



SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST JANA MARKA MARCI

—————

BULLETIN
SPEKTROSKOPICKÉ SPOLEČNOSTI
JANA MARKA MARCI

Číslo 105

prosinec 2000

Z jednání 70. schůze hlavního výboru Spektroskopické společnosti JMM

Dne 6. prosince 2000 se konala 70. schůze hlavního výboru Společnosti. V její úvodní části byla vyhodnocena soutěž mladých spektroskopiků (po přednesení stručných obsahů soutěžních prací autory) a dále následovaly zprávy o činnosti předsednictva hlavního výboru (Doc. Hála), zpráva o hospodaření (Ing. Koliňová), zpráva o odborné činnosti v r. 2000 (Doc. Hála) a zpráva o činnosti komisí (Ing. Spěváčková).

V r. 2000 se uskutečnily odborné akce: kurz měření IČ spekter, kurz interpretace vibračních spekter, kurz AAS, 18. IMMS, konference NMR, seminář RTG, semináře RTM, seminář o hydridové technice v AAS a seminář nukleárních analytických metod.

Do plánu na rok 2001 byly dosud zařazeny akce:

- kurz měření vibračních spekter (22.-26. 1. 2001, Praha)
- kurz interpretace vibračních spekter (29.1. – 2.2. 2001, Praha)
- 16. NMR Valtice (23.-25. 4. 2001)
- kurz ICP (11.-14. 9. 2001, Brno)
- 6. škola hmotnostní spektrometrie (říjen 20001)
- seminář LC MS
- kurz komise zabezpečení jakosti výsledků (nejistoty a návaznost)
- seminář odbor. skupiny instrumentálních radioanalytických metod
- seminář odbor. skupiny Mössbauerovy spektroskopie.

Na schůzi byla do předsednictva hlavního výboru kooptována Dr. Jiřina Sysalová, která převezme funkci hospodáře za Ing. Danu Koliňovou, která o uvolnění z funkce požádala. Hlavní výbor vyslovil Ing. Koliňové poděkování za vzornou a odpovědnou činnost.

Zpráva o EMAS 2000

Electron Probe Microanalysis Today

4. regionální pracovní seminář o mikroanalýze elektronovým svazkem

Karel Jurek

Ve dnech 17. – 20. května 2000 se v Zámeckém hotelu v Třešti konal 4. regionální pracovní seminář, organizovaný EMAS (European Microbeam Analysis Society). Spoluorganizátoři v České republice byli:

Jednota českých matematiků a fyziků - fyzikální sekce
Akademie věd ČR – Ústav fyziky plazmatu
Karlova univerzita – Matematicko-fyzikální fakulta
České vysoké učení technické – Fakulta strojního inženýrství
Spektroskopická společnost Jana Marka Marci.

Spektroskopická společnost pomáhala zejména administrativně, poskytla seznamy zainteresovaných členů, pomáhala při rozesílání pozvánek.

Seminář byl sponzorován následujícími firmami:

HVM Plasma
Christine Groepl
JIP – Tech – Edwards
Labimex - Cameca
EDLIN - Philips – Edax
COMEF - Noran

Seminář navázal na již zavedenou a osvědčenou tradici tím, že vyplnil mezeru mezi pravidelně dvouletně pořádanými evropskými konferencemi EMAS. Regionální semináře pokrývají menší území v Evropě, jsou méně nákladné a tím usnadňují účast většímu počtu zájemců. První takový seminář se konal v odlehlém Finsku, a pro velký úspěch se pak další uskutečnily v Maďarsku a ve Španělsku. 4. seminář EMAS 2000 se konal u nás v Třešti, v zámku upraveném na hotel, a byl zaměřen na praktické aspekty mikroanalýzy fokusovaným elektronovým svazkem. Přednášky byly vesměs zvané, čímž byl dán pevný rámeček semináře. Delegováno bylo celkem 11 přednášejících, z toho 5 ze západní Evropy, uznávaných odborníků doporučených EMASem a 6 odborníků z ČR. Přednášky byly zaměřeny jak na základní problémy, jako úvod pro začínající pracovníky a studenty, tak i na poslední poznatky z oboru, které se těšily pozornosti zkušených pracovníků.

Ze základních přednášek zaujaly zejména přednášky prof. Reimera (BRD) o interakcích elektronů s pevnou látkou při rtg. mikroanalýze, přednáška W. A. P. Nicholsona (GB) o analytické elektronové mikroskopii a J. Lábára (Maďarsko) o metodách rtg. mikroanalýzy. Následovaly přednášky F. Grillona (Francie) o rtg. spektrometrii, R. Rybky (ČR) o difrakčních krystalech a B. Lencové (ČR) o zdrojích elektronů a vytváření svazků.

Speciálnější byly přednášky J. Lábára o analýze tenkých vrstev, J. Horáčka (ČR) o srážkách nízkoenergetických elektronů s atomy a molekulami a M. Cieslara (ČR) o kanálování elektronů při rtg. mikroanalýze.

Nechyběly ani přednášky o příbuzných metodách, zejména o Augerově (A. Jablonski) a elektronové (XPS) spektroskopii (I. Jirka), jakož i o spektroskopii elasticky rozptýlených elektronů (J. Pavluch).

Velmi užitečné bylo, že po každém bloku přednášek následovala panelová diskuse k předneseným tématům, která měla v programu vyhrazen svůj dostatečný čas. Přednášky byly doplněny více než třiceti postery účastníků. Ty se věnovaly především aplikacím v různých oborech. Účastníků bylo celkem 77, včetně lektorů a organizátorů. Většina účastníků byla z východní Evropy, ale nechyběli ani účastníci ze západní Evropy a dokonce z Japonska. Studenti měli výraznou podporu EMASu, někteří účastníci dostali od EMASu grant, pokrývající veškeré náklady.

