

**Lectures, Tuesday, June 15, afternoon****L11****X-Ray Diffraction in Geological Branches at the Faculty of Science, Charles University in Prague  
RENTGENOVÁ DIFRAKCE V GEOLOGICKÝCH OBORECH NA PŘÍRODOVĚDECKÉ  
FAKULTĚ UK V PRAZE: BAHNA A URAN****V. Goliáš***Ústav Geochemie, mineralogie a nerostných zdrojů, Univerzita Karlova v Praze, Přírodovědecká fakulta, Albertov 6, Praha 2, 128 43*

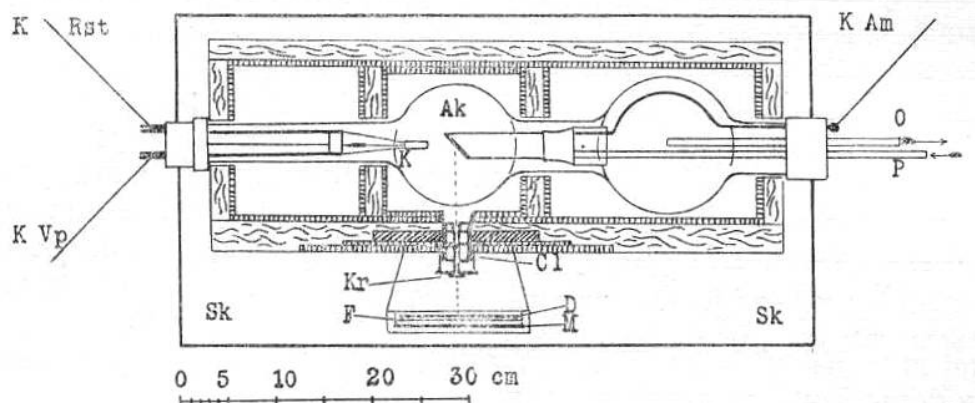
Obvykle se historický úvod počíná okřídleným „Již staří Řekové“, ale v případě rtg. difrakce na Mineralogickém ústavu Univerzity Karlovy je tomu „skoro“ opravdu tak. První rentgenový difrakční aparát „napájený proudem pražské sítě o napětí 120 V“ totiž zkonstruoval již roku 1923 žák Karla Vrby, vynikající mineralog Bohuslav Ježek (1877-1950) za spolupráce fyzika Karla Teigehe [1]. Srdcem přístroje byla protékající vodou chlazená Coolidgeova wolframová lampa napájená dia-transverterem pražské firmy Waldek a Wagner, umístěná ve dřevěné, uvnitř stíněné skříňce. Systémem clonek byl kolimován primární paprsek procházející přes zkoušený krystal (Obr. 1); na skleněné fotografické desce byl zachycen difrakční obraz – Lauegram. Již v následujících dvou číslech Časopisu pro mineralogii a geologii podává Bohuslav Ježek také podrobný popis způsobu proměřování Lauegramů a výklad souvisejících geometrických výpočtů. Difrakční aparát byl ovšem umístěn v Ústavu teoretické fyziky a Bohuslav Ježek působil jako profesor Vysoké školy báňské v Příbrami. Na Mineralogickém ústavu v těchto letech ale také přednášel a byl rovněž krátce kustosdem zdejšího mineralogického muzea [2].

Na slibné začátky však nebylo navázáno. V dalších letech Mineralogický ústav postihla těžkou ranou nacistická okupace. Budova na Albertově byla po uzavření vysokých škol nacisty konfiskována k vybudování „Institutu für Rassenlehre“; mineralogické sbírky byly nešetrně vystěhovány. Vědečtí pracovníci Mineralogického ústavu, kteří se aktivně zapojovali do odboje, byli

zatýkáni a vězněni, dva z nich - František Ulrich (1899 – 1941) a Radim Nováček (1905 - 1943) zaplatili za svoji statečnost životem [2].

