

Československá spektroskopická společnost
ČESKOSLOVENSKÁ SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST

Bulletin

ČESKOSLOVENSKÁ SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST
243

50
1986

Bulletin
Čs. spektroskopické společnosti

Číslo 50

prosinec 1986

Z obsahu 50.čísla Bulletinu :	str.
Zprávy ze Společnosti	4
Zasedání koordinační rady komisí pro spektroskopii Akademií věd socialistických zemí	9
Příprava XIX.EUCMOS	10
Náš rozhovor - s Dr.Mrázem nad 50.číslem Bulletinu	12
Sekce optické atomové spektroskopie :	
OS automatické spektrometrie v hutnictví (Kurz automatické spektrometrie)	15
OS absorpční a plamenové spektrometrie (Seminář o spektrometrii s ICP)	15
Sekce molekulové spektroskopie :	
OS spektroskopie pevného stavu (30.schůze :seminář "Využití synchrotronového záření ve spektroskopii")	19
Sekce speciálních spektroskopických metod :	
OS lokální elektronové mikroanalýzy (Seminář o EMA a REM, Poljanka)	20
OS hmotnostní spektrometrie (Schůze "Moderní metody organické hmotnostní spektrometrie") (Škola hmotnostní spektrometrie)	22 24
Komise pro standardy a referenční materiály (Seminář "Použití referenčních materiálů ve spektrochemické analýze")	25
Referát "Některé současné komerční infračervené spektrometry"	26
Informace Připravované konference a semináře Publikace : Pohyb Pb, Cd a Hg v zemědělské výrobě a biosféře (Cibulka, Mader, Sova)	53 53

ÚVODEM K 50. ČÍSLU BULLETINU

"Touto cestou by se poměrně rychle mohly přenášet informace o řadě problémů běžného spektroskopického života".

Dr. M. Horák, CSc.
v 1. čísle Bulletinu

Od rozhodnutí hlavního výboru ČSSS vydávat vlastní informační zpravodaj uplynulo již 20 let a Bulletin ČSSS se objevuje v poště členů Společnosti v nepravidelných intervalech již po 19 let. Za tu dobu se 50 jednotlivých čísel Bulletinu snažilo zaujmout své čtenáře v duchu shora uvedeného předsevzetí. Alespoň pokud jde o obsah, neboť presumpce "poměrně rychle" nabyla záhy rozměru několika měsíců, nečiníc ostatně výjimku mezi obdobnými publikacemi.

Redakce Bulletinu nebyla nikdy profesionální tým z hlediska vydavatelského. A uvážíme-li, že zájmová členitost spektroskopické pospolitosti ani nemohla vytvořit proporcionální kolegium k vedení periodika, nepravidelného edičně i objemově, bylo zadané poslání Bulletinu, informovat o problémech běžného spektroskopického života, zřejmě i adekvátní možnostem Společnosti. Přesto se již ale v průběhu prvních pěti čísel Bulletinu vytvořil jeho určitý profil, takže ze skromných 15 textových stran se obsah postupně rozrůstal a u čísla 12 kulminoval na počtu 110 stran. Nešlo pochopitelně o počet vydaných stránek, ale o zahrnutí co největšího počtu informací. Především z výboru Společnosti a tudíž převážně organizačních, za druhé pak z jednotlivých sekcí a odborných skupin, tedy vesměs odborných. Snad se právě zde podařilo redakci naplnit poslání Bulletinu: Stalo se samozřejmostí, že z uskutečněných schůzí a seminářů, kde nebyly vydány sborníky přednášek či abstrakt, se v Bulletinu publikují stručné referáty, informující nezúčastněné o přednesených příspěvcích. Pravda, redakce byla vždy odkázána na dodání textu, do kterého již nezasahovala, takže informační úroveň referátu je stále odvislá zcela od svědomitosti autora, ale přesto ve většině z více než 1000 takto publikovaných příspěvků valná část poskytla čtenářům přiměřený názor na sdělení a mohla tak vyvolat další zájem a případně i kontakt s autorem.