Všechny pozvané přednášky byly publikovány v plném znění ve sborníku, který účastníci dostali při prezentaci, postery byly uvedeny svými abstrakty. Editory sborníku s názvem „Electron Probe Microanalysis Today – Practical Aspects“ jsou V. Starý, K. Mašek a K. Horák, vydavatelem ČVUT, fakulta strojní, 1. vydání květen 2000, ISBN 80-01-02176-9. Zbývající výtisky k doptání u Dr. Starého, e-mail: stary@fsik.cvut.cz.

Všichni účastníci i lektori delegovaní EMASem se shodli na tom, že se seminář vydařil nejen po odborné a organizační stránce, ale že v příjemném prostředí Zámeckého hotelu a okolního parku mohli navázat nové kontakty. Rovněž česká kuchyně byla přijata s uznáním (s výjimkou několika málo zatvrzelých vegetariánů); svíčkovou, vepřové se zelím a bramborové knedlíky jakož i španělské ptáčky všichni konzumovali s pochvalným mručením.

Závěrem lze říci, že čeští organizátoři přispěli nejen ke zvýšení odborné úrovně účastníků a popularizaci mikroanalytických metod, ale i k užitečné propagaci naší republiky.

2. seminář o rastrovací tunelovací mikroskopii, spektroskopii a příbuzných technikách

Josef Zemek, Karel Jurek

25.- 27. září 2000 - hotel Technik, Lázně Bohdaneč, Seminář organizovala Sekce speciálních spektroskopických metod

Sponzoři Pfeiffer Vacuum Austria GmbH, pobočka Praha

ANMAT Trading spol.s.r.o., Ostrava

Počet účastníků : 56

Počet přednášejících : celkem 26 (6 zvaných)

Diskutované metody :

- Rastrovací tunelovací mikroskopie, Scanning tunneling microscopy (STM)
- Rastrovací tunelovací spektroskopie, Scanning tunneling spectroscopy (STS)
- Rastrovací tunelovací mikroskopie s proměnnou teplotou, Variable temperature (VTSTM)
- Mikroskopie atomárních sil, Atomic force microscopy (AFM)
- Rastrovací kapacitní mikroskopie, Scanning capacitance microscopy (SCM)
- Mikroskopie blízkého pole, Near fields microscopy (NFM)

Seminář navázal na první národní seminář věnovaný těmto moderním metodám, konaný v září 1997 v Chlumu u Třeboně. Vybrané přehledové přednášky prvního semináře byly zveřejněny péčí Z. Choje v Československém časopise pro fyziku 48 (1998), č. 3-4. Cílem našeho druhého setkání bylo

- připomenout si základy vybraných metod rastrovací tunelovací mikroskopie/spektroskopie
- seznámit se s originálními výsledky odborníků, dosaženými v průběhu posledních tří let
- diskutovat aktuální metodické a interpretační problémy

Úvodní přednášku semináře s přitažlivým názvem „Dotek atomu“ přednesl Dr. Antonín Fejfar z Fyzikálního ústavu AV ČR. Zmínil nejen principy metody STM/STS a metod příbuzných, které zpřístupnil pomocí názorných mechanických pomůcek, ale předvedl i nebyvalou krásu zviditelněných jednotlivých atomů, řad atomů, kroužků atomů a dalších jednoduchých útvarů sestavených manipulací jednotlivých atomů pomocí velmi ostrých hrotů. Připomenul dále rozsáhlé potenciální aplikační možnosti těchto metod v oblasti nanolitografie a při záznamu dat o ultra vysoké hustotě.

Další blok přednášek se zabýval instrumentací STM a AFM. Doc. I. Ošťádal (MFF UK) čerpal z bohatých zkušeností se stavbou STM v ultravakuovém provedení. Obdobně doc. T. Šíkola se spolupracovníky z Brna (FSI VUT, ÚPT AV ČR) popsal kombinovaný mikroskop AFM/STM postavený na pracovišti ve spolupráci s firmou Tescan s.r.o. Možnostmi testování metricky přístrojů STM a AFM se zabýval Mgr. F. Matějka. Ing. R. Kalousek prezentoval simulaci oscilací raménka ve vztahu k meznímu rozlišení bezkontaktního modu metody AFM. K metodické části semináře lze přiřadit i aktualitu dr. S. Hucka (Parazitologický ústav AV ČR) o úspěšné implementaci STM do transmisního elektronového mikroskopu pracujícího v podmínkách UHV.

Druhý den semináře zahájil přehledovou přednáškou prof. I. Ohlídal (PF MU Brno). Zabýval se statistickým vyhodnocováním drsnosti povrchů vybraných pevných látek měřené metodami STM/AFM a pomocí optických metod. Na něj navázal Mgr. P. Klapetek ze stejného pracoviště, který aplikoval metody uvedené v předcházející přednášce na povrchy oxidu křemíku na křemíkových destičkách.

Dr. F. Máca (Fyzikální ústav AV ČR) byl jediným účastníkem semináře, který se zabývá interpretací obrazů STM pomocí ab-initio výpočtů. Uvedl analýzu obrazů povrchu Co/Pt

(110). Přednáška dr. J. Webera (ÚFCH JH AV ČR) se dotýkala interpretace či lépe řečeno chybné interpretace obrazů povrchů pevných látek - viděno očima operátora. Zabýval se vznikem, rozpoznáním a možnostmi odstranění artefaktů u AFM a STM. Výskyt artefaktů zmínil ve své přednášce i Mgr. K. Jurek (Fyzikální ústav AV ČR), který hovořil o zkušenostech s použitím AFM mikroskopu typu EXPLORER.