Po osvobození se do obnovení ústavu pustili pracovníci pod vedením Františka Slavíka (1876 – 1957) s velkou chutí a nadšením. Krystalografické problematice se od počátku intenzívně věnoval Jiří Novák (1902 – 1971). Již v roce 1946 publikuje svoji práci *O proměnlivosti mřížkové konstanty křemene* [3], ale RTG data z Debye-Scherrerovy 57,29 mm komůrky získává v laboratoři Škodových závodů u Adély Kochanovské. Také mladý Karel Paděra (roz. 1923), pracující na poli výzkumu rud, pořizuje ještě v roce 1951 své difrakční snímky arzenidů mědi [4] na pracovišti Ústředního ústavu geologického u Roberta Rottera, který byl krátce poté z kádrových důvodů propuštěn a pracoval dále na vývoji RTG přístrojů firmy Chirana Modřany [5].

První přístroj, MIKROMETA I. s 57,29 mm komůrkou byl na naše pracoviště zakoupen v roce 1952, v roce 1957 přibyla i větší 114,26 mm komůrka Debye-Scherrerova. Průkopníkem nově zavedené metody byl Ervín Slánský (roz. 1929) a jedny prvních snímků se objevují již v půvabné Novákově učebnici *Strukturální krystalografie* vydané roku 1953 [6]. Tou dobou také opakovaně trpí knihovna váženého profesora Radima Kettnera povodněmi způsobených MIKROMETOU Jiřího Nováka, který se musel několikrát před rozlíceným Kettnerem zamykat ve své laboratoři.



**Obrázek 1.** Coolidgeova wolframová lampa s krystalem (Kr) a fotografickou deskou (D) [1].



**Obrázek 2.** Zdeněk Johan při justaci Debye-Scherrerovy komůrky na zdroji MIKROMETA I. v roce 1957 (soukromý archiv Z. Johana).

Difrakční metody se záhy staly velmi oblíbené a slibně se rozvíjející laboratoř hostila mnoho vědychtivých a nadšených studentů, tak jako je tomu i dosud. Tou dobou se stal v laboratoři také jediný zaznamenaný, dnes již legendární případ ozáření: Tehdejší student Zdeněk Johan (Obr. 2), nyní již vážený profesor, si povšiml, že adulár z jedné ze západočeských lokalit stratifonních sulfidů v RTG záření nádherně fluoreskuje. Úlomek krystalu ovšem držel v primárním svazku MIKROMETy přímo v prstech a fascinován krásou jevu také velmi dlouho. Do týdne se mu vyvinula ošklivá, velmi bolestivá popálenina s puchýří s hrozbou amputace ozářených prstů. Několik měsíců trvající samol léčba však vedla k úspěchu a prsty Zdeňka Johana byly nakonec pro vědu zachráněny.

První modernizovaný zdroj MIKROMETA II. byl pořízen do naší laboratoře roku 1962, později byly zakoupeny další dva zdroje téhož typu a přibyl i nepříliš spolehlivý difraktometr firmy Chirana a jedna ze 114,26 mm komor byla adaptována pro Gandolfiho metodu. Od roku 1959 pracoval v laboratoři jako vedoucí Lubor Žák (1925 – 2008), po něm Petr Láznička (roz. 1939) a mezi roky 1967 až 1974 Emil Jelínek (roz. 1943), který v roce 1974 zakoupil moderní Guinierovu komoru fy. Enraf-Nonius. Množství a šíři řešených problematik nelze v tomto příspěvku obsáhnout. Za zmínku ale stojí tehdy populární studium mřížkových parametrů tetraedritů ze sulfidických ložisek, na kterém se podíleli např. Vladimír Bouška, František Čech, Jaroslav Hak či již jmenovaný Zdeněk Johan [7, 8]. Na pracovišti byla obsazována také funkce „demonstrátora“, kterou postupně zastávali: Josef Macek, Jan Luna, Jiří Hybler, Petr Šponar, Petr Korbel, Tomáš Řídkošil i Marek Kotrlý a snad i další vědeckí pracovníci.