V uvedeném počtu je zahrnuto i několik desítek samostatných článků nebo podrobnějších záznamů přednášek, u nichž se buď očekával větší zájem, nebo se jednalo o aktuální práci. Celkem obnáší dosud vydaná čísla Bulletinu na 1600 stran textu. Jsou zde často referáty o prvních výsledcích, které později dozrály v samostatná sdělení v řádných odborných periodikách. A není ani bez zajímavosti, povšimnout si, jak se projevovala v určitém období i aktivita jednotlivých autorů. Někteří byli protagonisty určitých seminářů, s jinými se setkáváme zcela pravidelně v průběhu let, což svědčí o jejich věrnosti danému oboru.

V posledních letech přinesly stránky Bulletinu názvosloví různých spektroskopických disciplin. Poříditi překlad oficiálního znění IUPAC, vést konzultace s řadou odborníků a konečně připravit text k publikaci nebylo a není pro autory a názvoslovnou komisi jednoduché. A ani vděčné, neboť vývoj jde někdy mnohem rychleji, než stačí zpracovat přece jen úzký okruh názvoslovných specialistů. Ale je to určité oživení Bulletinu, vyplňující někde dosti intenzivně pocítovanou mezeru, je to snad i o krůček dál, aby Bulletin neustrnul. Snad totéž lze říci i o monotematických číslech, vydávaných v posledním období. Redakční rada vychází z předpokladu, že rozvoj některých spektroskopických disciplin postupuje tak rychle, že soustředění několika referátů z jednoho oboru do určitého čísla Bulletinu může být užitečným přehledem pro specialisty jiných oborů, umožňujícím jim nejen udržet krok, ale také třeba navázat kontakt, jedná-li se např. o možnosti interdisciplinárního řešení.

Bulletin Čs. spektroskopické společnosti není periodikem representačním. Slouží potřebám Společnosti a jejím členům. Je prostředníkem mezi odbornými skupinami a odráží jejich vnitřní život a problematiku. A to jistě není málo. Těch padesát dosud vydaných čísel již tvoří určitou historii. Historii skromného periodika, ale také potřebného spojovacího článku.

Milan Fara

Zprávy ze Společnosti

Ve čtvrtém čtvrtletí 1986 se předsednictvo hlavního výboru sešlo celkem na 6 schůzích, na nichž byla vedle administrativní agendy projednávána zejména organizace 4. mezinárodního symposia o fyzice povrchů, organizace konference EUCMOS 1989 (Praha) a příprava 42. schůze hlavního výboru a volebního valného shromáždění Čs. spektroskopické společnosti.

Na 42. schůzi hlavního výboru, která se konala dne 11.12.1986 v Národním technickém muzeu v Praze a kterou řídil předseda Společnosti Dr. Mráz, byl přednesen Akční program Čs. spektroskopické společnosti na osmou pětiletku a návrh kandidátky členů hlavního výboru pro nadcházející volební období. Z dalšího jednání uvádíme :

Ing. Irška přednesl zprávu o činnosti předsednictva, zprávu Doc. Karhana o vyhodnocení soutěže mladých spektroskopiků přednesl Ing. Volka a Dr. Závětová podala zprávu o odborné činnosti v roce 1986. Ve zprávě bylo uvedeno, že v uplynulém roce bylo uspořádáno 5 pracovních schůzí, kterých se zúčastnilo 241 posluchačů a bylo předneseno 21 přednášek, dále bylo uspořádáno 12 seminářů, konferencí a kurzů, kterých se zúčastnilo 641 odborníků a bylo na nich předneseno 268 přednášek a referátů; s mimořádným zájmem se setkala škola hmotnostní spektrometrie a seminář rtg. spektrální analýzy.