Další přednášky se týkaly aplikací metod AFM/STM na povrchy vybraných materiálů. Ing. V. Cháb a dr. J. Slezák hovořili o povrchu systému Pb/Si(111) studovaném pomocí VTSTM a VTSTS s atomárním rozlišením. Cílem studia je popis difuze atomů olova na křemíku. Doc. I. Ošťádal, dr. P. Sobotník (MFF UK) a Mgr. B. Rezek (Fyzikální ústav AV ČR) referovali o počátečních stadiích epitaxního růstu stříbra na povrchu Si(111) - (7x7), přechodu od 2D k 3D růstu stříbra na povrchu křemíku a o transportu elektrického náboje v mikrokrytalickém křemíku s vysokým prostorovým rozlišením. Dr. Z. Pientka (ÚMCH AV ČR) referoval o aplikaci metody AFM při studiu povrchu vybraných polymerů. J. Vaniš (ÚRE AV ČR) o charakterizaci povrchů Bi₂Te₃ pomocí AFM, Mgr. H. Pelouchová (ÚFCH JH AV ČR) o AFM studiu povrchu anatasu a dr. J. Pavlík o površích oxidů hliníku na hliníku pomocí AFM. Doc. H. Kolářová (LF UP Olomouc) hovořila o buněčném poškození studovaném ve fluorescenčním mikroskopu a o úsilí řešitelů projektu o studium poškození živých buněk metodou AFM.

Závěrečnou přehledovou přednášku přednesl doc. P. Tománek na téma optické mikroskopie a spektroskopie pracující v oblasti tzv. blízkého pole, tj. ve vzdálenosti od povrchu vzorku menší než polovina vlny použitého záření.

V průběhu semináře proběhla krátká prezentace obou sponzorských firem. Firma Pfeiffer-Vakuum představila pestrý sortiment výrobků - vakuových čerpadel, měřičů tlaku (vakua) a hmotových spektrometrů. Firma Anmat Trading zaujala zejména pokročilými modely AFM.

Druhý seminář ukázal výrazný pokrok v souhrnně nazývané oblasti mikroskopie a spektroskopie blízkého pole. Zatímco na prvním semináři jsme slyšeli zejména přehledové referáty o práci laboratoří v zahraničí a pouze o počátečních zkušenostech vlastních, nyní jsme se seznámili s výsledky několika domácích laboratoří, které snesou přísné evropské či světové měřítko. Přednesené přehledové přednášky a krátká původní sdělení budou otištěna v Čs.časopise pro fyziku koncem tohoto roku péčí hostujícího redaktora doc.P.Tománka.

Pro zájemce uvádíme vysvětlení použitých zkratk:

AFM (Atomic Force Microscopy), též **SPM** (Scanning Probe Microscopy)

- mikroskopie atomových sil. Metoda, využívající velmi jemný hrot (s poloměrem křivosti na vrcholu menším než 20 nm), upevněný na pružném raménku, které se posunuje po povrchu vzorku. Posun je prováděn piezoelektrickými elementy, které se smršťují nebo roztahují změnou elektrického napětí na ně přiloženého. Měřitelné posuny po ploše vzorku mohou být menší než 0,1 nm.

Mikroskop pracuje buď v tzv. kontaktním režimu, kdy hrot je přitlačován na vzorek takovou silou, že je atomy povrchu odpuzován. Změna v reliéfu povrchu se projeví jako změna průhybu raménka. Ta se detekuje laserovým paprskem, který svítí na zadní stranu raménka a odráží se na dělenou fotodiodu. Záporná zpětná vazba udržuje konstantní přítlak hrotu jeho oddalováním resp. přiblížováním. Údaj o topografii se odvozuje právě z této zpětné vazby. Kontaktním způsobem se dosahuje až atomového rozlišení (tj. lepšího než 0,1 nm v rovině vzorku a až 0,01 nm ve směru kolmém k povrchu).

Při druhém způsobu, tzv. nekontaktním, je raménko s hrotem rozkmitáno na rezonanční frekvenci (50 – 500 kHz) napětím přivedeným na piezoelektrický element ve směru kolmém k povrchu. Hrot se nachází dále od povrchu, ale v dosahu přitažlivých sil atomů povrchu. Detekuje se změna amplitudy nebo fáze kmitů (opět laserovým paprskem) při přiblížení nebo oddálení od povrchu v důsledku změny tlumení kmitů. I zde se využívá záporné zpětné vazby k udržení konstantního tlumení. Dosahované rozlišení je o něco horší než při kontaktním způsobu, ale nedochází k poškození vzorku.

MFM (Magnetic Force Microscopy)

- mikroskopie magnetických sil. Jako v předchozím případě využívá jemného hrotu v nekontaktním módu, ale hrot je navíc pokryt magnetickým materiálem a zmagnetován. Je-li nad povrchem vzorku nehomogenní magnetické pole, kmity raménka s hrotem se tlumí v závislosti na změnách tohoto pole. Hrot je vzdálen od povrchu vzorku 50 – 100 nm, takže topografie už nepůsobí a získává se pouze informace o rozložení magnetického pole, tzv. magnetických domén. Rozlišení dosahuje asi 50 nm.

EFM (Electric Force Microscopy)

- mikroskopie elektrických sil. Je-li nad povrchem vzorku nehomogenní elektrické pole (např. v případě elektretů), a na hrot kmitající nad povrchem vzorku se přivede potenciál, kmity se budou tlumit v závislosti na změnách intezity tohoto pole. Mohou se tak zobrazit oblasti s různými dielektrickými vlastnostmi.

STM (Scanning Tunneling Microscopy)

- rastrovací tunelovací mikroskopie. Použitelná pouze pro elektricky vodivé vzorky. Jemný kovový hrot s kladným potenciálem vzhledem ke vzorku se přiblíží k povrchu na vzdálenost řádově 0,1 nm. Při této vzdálenosti mohou vodivostní elektrony překonat potenciálovou bariéru tvořenou vakuem tzv. tunelovým jevem známým z kvantové mechaniky a vytvořit tak proud, tekoucí do hrotu. Velikost tohoto proudu je úměrná elektronovým hustotám atomů na povrchu vzorku a nepřímo úměrná vzdálenosti hrotu. Při rastrování realizovaným stejně jako u AFM lze zjišťovat polohy jednotlivých atomů – buď přímým měřením tunelového proudu nebo pomocí záporné zpětné vazby udržovat konstantní proud změnou vzdálenosti hrotu. Podle změny elektronové hustoty lze pak rozlišit jednotlivé atomy.