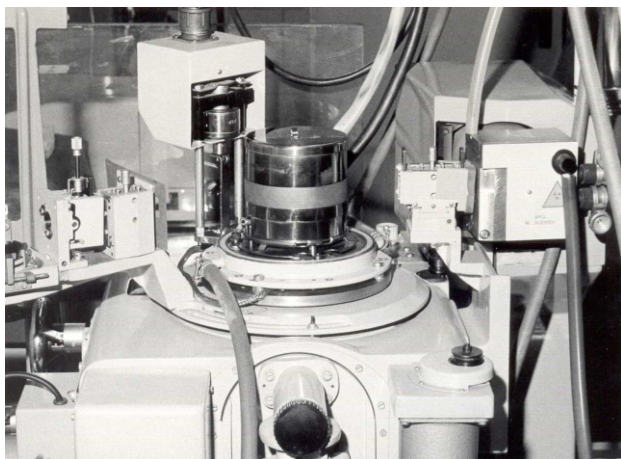
Plodná byla také spolupráce Lubora Žáka a Vladimírem Synečkem z Fyzikálního ústavu Akademie Věd. Společně popsali z lokality Krupka nový minerál kettnerit [9], takto odkázaný jmenovci snad i jako částečnou satisfakci za zmíněné útrapy způsobené blízkou RTG laboratoří. Společně zde uvedli v chod rovněž dvě Weissenbergovy monokrystalové komory. Jejich snímky

přispěly k popisu a vyřešení struktury nového minerálu krupkaitu [10] a přesnějším poznání chvaltického melanoflogitu [11]. Indexování Weissenbergových snímků vyžáhaného (krychlového) chvaltického melanoflogitu a určování jeho prostorové grupy podle krystalografických tabulek bylo také mnoha studenty „oblíbenou“ náplní jednoho ze cvičení z Chemické a strukturní krystalografie vedeným Luborem Žákem až do počátku 90. let.

V roce 1962 přichází do Geologického ústavu Akademie věd, jehož jedno z pracovišť (mineralogické oddělení vedené Marií Palivcovou) bylo umístěno také v naší budově, dlouholetý pracovník laboratoře Alexej Ždimera (roz. 1937) a jako technik nastupuje do RTG laboratoře Mineralogického ústavu v roce 1974, kde setrvává do svého odchodu do důchodu v roce 2002. Alexej Ždimera se věnoval zvláště tolik potřebnému analytickému servisu pro geologickou obec a spolupracoval také na řešení problematiky jiných institucí. Namátkou můžeme připomenout RTG difrakční výzkum opotřebených pánví pro sklárny v Novém Boru, výzkum korozních produktů stavebního kamene a zvláště oblíbené studium „biomineralizace“, jako byly například krystalické fáze kloubních výpotků (pro Revmatologický ústav) a ledvinových kamenů ve spolupráci s Radimem Kočvarou starším z Thomayerovy nemocnice v Krči.

Na tomto místě nelze nepřipomenout, že také sesterský Petrografický ústav založil a dlouho provozoval svoji rentgenografickou laboratoř. Stalo se tak na popud a pod vedením významného jílového výzkumníka Jiřího Konty (roz. 1922) okolo roku 1963. Stejně jako v naší laboratoři zde byla nejprve provozována MIKROMETA I. s Debye-Scherrerovými válcovými i semifokusačními komůrkami, rychle nahrazenými pro výzkum jílu (mezi praktickými geology proslulých též jako „bahen“) vhodnější Guinierovou komorou (starší typ), na které snímkoval tehdejší technik Miloslav Reichert. V roce 1967 byl instalován zdroj MIKROMETA II. s goniometrem Chirana a prototypem XRF spektrometru od stejné firmy, který však fungoval pouhé dva roky. Dále byla zakoupena také nová Guinierova komora fy. Enraf-Nonius, později doplněná o denzitometr fy. Joyce-Loebel s výstupem křivky fotometru na milimetrový papír. Na prakticky a technologicky orientovaném výzkumu jílových minerálů se podíleli pracovníci a technici: Josef Neužil, Jan Šrámek, Vladimír Tolar, Zdeněk Borovec, Ivan Fišer a Marie Šimková. Zajímavým počinem byla konstrukce texturního nástavce na MIKROMETu, umožňujícího sledovat přednostní orientaci minerálů v horninových vzorcích. Přístroj doplněný o odpovídající programové vybavení dokázal konstruovat a kreslit pólové obrazce jednotlivých snímáných strukturních rovin. Ten byl využit například i pro výzkum ložiskového geologa Zdeňka Pertolda, dokládající předmetamorfni původ krkonošských stratifonních sulfidických skarnů [12]. Jako poslední byl do petrologické laboratoře v roce 1972 zakoupen sovětský, v pozdějším období značně poruchový difraktometr DRON 3. Po odchodu Jiřího Konty a změně orientace tohoto pracoviště na metamorfni petrologii zde ochladl zájem o RTG difrakci, přístrojový park laboratoře přestal být obnovován a její osud se uzavírá po neopravitelné poruše dlouho provozovaného sovětského difraktografu v roce 1993.





