. London: Taylor & Francis. 1998.
- 5. I. Huber, P. Mikulík & T. Baumbach, *phys. stat. sol.*, (2009), in print.
- P. Mikulik, Absorption and diffraction imaging by synchrotron laminography, diffractometry and crystal optics. Habilitation. Brno: Masaryk University. 2008.

This work was supported by project MSM0021622410 of the Ministry of Education of the Czech Republic.

CL4

NEW APPLICATIONS FOR THE PIXCEL DETECTOR

Uli Riedl

PANalytical B.V., Almelo, The Netherlands

The PIXcel detector is part of the PANalytical product offering for about 2 years. During this time it has been mainly used for standard powder and non-ambient application work. During this talk some additional new possibilities will be shown that can help a diffractionist to widen the scope of his normal work. Some examples will be shown to illustrate how this device can be used to achieve faster and better results with new approaches.



CL5

SL5

USE OF A DUAL SOURCE SUPERNOVA IN NON-MEROHEDRAL TWIN DECOMPOSITION

Oliver Presly

Oxford Diffraction Ltd., Varian building 4, Oxford industrial Park, 10 Mead Road, Yarnton, Oxfordshire OX5 1QU, United Kingdom

Oxford Diffraction's CrysAlis^{Pro} software includes an array of extremely effective and remarkably user friendly twin decomposition tools. This talk will highlight the

step-by-step process involved in working with twinned data collected using either Cu or Mo wavelengths on a dual source SuperNova diffractometer.

CENTRALSYNC, NAŠE AKTIVITY V ESRF

Z. Šourek

Fyzikální ústav AV ČR, v.v.i., Na Slovance 2, 182 21 Praha sourek@fzu.cz

Mezinárodní konsorcium CENTRALSYNC, jehož členy jsou Česká republika, Slovensko a Maďarsko, bylo založeno vloni na jaře a 1. července 2008 se stalo přidruženým členem European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) v Grenoblu. Tím skončilo desetileté provizorium české účasti v této špičkové evropské vědecké organizaci, které bylo řešeno opakovaně prodlužovanou střednědobou dohodou české strany s ESRF. V prvním roce existence CENTRALSYNC bylo předsednictví svěřeno ČR, a sice Jaromíru Hrdému, který tím úspěšně završuje svou mnohaletou neúnavnou organizační práci na tomto poli.

ESRF je nejprestižnější evropské mezinárodní centrum pro výzkum založený na užití synchrotronového záření. Srovnatelná zařízení existují ve světě pouze tři. Na provoz ESRF přispívá 18 členských a přidružených států, v jeho laboratořích se vystřídá ročně okolo 4000 vědců. Na základě výsledků získaných při experimentech v ESRF jsou v průměru produkovány 4 vědecké publikace denně. I česká komunita je velmi úspěšná. Z podaných 22 návrhů na experimenty v roce 2008 jich bylo schváleno 15, tj. 68 %, tím čeští navrhovatelé opět vysoce překročili průměr v ESRF. Na schválené experimenty, kterých se zúčastnili pracovníci z českých pracoviš, bylo přiděleno 237 směn, to odpovídá členskému podílu 0,68%. Nadále tedy trvá situace, že celkový počet směn přidělených na experimenty u synchrotronu převyšuje hodnoty odpovídající poplatku, který ČR ročně platí; od loňského roku to je 0,55%.

Českými skupinami bylo v poslední době v Grenoblu např. studováno rozložení intenzity v reciprokém prostoru difraktované na soustavě kvantových drátů vyrobených

elektronovou litografií ve vrstvě GaMnAs; byl určen tvar drátů a stupeň elastické relaxace v drátech. Měřila se rentgenová fluorescence atomů Mn v mřížce GeMn v závislosti na směru primární vlny. Z těchto dat je možné stanovit polohy Mn atomů v elementární buňce. Ze spekter DAFS naměřených kolem absorpční hrany SeK na kvantových tečkách CdSe-ZnSe byla numerickou simulací stanovena atomární struktura okolí atomů Se v kvantových tečkách a v matrici ZnSe. Rentgenovou holografií založenou na měření difúzního rozptylu bylo určeno uspořádání atomů na krátkou vzdálenost ve fero-(NBT), elektrických relaxorech $Na_{1/2}Bi_{1/2}TiO_3$ PbMg_{1/3}Nb_{2/3}O₃ (PMN) a PbMg_{1/3}Ta_{2/3}O₃ (PMT). Intenzivně bylo zkoumáno chování PbTiO₃ za vysokých tlaků, atd.