STS (Scanning Electron Spectroscopy)

- spektroskopie uplatněná při STM. Provádí se změnou napětí i jeho polarity na hrotu. Umožňuje zkoumání lokální hustoty elektronových stavů s atomárním rozlišením, mapuje hustotu stavu s rozlišením ± 2 eV v okolí Fermiho meze. Spektra mohou podat informace o charakteru povrchové vrstvy.

SCM (Scanning Capacitance Spectroscopy)

- rastrovací kapacitní spektroskopie. Měření změny kapacity soustavy sonda – povrch vzorku. Rastrování se provádí podobně jako u výše uvedených metod, rozlišení je nižší kvůli rozměrům

sondy. Využívá se zejména při nedestruktivní analýze povrchu polovodičových struktur, umožňuje získat informace i o strukturách ukrytých pod povrchem.

NSOM (Near-field Scanning Optical Microscopy)

- optická mikroskopie v blízkém poli. Optická sonda (světlovodné vlákno na konci zahrocené) připevněná na piezoelektrické scannery místo hrotu rastruje v malé vzdálenosti nad povrchem vzorku a snímá buď světlo prošlé průhledným preparátem nebo odražené od jeho povrchu. Tak je možné měřit tok fotonů rozptýlených atomy na povrchu s rozlišením až 15 nm a zobrazovat s rozlišením nejméně o řád lepším, než má nejlepší optický mikroskop.

Setkání spektroskopiků v Německu

Miroslav Holík

Ve dnech 27.-30. září 2000 pořádala odborná skupina Magnetické rezonanční spektroskopie Německé chemické společnosti (GDCH) 22. Diskusní setkání v Regensburgu. Stalo se již tradicí, že ke každému sudému Setkání jsou pozváni kolegové z některé sousední země. Tentokrát tou „zemí“ byla Střední Evropa, tj. Česká republika, Slovensko, Rakousko a Maďarsko. Zástupci odpovídajících odborných skupin MRS, které se každoročně scházejí v jihomoravských Valticích, byli přizváni do vědeckého výboru konference a 5-6 vybraných představitelů jednotlivých skupin bylo vyzváno k plenární přednášce, nebo k přednášce v sekci. V sekcích kralovaly biochemické a biologické aplikace NMR, ale využití NMR v materiálových vědách (včetně „NMR imaging“), a také v oblasti vysokého rozlišení v kapalinách, v částečně orientované a v pevné fázi bylo zastoupeno. Určitá část programu byla věnována NMR teorii a výpočtům, ale také EPR a CIDNP technikám. Z České republiky byl k plenární přednášce vyzván V. Sklenář (Tools for NMR Structure Determination of Nucleic Acids) a přednáškám v sekcích J. Spěváček (High Resolution Solid State NMR Studies of Polymer Complexes and Intercalates), J. Sejbal (NMR of Terpenoids and Steroids - Classical and Modern Approach), J. Schraml (NMR Studies of Hydroxamic Acids and Their Derivatives), A. Lyčka (^1H - ^{15}N Correlation NMR Spectra of Some Organic and Organometallic Compounds) a M. Holík (Low-Resolution NMR in Quantitative Analysis).

Velký úspěch sklidil v sekci EPR náš kolega ze Slovenska A. Staško svou přednáškou o analýze vína a piva. V sekci posterů se zúčastnili J. Czernek, L. Trantírek a K. Kubiček. První dva se také přihlásili do soutěže mladých spektroskopiků o stipendium R. R. Ernsta. Tři tyto ceny (bez udání pořadí) byly uděleny v Auditoriu Maximu regensburšké univerzity mladým vědcům z univerzit ve Frankfurtu, v Jeně a v Brně (J. Trantírek). Na skvělém průběhu konference měli zásluhu především Prof. Dudgeck z Hannoveru a Prof. Kalbitzer z Regensburgu. Podařilo se jim přivést na konferenci řadu vynikajících osobností z oboru jako jsou např. Prof. W. von Philipsborn (Zurich), I. Bertini (Florence) nebo R. K. Harris (Durham, GB). Určitě většina z asi 230 účastníků byla s konferencí spokojena, a to nejen po stránce odborné, ale i společenské: ochutnali typické bavorské jídlo a pivo při večeři

nazvané „Bavarian Brotzeit“, prohlédli si překrásné středověké chrámy a obytné stavby, navštívili výstavu na radnici, kde v historickém sněmovním sálu byly předvedeny dokumenty a předměty poukazující na vazbu Bavorska na Evropu v daleké i blízké minulosti. Na závěr je možno konstatovat, že se setkání spektroskopiků v Regensburgu vydařilo.

Kurz atomové absorpční spektrometrie II

Jiřina Sysalová

Kurz AAS pro pokročilé se konal v Řeži u Prahy ve dnech 13.- 15. 11. 2000 v hotelu Vltava. Tento druh kurzu uspořádala Spektroskopická společnost JMM opět po čtyřech letech, avšak s inovovaným programem. Přednášky lektorů byly zaměřeny na zásadní problémy AAS, jako jsou korekce pozadí, modifikátory matrice, generování těžkých sloučenin a separace v plynné fázi. V úvodu byly zrekapitulovány pojmy ze základního kurzu AAS, jejichž znalost se u účastníků předpokládala. Velká část kurzu byla věnována přednáškám, které se týkaly přípravy vzorků ke stanovení různými technikami AAS a bylo upozorňováno i na kritická místa v odběrech vzorků. V přednáškách většina lektorů byly zahrnuty konkrétní praktické příklady a způsoby jejich řešení.