**Obrázek 3.** Vysokoteplotní komora na difraktografu DRON 2, rok 1981, foto M. Rieder.

Mladší historie mineralogické rentgenografické laboratoře souvisí jistě s osobností Milana Riedera (roz. 1940). Tento mimořádně výkonný vědec přešel na naše pracoviště z Ústředního Ústavu Geologického v roce 1969 a vytrval mezi námi až do roku 2004. Jeho hlavním zájmem byl po celou dobu působení výzkum minerálů ze skupiny slíd spojený s monokrystalovou difrakcí na precesních komorách. Těch vystřídal hned několik typů. Nelze zapomenout na blankytně modré precesní komory firmy Chirana i na jeho oblíbený, konstrukčně pokročilejší typ Enraf-Nonius. Zkonstruoval a patentoval nový typ zpětně reflexní precesní komory [13]. V roce 1980 inicioval rekonstrukci laboratoře, stal se vedoucím a ve stejném roce pořídil sovětský difraktometr DRON 2 s teplotně-vakuovým nástavcem (obr. 3). Nástavec byl využit například pro sledování termálních změn u pyroxenů, olivínů či turmalínů, např. [14] a DRON sloužil po dobu více než dvaceti let pro většinu analytických prací. Základním výstupem DRONu byl záznam na papír, ručně proměřovaný pravítkem. Milan Rieder ale na pracoviště přinesl několik krystalografických výpočetních programů, některé z nich upravil, či dokonce sám napsal v jazyku FORTRAN. Pro výpočty byl vhodný krokový režim, kdy DRON umožňoval výstup na děrnou pásku. Podle té se nechaly naděrovat štítky, které se nosily k výpočtům na sálový počítač do Vodičkovy ulice. V devadesátých letech Milan Rieder rovněž obměnil park MIKROMET za modernější zdroje Philips, nejdříve přibyl typ Philips Mueller-Mikro 111, potom PW 1140, pak i PW 1730. Na nich byly s různými obměnami provozovány monokrystalové komory, komory Debye-Scherrerovy i difraktometr PW 1050/30 s grafitovým monochromátorem. Nyní zbývá na našem pracovišti MIKROMETA jediná. Významné bylo také Riederovo působení pedagogické. Dokázal nadchnout a vyškolit několik studentů, z nichž vyrostli současní vynikající badatelé. Připomeňme alespoň Jiřího Frýdy, Romana Skálu, Lukáše Palatina, Marianu Klementovou či Františka Laufka.

S nástupem osobních počítačů a nových vyhodnocovacích programů přestal datový výstup DRONu stačit. Další možností výstupu tohoto difraktografu byl ještě automatický číselný zápis na nekonečnou roli papíru, kdy bylo nutné až několik tisíc čísel krokového záznamu ručně přepisovat. (Přiznám se, že tuto proceduru jsem si na

vlastní „kůži“ zkusil pouze jednou.) Proto byl v roce 1999 zkonstruován Petrem Nakládalem interface a DRON napojen na počítač, který výstup krokového režimu snímal [15]. Soubor byl vyhodnocován programovým balíkem ZDS. Tento krok prodloužil jeho životnost až do konce roku 2003.