Hlavní výbor schválil návrh školské komise, aby v soutěži mladých spektroskopiků za rok 1986 byla udělena 2. cena Ing. Machovi a 3. cena Ing. Matyášovi (1. cena nebyla udělena), a dále návrh prof. Plška, aby byla udělena plaketa Jana Marca Marci Dr. G. Kupčovi.

Zprávu o hospodaření přednesl Ing. Kosina a zprávu o zahraniční spolupráci Doc. Ksandr. Ing. Kosina také podal zprávu o zasedání komisí pro spektroskopii akademií věd socialistických zemí (Balatonszeplak, září 1986). Ve zprávě o ediční činnosti uvedl Dr. Fara, že v roce 1987 se počítá s vydáním dvou monometrických čísel Bulletinu. O přípravě konference EUCMOS informoval Ing. Moravec. Dr. Sychra předložil návrh na změnu struktury atomové sekce, čímž by byl odstraněn určitý anachronismus a řízení sekce by lépe vyhovovalo současnému stavu i nárokům Akčního programu Společnosti; návrh byl doporučen k předložení na valném shromáždění.

Volební valné shromáždění Společnosti se konalo dne 12.12.1986 v Národním technickém muzeu v Praze a řídil je předseda Dr. Mráz. Z jednání uvádíme : Akční program Společnosti na osmou pětiletku přednesl Dr. Mráz; zprávu o odborné činnosti přednesla Dr. Závětová; zprávu o IX. CANAS (Neubrandenburg/NDR, září 1986) přednesl prof. Plško; Ing. Kosina přednesl zprávu o hospodaření a Ing. Streško zprávu revizní komise; Ing. Moravec referoval o přípravě konference EUCMOS (Praha, 1989). Valné shromáždění udělilo absolutorium odstupujícímu hlavnímu výboru a zvolilo všechny navržené kandidáty do nového hlavního výboru (kandidátku přednesl a kandidáty představil Dr. Sychra). Valné shromáždění vysloвило souhlas se změnou struktury atomové sekce podle návrhu Dr. Sychry.

Program valného shromáždění byl obohacen přednáškami Dr. S. Grazhulene (SSSR) "Metody analytické kontroly materiálů pro optoelektroniku" a Dr. Kubátové "Interakce intenzivního UV záření excimerového laseru s pevnými látkami". Resumé přednášek uvádíme dále.

Jitka Kubátová, Fyzikální ústav ČSAV, Praha :
Interakce intenzivního UV záření excimerového laseru s pevnými látkami

Intenzivní laserové záření lze použít jako zdroj energie pro opracování pevných látek, a to jak v makroskopickém měřítku (např. řezání, sváření a tepelné zušlechťování kovových částí strojů a zařízení), tak v mikroskopickém měřítku (např. v technologických procesech při výrobě polovodičových integrovaných prvků). Laserové mikrotechnologie prodělávají bouřlivý rozvoj zejména v posledních devíti letech, během nichž došlo k nasazení impulsních laserů, především rubínových ($\lambda = 694,3 \text{ nm}$) a Nd:YAG a Nd:sklo ($\lambda = 1064 \text{ nm}$), příp. laditelných barvivových. V posledních dvou letech začaly být pro technologické účely používány také excimerové lasery pro své výhodné vlastnosti (záření v UV oblasti, vysoký výkon, vysoká účinnost, nízký stupeň koherence, vysoká homogenita svazku).

Excimerový laser je impulsní plynový laser plněný směsí halogenu (Cl nebo F), inertního plynu (Ar nebo Kr nebo Xe) a He. Rychlým výbojem je Cl (příp. F podle náplně) uveden do excitovaného stavu, v němž je schopen tvořit molekulu s Ar (příp. Kr nebo Xe). Tato excitovaná molekula, tzv. excimer (excitovaný dimer), vyzáří při návratu do základního stavu UV kvantum a okamžitě se rozpadne v důsledku repulzivních sil v základním stavu. Délka světelného impulsu bývá kolem 10 ns, výkon v impulsu kolem 10 MW, vyzářená energie v impulsu desetiny až jednotky J a opakovací frekvence jednotky až stovky Hz. Vlnová délka záření závisí na použitých plynech (ArF 193 nm, KrCl 222 nm, KrF 248 nm, XeCl 308 nm, XeF 351 nm).