Podařilo se tak probrat přípravu vzorků z různých oblastí, kde se stále AAS hojně ke stanovením využívá, jako jsou životní prostředí, klinické a geologické materiály, potraviny a materiály z oblasti zemědělství. Pozornost byla věnována i specifickým problémům ul-trastopové analýzy, zabezpečení jakosti výsledků a vyjadřování nejistot při stanovení nízkých obsahů analytů (včetně příkladů) a vývojovým trendům metod pro prvkovou analýzu obecně.

Celkem se uskutečnilo 16 odborných přednášek prezentovaných 12 lektory a 4 přednášky firemní. Další firmy oslovovaly své zákazníky u stánků prostřednictvím svých zástupců vybavených příslušnými materiály. Zájem o prezentaci na kurzu projevil 8 firem.

Během přípravy kurzu se lektorům podařilo sepsat kvalitní skripta o 153 stranách, která byla všem účastníkům k dispozici již před zahájením přednášek. Kromě skript všichni účastníci obdrželi samostatnou přílohu platného názvosloví IUPAC s českým překladem (část XII: Elektrotermická atomizace a část XIII: Chemické generování těžkých sloučenin), které připravil Dr. I. Rubeška. Na závěr kurzu byla rozdána osvědčení o jeho absolvování.

Organizační výbor kurzu pracoval ve složení Jiřina Sysalová, Dana Kolihová, Věra Spěváčková, Milan Fara a Pavla Vampolová. V hotelu Vltava v Řeži bylo vše zajištěno podle požadavků organizačního výboru a nevyskytly se žádné problémy. Jeden večer byl věnován neformálnímu setkání účastníků a lektorů (s pohoštěním), což nepochybně přispělo k navázání nových kontaktů. Kurzem se nesla celkově dobrá atmosféra a ačkoli již některé

SPECIALISTÉ V OBORECH

FT-IR, FT-NIR, RAMAN

Nicolet

INSTRUMENTS OF DISCOVERY

- infračervené spektrometry s Fourierovou transformací pro náročné aplikace i rutinní použití
- FT-NIR spektrometry, vláknová optika, různé typy sond, intergrační sféra, chemometrie
- příslušenství a spotřební materiál k IR a FTIR spektrometrům
 - specializované databáze IR a NIR spekter
- rychlá kvantitativní analýza ropného znečištění včetně jeho identifikace, analýza olejů, multikomponentová analýza plynů
 - modemové napojení na rozsáhlou databanku spekter
 - infračervené a ramanské mikroskopy
 - spojení FTIR se separačními metodami a TGA
- bezplatné předvedení přístrojů zájemcům s možností měření vlastních vzorků, více než 130 zařízení instalováno v ČR a SR

NICODOM s.r.o., Hlavní 2727, 141 00 Praha 4, ČR

☎ : +420-(0)2-72767031, -72760432, -72771724, fax: -72766859

e-mail : NICDOMIR@TERMINAL.CZ WEB: <http://www.nicolet.cz>



SPECTRO CS

S. r. o.

Rudná 51, 700 30 Ostrava-Zábřeh

☎ 069 676 2840

Fax: 069 676 2849

e-mail: info@spectro.cz

<http://www.spectro.cz>

specialisté v oboru spektrometrie nabízejí:

PŘENOSNÉ A MOBILNÍ SPEKTROMETRY:

SPECTROPORT CCD
SPECTROPORT

- široký rozsah analytických možností, analýza včetně C, P a S
- kontrola záměny, třídění a analýza
- určení jakosti, váha 12 kg
- mobilní spektrometr s parametry laboratorního přístroje

SPECTROTEST

STACIONÁRNÍ - LABORATORNÍ SPEKTROMETRY:

SPECTROLAB Jr
SPECTROLAB F

- **NOVINKA – informace na telef. zavolání**
- rozsah vlnových délek 160 – 800 nm
- analytické moduly pro jednu nebo dvě báze
- maximálně 48 kanálů

SPECTROLAB M (S)

- rozsah vlnových délek 120 – 800 nm
- analytické moduly pro všechny báze
- maximálně 96 (128) kanálů

SPECTRUMA GDL 150 (750)

- spektrometr s doutnavým výbojem, optika 150 (750) mm
- měření různých vrstev pokovení atd.

AUTOMATICKÉ SYSTÉMY:

SPECTROLUX
SPECTROTEST ROBOTIC

- bezobslužná provozní laboratoř
- třídění velkého množství materiálu bez obsluhy

PŘÍSTROJE S ICP:

SPECTROFLAME M120
CIROS^{CCD}

- sekvenční spektrometr, monochromátor od 120 nm
- simult. analýza všech čar mezi 120-800 nm za 10 sekund
- měření prvků C, N, Br, I, Cl a emulzí (tzv. „slurry“ technika)
- ICP-MS spektrometr s velmi užitečnými vlastnostmi

SPECTROMASS 2000

RENTGENOVÉ SPEKTROMETRY:

SPECTRO X-LAB 2000
SPECTRO XEPOS
SPECTRO ASOMA

- výkonný, velmi citlivý RTG spektrometr pro náročná použití
- nový stolní RTG.. spektrometr pro analýzu Na – U
- malé, stolní, levné analyzátoři včetně systémů on-line

FTIR SPEKTROMETRY:

BIO-RAD: série EXCALIBUR

- spektrální rozsah 25000 – 50 cm⁻¹, USB spojení s počítačem
- optické rozlišení až 0,1 cm⁻¹
- GC-IR, TGA-IR, FT-Raman, IR mikroskopy aj.