V roce 2004 byl zakoupen nový difraktometr X'Pert PRO (PANalytical) s detektorem X'Celerator a grafitovým monochromátorem. Mimo Bragg-Brentanova uspořádání byla na počátku pořízena ještě monokapilára průměru 100  $\mu$ m pro mikrodifrakci. V roce 2004 byl pořízen také další zdroj Philips PW 1730 s robustním difraktometrem PW 1050/81 (Co lampa, bez monochromátoru), který slouží hlavní měrou pro samostatné studentské začátky. Z osob působících na pracovišti je nutno připomenout Marka Chvátala (roz. 1972), který zde pracoval na výzkumu minerálních pigmentů. Po krátkou dobu svého působení (1998 – 2005) se také velmi energicky ujal role kustoda našeho mineralogického muzea a sepsal velmi dobrá skripta *Krystalografie* (1999) a *Úvod do systematické mineralogie* (2005) pro posluchače 1. ročníku. Jeho přespříliš svobodomyslná povaha mu však nedovolovala delší setrvání. Po jeho odchodu ho nahradil a servisní činnosti se zhostil můj nynější kolega Petr Drahota (roz. 1977), který se věnuje geochemii a mineralogické speciaci arsenových fází [16]. Naším největším zákazníkem je v současnosti tým ložiskového geologa Richarda Příkryla, který se opět zajímá o výzkum jílu (tedy znovu našich tolik oblíbených „bahen“) a korozi stavebního kamene, z nichž asi nejznámější je uplatnění RTG difrakce související se současnou rekonstrukcí Karlova mostu [17]. Ve spolupráci s Jiřím Zadinou z fakultní nemocnice Motol se dále věnujeme výzkumu močových konkrementů [18].

Jako jedna z posledních prací proběhl v součinnosti s Kriminalistickým ústavem Praha výzkumný úkol využití mikrodifrakce ve forenzní oblasti [19], pro který byla v roce 2008 zakoupena a úspěšně odzkoušena zakázkově vyrobená monokapilára 800  $\mu$ m. Tu využil ve své diplomové práci a jejích publikovaných částech Jakub Plášil, nyní čerstvě již pracovník Národního muzea. Jeho výzkum je zaměřen na sekundární minerály uranu, tato část konkrétně na skupinu autunitu (tzv. uranových slíd). Ty mají podobně jako „normální“ slídy při použití geometrie Bragg-Brentanovy výraznou přednostní orientaci. Nová kapilára byla použita pro instrumentaci v geometrii Debye-Scherrerově (Obr. 4), kdy byla takto získána data i od jejich „nebazálních“ difrakcí, která posloužila ke zpřesnění popisu vzácného minerálu metalodevitu [20], jako určitý symbolický geometrický návrat ke kořenům a počátkům RTG difrakce v naší rentgenografické laboratoři.

*Děkuji těm, kteří se podělili o své vzpomínky či vzácné materiály. Jmenovitě ke vzniku tohoto textu přispěli: Zdeněk Johan, Emil Jelínek, Magdalena Pačesová, Pavel Kašpar, Vladimír Tolar, Alexej Ždimera a Milan Rieder.*