V Grenoblu byl v roce 2008 spuštěn projekt ESRF Upgrade Programme, který formuluje ambiciózní plán obnovy celého komplexu a je plánován na 10 let. Jeho cílem je udržení pozice ESRF jako vedoucí vědecké instituce svého oboru i v dalších patnácti až dvaceti letech. Upgrade program je jedním z 35 projektů začleněných do ESFRI cestovní mapy.

ESRF je nevládní organizace, jejími členy nejsou státy, ale instituce. Partnerem ESRF v ČR je Fyzikální ústav AV ČR, v.v.i. (FZÚ), který tak reprezentuje celou uživatelskou veřejnost na českých vysokých školách, Akademii věd ČR i dalších výzkumných pracovištích. Příspěvek do ESRF platí FZÚ, financování příspěvku je doposud kryto projektem LA287 "Členství v ESRF" v rámci programu INGO z MŠMT ČR, který letos končí a je třeba připravit návrh dalšího projektu do veřejné soutěže na příští období.

CENTRAL EUROPEAN SYNCHROTRON LABORATORY (CESLAB) – CURRENT STATUS

P. Mikulík¹, S. Kozubek²

¹Department of Condensed Matter Physics, Masaryk University, Brno, Czech Republic ²Institute of Biophysics, Academy of Sciences, Brno, Czech Republic mikulik@physics.muni.cz

The presentation will discuss the current status of proposal of the new synchrotron radiation facility - Central European Synchrotron Laboratory (CESLAB) [1, 2, 3] – to be built in the Czech Republic, see figure 1. The new 3 GeV synchrotron to be built in Brno will be the 3rd generation source taking the best from the current state of the art of synchrotron physics and technology. The main facility will be based on the latest 3 GeV European synchrotron ALBA, currently under construction. The knowledge transfer, help and direct collaboration on the project planning and later on synchrotron construction has been agreed with the experienced team in ALBA with a support by the respective Czech and Spanish ministries. This considerably boosted preparation of the Conceptual Design Study. From a technical point of view, the storage ring of diameter 270 m will consist of 24 straight sections for insertion devices for up to 33 beamlines.

Beamlines are the heart of results at the synchrotron facility. They provide necessary equipment for the methods applied to different fields of research. They were proposed to support research in biology and medicine, material science, chemistry, microtechnology and nanotechnology, environmental sciences, archeology and other disciplines [2,3]. The methods of elastic X-ray scattering (high-resolution diffraction, powder diffraction and grazing/small ancrystallography (single gle scattering), crystals, macromolecules), spectroscopy (absorption, Mössbauer), and imaging (absorption, phase-contrast and coherent, diffraction) will be available at dedicated beamlines. A multipurpose X-ray optics beamline will be available for generic applications, including testing of new components, methods and for metrology. While most of the beamlines will work in the X-ray region, a beamline for VUV chemistry in gas phase and ellipsometry and IR beamline for spectroscopy and ellipsometry are proposed as well.

Czech scientists have a long tradition in research with synchrotron radiation. The Czech Republic was the first from the central European countries joining the ESRF, the brightest European synchrotron. Consequently, there is a lot of experience for constructing and running a synchrotron. In the Europe, as everywhere in the world, the demand for beamtime is larger than the available measuring time. A new synchrotron will help to reduce this pressure. Further, the new source will enhance interest in physics and high technology. It will also allow young researcher easier come-back from their positions at European synchrotrons.

Researchers from neighbouring countries are very welcome to join the project in order to work on the design and running of beamlines of their interest.



Figure 1. Map of the current network of european synchrotrons (top) and architectural rendering of CESLAB (bottom).



The current trend in the world is to provide fast access for urgent or cutting-edge applications, which is needed mainly for industrial applications. Development of several novel methods utilizing synchrotron radiation is currently in progress. A new synchrotron facility in the favourite location of Brno close to five central European countries will take care of all of these needs.

- Web pages: <u>http://www.synchrotron.cz</u> and <u>http://www.ceslab.eu</u>.
- 2. Special issue of Materials Structure, 15/1a (2008).
- P. Mikulík, Z. Pokorná, B. Růžička, S. Kozubek, *Čs. čas. fyz. D.*, **58**, (2008), 244.