LASEROVÉ GRANULOMETRY:

SEISHIN: LMS-30

- stanovení velikosti částic 0,1 – 1000 μm
- mokrá i suchý způsob měření

CERTIFIKOVANÉ REFERENČNÍ MATERIÁLY: fy MBH Analytical, Velká Británie

Pro všechny produkty žádejte podrobnější informace

podobné akce v letošním roce proběhly, kurz AAS organizovaný naší Společností si nemůže na nezájem analytické veřejnosti stěžovat – kurzu se zúčastnilo 57 frekventantů, ve směs dlouhodobě působících v oboru AAS.

Poznámka:

Zájemci o skripta ke kurzu nebo o zmíněné názvosloví se mohou přihlásit v sekretariátu Společnosti (cena skript 373,- Kč, názvosloví 35,- Kč).

Seminář Problémy hydridové techniky II

Bohumil Dočekal

Ve dnech 15.-16. listopadu 2000 se uskutečnilo v hotelu VLTAVA v Řeži u Prahy po čtyřleté přestávce a v návaznosti na kurz AAS pro pokročilé druhé pracovní setkání zájemců o problematiku hydridové techniky a o generování a atomizaci těkavých sloučenin v atomové spektroskopii. Semináře se zúčastnilo 44 českých i slovenských odborníků z oblasti vědy, aplikovaného výzkumu, a nejrůznějších oborů praxe. Ve třech tematických okruzích zaznělo celkem 12 přednášek zahrnujících příspěvky o procesech atomizace hydridů v křemenných atomizátorech, o kolekci hydridů v elektrotermických atomizátorech a o elektrochemickém generování hydridů. Na každou sérii přednášek navazovala výměna názorů účastníků k teoretickým i praktickým problémům diskutovaného tématu. Prezentace firmy RMI seznámila zájemce s komerční verzí nového typu hydridového atomizátoru - mikroplamenového křemenného multiatomizátoru, vyvinutého a patentovaného skupinou Dr. J. Dědiny. Organizátoři semináře oceňují významnou účast slovenských kolegů, dokumentující, že spolupráce odborníků České a Slovenské republiky v oblasti atomové spektroskopie stále pokračuje. Konání dalšího pracovního semináře bude včas oznámeno odborné veřejnosti v Bulletinu a na Internetových stránkách Spektroskopické společnosti JMM.

OZNÁMENÍ

Žádosti o podporu účasti členů Společnosti na konferencích se spektroskopickou tematikou v r. 2001 je třeba zaslat na adresu sekretariátu Společnosti do 30. ledna 2001. O podpoře rozhodne předsednictvo HV a seznam členů, kteří získají podporu, bude uveřejněn do konce února. Přednostně budou podpořeny žádosti, které budou jasně formulovat představu uchazeče o způsobu propagace naší Společnosti v rámci jeho účasti.

Předsednictvo HV Spektroskopické společnosti JMM

Soutěž mladých spektroskopiků - vyhodnocení ročníku 2000

Pavel Matějka

Práce přijaté do soutěže v r. 2000 byly z kategorie souborů publikovaných prací a byly posouzeny vždy dvěma oponenty. Na 70. schůzi Hlavního výboru Společnosti, která se konala dne 6. prosince 2000 a na níž byly soutěžícími předneseny stručné obsahy jejich prací, byly pak vyhlášeny výsledky soutěže:

1. cena nebyla udělena
2. cena (po 3 000,- Kč): Mgr. Kateřina Luterová
Ing. Petr Halada
3. cena (1 000,- Kč) Mgr. Petr Novák.

Dále uvádíme charakteristiky soutěžních prací, jak je autoři připravili.

Ing. Petr Halada

Hmotnostní spektrometrie je jednou z nejrychleji vyvíjejících se metod charakterizace přírodních organických látek. Tato jedinečná technika nachází stále větší uplatnění při identifikaci a určování struktury nejrůznějších biologicky aktivních molekul o velikosti až několika stovek kilodaltonů. Vzhledem ke své citlivosti a přesnosti poskytuje výsledky, které se nedají získat žádnou jinou experimentální metodou.

V práci „Mass Spectrometric Amino Acid Structure Determination in Ergopeptides“ je prezentován nově vyvinutý analytický protokol umožňující rychlou identifikaci aminokyseliny přítomných v námelových alkaloidech. Tato skupina látek vykazuje široké spektrum biologických aktivit podmíněných interakcí a různými typy neuroreceptorů. Deriváty těchto látek proto nalézají široké uplatnění v klinické medicíně, především v neuroendokrinologii a při léčbě chorob souvisejících s poruchami nervového přenosu jak na úrovni centrální, tak periferní nervové soustavy, např. migrény, Parkinsonovy choroby nebo komplexu stařeckých chorob.

Navržený protokol zahrnuje kombinaci elektronové ionizace s kolizně indukovanou disociací diagnosticky významných iontů dovolující jednoznačně určit typ aminokyseliny ve struktuře námelového alkaloidu, v některých případech dokonce odlišit isobarické aminokyseliny, např. Leu vs. Ile. Uvedený postup je a bude využíván při hledání a izolaci nových, biologicky účinnějších alkaloidů, jejich průmyslové výrobě a klinických studiích. Obecná platnost protokolu byla dokumentována na objasnění struktury nového alkaloidu, 9,10-dihydro-ergosedminu.

„Protein Changes in HL60 Leukemia Cells Associated with 5-Aminolevulinic Acid-based Photodynamic Therapy. Early Effects on Endoplasmatic Reticulum Chaperones“ je práce, ve které byly pomocí hmotnostní spektrometrie identifikovány proteiny z buněk leukemické linie HL60, jejichž exprese byla významně ovlivněna fotodynamickou terapií (PTD). Tato slibná metoda léčení nádorů je založena na vyvolání apoptózy nádorových buněk pomocí světlem aktivovaných fotocitlivých látek.