## Literatura

1. B. Ježek, *Čas. Min. Geol.*, **1**/ 2-3 (1923), 33.
2. K. Tuček, *Přehled historie Mineralogického a Petrografického ústavu Přírodovědecké fakulty Univerzity Karlovy v Praze*. Praha: Karolinum, 1988.
3. J. Novák, *Věst. Stát. Geol. Úst.*, **21**, (1946), 231.
4. K. Paděra, *Rozpravy II. tř. Čes. Akad. Věd*, **4**, (1952), 1.
5. K. Melka, P. Ondruš, R. Skála, *Mater. Struct.*, **1**, (2002), 64.
6. J. Novák, *Strukturální krystalografie: Úvod do studia atomové stavby hmoty*, Praha. Přírodovědecké vydavatelství, 1953.
7. Z. Johan, M. Kvaček, *Bull. Soc. Franc. Min. Crist.*, **94**, (1971), 45.
8. F. Čech, J. Hak, *Čas. Min. Geol.*, **24**, (1979), 83.
9. L. Žák, V. Syneček, *Czech. J. Phys.*, **10**, (1960), 195.
10. L. Žák, V. Syneček, J. Hybler, *N. Jb. Min. Mon.*, **12**, (1974), 533.
11. L. Žák, *Am. Miner.*, **57**, (1972), 779.
12. Z. Pertold, L. Kopecký, in *Sborn. 22. konf. ČS spol. pro min. a geol.*, Ed. J. Šindelář (Trutnov), 1979, s. 235-242.
13. M. Rieder, in *Věd. konf. geol. kateder přírodověd. fak. Univ. Karl.* (Praha), 1976, s. 40
14. K. Vokurka, M. Rieder, *N. Jb. Miner. Mh.*, **3**, (1987), 427.
15. V. Goliáš, P. Nakládal, *Mater. Struct.*, **6**, (1999), 57.
16. P. Drahota, J. Rohovec, M. Filippi, M. Mihaljevič, P. Rychlovský, V. Červený, Z. Pertold, *Sci. Total Environ.*, **407**, (2009), 3372.
17. R. Příkryl, J. Svobodová, K. Žák, D. Hradil, *Eur. J. Miner.*, **16**, (2004), 609.
18. J. Zadina, R. Průša, V. Goliáš, K. Štaifová, *Čas. Lék. Čes.*, **148**, (2008), 330.
19. V. Goliáš, I. Jebavá, M. Kotrlý, *Mater. Struct.*, **2a**, (2009), k37.
20. J. Plášil, J. Sejkora, J. Čejka, P. Škácha, V. Goliáš, J. Ederová, *Can. Miner.*, **48**, (2010), 113.



**Obrázek 4.** Debye-Scherrerovo uspořádání s 800  $\mu$ m kapilárou na difraktografu X'Pert PRO, rok 2009.

L12

**Laboratory of Structure Analysis of Institute of Materials, Faculty of Materials Science and Technology in Trnava**

**LABORATÓRIUM ŠTRUKTÚRNYCH ANALÝZ ÚSTAVU MATERIÁLOV MTF STU V TRNAVE**

**L. Čaplovič**

*Ústav materiálov, Materiálovotechnologická fakulta STU, J. Bottu 25, 917 24 Trnava, SR  
lubomir.caplovic@stuba.sk*

### Pohľad do minulosti

Základy laboratória môžeme datovať do roku 1986, kedy vznikla Strojársokotechnologická fakulta so sídlom v Trnave, Slovenskej vysokej školy technickej v Bratislave ako v poradí 6. fakulta. Jej súčasťou bola aj katedra Náuky o materiáloch vedená prof. Ing. Marcelom Žitňanským, DrSc. Laboratóriá katedry boli vybavené iba minimom experimentálnych prístrojov získaných darom a delimitáciou zo Strojníckej fakulty v Bratislave.

Prvým novým experimentálnym zariadením bol rtg. difraktometer DRON 3M, ktorý sa nám podarilo zakúpiť. Bol to na tie pomery relatívne moderný prístroj, ktorý však neumožňoval priamy prenos dát do vtedy rozšíreného PC PP06. Všetky dáta vytlačené na malej tlačiarne sme

prepisovali do počítača. Bola to zdĺhavá práca. Neskôr sa nám podarilo zabezpečiť prepojenie s počítačom vďaka Petrovi Ondrušovi a jeho ZDS Systému.

V roku 1991 sa fakulta premenovala na Materiálovotechnologickú fakultu a podobne sa zmenila SVŠT na Slovenskú technickú univerzitu v Bratislave. Tieto organizačné zmeny viedli k zmene názvu aj našej pôvodnej katedry. Vznikla katedra Materiálového inžinierstva a tepelného spracovania pod vedením doc. Ing. Ľubomíra Martinca, CSc. Získali sme ďalšie experimentálne zariadenia, tentoraz transmisné a rastrovacie elektrónové mikroskopy TESLA BS 613, TESLA BS 500, TESLA BS 343 a TESLA BS 300. Tým vznikli podmienky pre založenie Laboratória štruktúrnych analýz, ktoré bolo integrovanou súčasťou katedry Materiálového inžinierstva,