K detailnímu pochopení mechanismu PDT řízené cytotoxicity je nutné odhalit a charakterizovat proteiny, jejichž exprese byla potlačena či zvýšena po aplikaci PDT. K identifikaci těchto proteinů byla poprvé v naší laboratoři využita technika „peptide mass mapping“ v 2-DE gelech, na kterých byly proteiny vizualizovány reverzním barvením systémem Zn-imidazol. Toto barvení přináší pro následnou MS analýzu několik výhod jako je vyšší účinnost extrakce peptidů z gelu, nižší pozadí naměřených spekter, vyšší pokrytí sekvence analyzovaných proteinů a dobré předpoklady pro případné sekvenování peptidů. Tři proteiny identifikované touto technikou-calretikulín, protein disulfidová isomerasa a mikrosomální protein 58 kDa jsou všechny Ca^{2+} vázící chaperony endoplasmatického retikula (ER). Tyto výsledky ukazují na participaci proteinů ER v mechanismu PDT řízené cytotoxicity.

Práce „Peptide Sequencing by Matrix-assisted Laser Desorption/Ionisation and Post-source Decay Mass Spectrometry: A Rapid Method to Design Oligonucleotide Hybridisation Probes for Cloning cDNA Encoding Pyranose 2-Oxidase from *Trametes Multicolor*“ popisuje rychlou elegantní metodu vhodnou k navržení hybridizačních sond (PCR primerů) pro klonování cDNA biologicky či biotechnologicky zajímavých proteinů, resp. vhodnou k rekombinantní expresi těchto významných proteinů. Postup zahrnuje proteolytické štěpení proteinu a následnou MALDI-MS analýzu vzniklé peptidové směsi. Vybrané peptidové fragmenty jsou poté sekvenovány pomocí PSD experimentu a získaná sekvenční data jsou pak využita k navržení PCR primerů s následným klonováním a sekvenováním odpovídajícího genu a k expresi rekombinantního proteinu.

Účinnost této metody je předvedena na analýze enzymu pyronosa 2-oxidasa (P2O), flavoproteinu, který je využíván jako katalyzátor mnoha biotechnologicky významných biotransformací sacharidů, např. k produkci moderních sladidel fruktosy a tagatosy. Uvedeným postupem lze získat aminokyselinové sekvence dostačující pro rekombinantní strategie během několika mála hodin a s množstvím vzorku na nízké pikomolární až femtomolární úrovni.

Petr Novák

Ještě před dvaceti lety bylo nemyslitelné použít hmotnostní spektrometrii pro analýzu vysokomolekulárních a termolabilních látek či nekovalentních komplexů. S příchodem ioni-

zace elektrosprejem (ESI) a laserem za přítomnosti matrice (MALDI) došlo k průlomů v hmotové spektrometrii biopolymerů. Měkká ionizace laserem za přítomnosti matrice umožňuje určení molekulové hmotnosti takových látek jako jsou peptidy, proteiny, oligosacharidy a lipidy až do hmotnosti 500 kDa s přesností 0.1 - 0.01% na pikomolové až attomolové úrovni. Technikou MALDI-MS lze úspěšně měřit komplexní směsi látek a zároveň řešit i struktury měřených látek. Výhodou je snadnost a rychlost měření a rovněž tolerance dané techniky na přítomnost nízkomolekulárních kontaminací na milimolární úrovni.

V první prezentované práci „Structure Analysis of Trivalent Glycoclusters by Post-source Decay Matrix-assisted Laser Desorption/Ionization Mass Spectrometry“ je publikována rychlá a snadná metoda k strukturální charakterizaci glykokonjugátů. Interakce proteinů se sacharidy hrají velice důležitou roli v mnoha biologických procesech. Pro pochopení některých z nich se ukázalo velice výhodným použití multivalentních glykokonjugátů, které simulují přirozené ligandy. Tyto glykoklastry a glykodendrimery mají vysokou symetrii a molekulovou hmotnost. Hmotnostní spektrometrie je pak použita ke stanovení dendritické čistoty a případně i struktury. Speciálně určení dendritické čistoty je neřešitelným úkolem pro konvenční analytické techniky (NMR). V této práci je znázorněna „post-source decay“ fragmentace neglykosidických glykokonjugátů, která je odlišná pro protonované, sodíkové a deprotonované molekuly měřených glykoklastrů.

Další prezentovaná práce s názvem „Determination of the complete covalent structure of the major glycoform of DQII sperm surface protein, a novel trypsin-resistant boar seminal plasma O-glycoprotein related to pB1 protein“ se týká určení kompletní struktury DQII glykoproteinu, který se vyskytuje na povrchu kančích spermií. Tento glykoprotein je zodpovědný za rozpoznávání a navázání spermie na vajíčko. Jeho struktura byla určena kombinací dat získaných Edmanovým odbouráváním a hmotovou spektrometrií. PSD/MALDI-MS, MALDI-MS a ESI-MS analýzy intaktního proteinu a jeho štěpů úspěšně vyřešily primární aminokyselinovou sekvenci, místo a typ glykosylace a zároveň i pozici disulfidových můstků.

Kateřina Luterová

Objev velmi silné fotoluminiscence porézního křemíku za pokojové teploty v roce 1990 podnítil obrovskou vlnu zájmu o světlo-emitující formy křemíku, neboť snadná integrace optoelektronických prvků na křemíkové bázi se současnou (prakticky výhradně křemíkovou) mikroelektronikou by umožnila další miniaturizaci a výrazné zlevnění optoelektronických součástek. Během několika následujících let byly demonstrovány elektroluminiscenční součástky z porézního křemíku, jejichž vnější kvantová účinnost dosahovala hodnot až 0,2 % (tj. pouze o jeden řád méně než u běžných komerčních luminiscenčních diod), a také první úspěšné pokusy o integraci těchto součástek s elektronickými prvky na

jednom čipu. Aplikační problémy, zejména špatná reprodukovatelnost vzorků a neuspokojivě vyřešená degradace materiálu, obrátily pozornost i na jiné, stabilnější luminiscující materiály na bázi křemíku. Jedním z takových kandidátů je i širokopásový hydrogenizovaný amorfní křemík (a-Si:H), u něhož byla za pokojové teploty pozorována již dříve červená fotoluminiscence, která však nebyla detailně prozkoumána.

V naší práci jsme se proto zaměřili na studium fotoluminiscence a elektroluminiscence širokopásového a-Si:H. Cílem bylo objasnit mikroskopický mechanismus fotoluminiscence, připravit elektroluminiscenční struktury na základě zkoumání elektroluminiscenčních vlastností posoudit vhodnost tohoto materiálu z hlediska jeho možného využití pro optoelektronické aplikace.

Tenké vrstvy širokopásového A-Si:H byly vyrobeny metodou MW ECR PECVD (Microwave Electron-Cyclotron-Resonance Plasma-Enhanced Chemical-Vapor-Deposition) ze silanu SiH₄ ředěného heliem. Pro měření elektroluminiscence byly připraveny p⁺-i-n⁺ a p⁺-n-n⁺ struktury s NiCr/ITO kontakty. Čerstvě připravené vzorky vykazují za pokojové teploty fotoluminiscenci v červené až blízké infračervené oblasti, avšak žádnou elektroluminiscenci. Na základě měření teplotní závislosti fotoluminiscence, její dynamiky, infračervených absorpčních spekter a dalších měření jsme navrhli mechanismus fotoluminiscence jako paralelní rekombinaci ve stavech ve výbězích pásů a na oligosilanových řetězcích - (SiH₂)₂-. Pro dosažení elektroluminiscence bylo nutné počáteční zformování vzorků, tj. aplikace napěťových pulsů o velikosti 10-25 V, během něhož dochází mezi kontakty k částečné rekrystalizaci a-Si:H. Zjištění tohoto efektu, stejně tak jako samotná pozorování elektroluminiscence, představují zcela původní výsledek. Na rozdíl od běžných komerčních diod je elektroluminiscence pozorována pouze v závěrném směru a vykazuje hysterézní chování. Vnější kvantová účinnost dosahuje hodnot pouze kolem 10⁻⁵ %. V tomto směru studované součástky dosud nespĺnily naše očekávání. Na druhou stranu se nám podařilo pochopit mikroskopickou podstatu excitačních a rekombinačních elektroluminiscenčních dějů: k elektroluminiscenci přispívají současně dva zářivé rekombinační kanály, nárazová ionizace mřížky a nárazová excitace oligosilanových řetězců.

NABÍDKOVÁ A POPTÁVKOVÁ SLUŽBA ČLENŮ SPOLEČNOSTI

Nabídka přístrojů a náhradních dílů

Český geologický ústav

nabízí zařízení a vybavení na optickou emisní spektroskopii:

- spektrograf hranolový Q-24
- zdroj RSV FES 276
- spektrograf mřížkový PGS-2
- mikrodensitometr
- spotřební materiál a náhradní díly.

Nabízené vybavení je plně funkční, zůstatková cena prakticky nulová.

Informace u Ing. Buzka, tel. (02) 5817120 nebo: buzek @ cg.u.cz

Ústav analytické chemie VŠCHT Praha

potřebuje pro posluchačské laboratoře

příslušenství ke SPEKOLU 11 na měření fluorescence.

Nabídky adresujte na:

e-mail : Marcela.Tkadlecova@vscht.cz
telefon: (02) 2435 4110.

Spektroskopická společnost Jana Marka Marci

<http://www.jh-inst.cas.cz/~urban/immss/cz/index.htm>

adresa sekretariátu: Thákurova 7, 166 29 Praha 6

redakční rada: Dr. Milan Fara (předseda), Doc. Viktor Kanický, Dr. Blanka Vlčková
tech. redakce: Pavla Vampolová

redakční uzávěrka: prosinec 2000, uzávěrka příštího čísla: únor 2001



Perkin Elmer, s.r.o.
Nad Ostrovem 7
147 00 Praha 4
tel.: 02/4143 0534
fax: 02/4143 0535

Firma Perkin Elmer zajišťuje prodej a servis přístrojů v těchto oblastech:

- ❖ spektroskopie (AAS, ICP-OES, ICP-MS, UV/VIS, FTIR, fluorescence)
- ❖ mikrovlnná mineralizace
- ❖ plynová chromatografie (GC, GC-MS)
- ❖ kapalinová chromatografie
- ❖ termická analýza (DSC, DTA, TGA, DMA, TMA)
- ❖ nedestruktivní měření vodivosti
- ❖ elementární analýza
- ❖ polarimetrie

Firma PerkinElmer představuje nový standard v elektrotermické atomizaci –

grafitovou píčku HGA-850 s autosamplerm AS-800

Toto plně automatické zařízení pro elektrotermický rozklad vzorku bylo vyvinuto v souladu s posledními trendy uplatňovanými v současnosti v elektrotechnickém průmyslu. V kombinaci s atomovými absorpčními spektrometry AAnalyst 100 a AAnalyst 300 získáte zařízení představující unikátní kombinaci flexibility, vysokého výkonu a spolehlivosti.

Hlavní přednosti HGA-850:

- řízení pomocí software AA WinLab
- napájecí zdroj ASCOM umožňuje provádět "True Temperature Control" (TTC) grafitové kyvety; tento kontrolní systém je schopen měřit základní parametry kyvety a podle stupně jejího opotřebení nastavit požadovaný výkon – výsledkem je vynikající reprodukovatelnost teplot a výkonu mezi jednotlivými kyvetami i jednotlivými měřeními
- zabudovaný vysoce výkonný autosampler AS-800 s kapacitou až 148 vzorků
- potažení krytu píčky vrstvou teflonu (PTFE) chrání systém před korozivním působením kyselin
- unikátní kyvety s integrovanou platformou umožňují atomizaci všech prvků včetně např. Ti a Mo, které se jinak atomizují velmi problematicky