Pro tyto vlnové délky je absorpční koeficient řádu $10^5 - 10^6 \text{ cm}^{-1}$ v polovodičích i dielektrikách, a proto interakce záření excimerového laseru s pevnou látkou se odehrává jen ve velmi tenké připovrchové vrstvě. Spočívá ve vzniku vysoké koncentrace elektron-děrových párů s velkou kinetickou energií,

pokud jde o záření dostatečně krátkovlnné (např. 193 nm odpovídá energii fotonu 6,4 eV), s následujícím natavením povrchové vrstvy, pokud je hustota energie v impulsu dostatečná (např. $\geq 0,3 \text{ J cm}^{-2}$ u Si), a posléze s jejím ultrarychlým ztuhnutím (rychlost tuhnutí řádu 10 m s^{-1} při dosahovaných rychlostech chlazení 10^{10} K s^{-1}). V důsledku těchto extrémních podmínek přetavená fáze může mít změněnou morfologii povrchu, změněnou krystalografickou a elektronovou strukturu, sníženou nebo naopak zvýšenou koncentraci poruch a rozdělení příměsí, mohou vzniknout supersaturované slitiny nebo za normálních podmínek nestabilní sloučeniny. Pro studium dějů během impulsu záření a diagnostiky modifikovaných vlastností připovrchových vrstev po skončení impulsu se používají různé povrchově citlivé metody. Patří k nim optické metody (mikroskopie, měření reflektivity a luminiscence), rentgenové metody, elektronové metody (rastrovací mikroskopie, LEED - difrakce pomalých elektronů), iontové metody (RBS - Rutherfordův zpětný rozptyl, SIMS - hmotová spektroskopie sekundárních iontů) a v poslední době navíc fotoelektronové metody (UPS - fotoelektronová spektroskopie buzená UV zářením, XPS - fotoelektronová spektroskopie buzená X zářením, AES - spektroskopie Augerových elektronů).

Intenzivní UV záření excimerového laseru způsobuje desorpci atomů a molekul, resp. iontů (včetně komplexních) z povrchů pevných látek tím, že rozrušuje opticky vazby adsorbovaných atomů a molekul. Optické "trhání" vazeb je rovněž příčinou leptacího účinku UV záření na polymery užívané jako fotoresisty v mikroelektronice a je také příčinou, proč lze pomocí excimerového laseru odstraňovat atherosklerotické plátky z tepen (tzv. angioplastika).

Svetlana Grazhulene, Institut problemov technologii mikroelektroniky a specialno čistých materialov, AN SSSR, Moskva:
Metody analytické kontroly materiálů pro optoelektroniku

V přednášce byly diskutovány hlavní úkoly analytické kontroly materiálů, perspektivních pro využití v optoelektronice. Jsou to zejména materiály na výrobu detektorů rentgenového a infračerveného záření, televizních obrazovek, laserů z pevných látek na bázi polovodičů $A^{II}B^{IV}$ a $A^{IV}B^{VI}$ a jejich tuhých roztoků.

Úkoly : a) určení mikropříměsí v množstvích $n \times 10^{-5}$ - $n \times 10^{-9}\%$

b) určení odchylek od stechiometrie

c) analýza tenkých vrstev

ad a) K určení mikropříměsí byla navržena a sjednocena metodika oddělení všech prvků matrice v složitých sloučeninách Zn, Cd, Hg, Sn, Pb, Te, vhodná pro neutronovou aktivační analýzu a neaktivační analytické metody (~ 25 prvků)

ad b) K velmi přesnému stanovení základních složek v CdTe byla studována všechna stadia komplexometrické titrace s použitím různých typů indikace bodu ekvivalence a počítačové zpracování titračních křivek. Výsledkem této metody

je možnost přesného stanovení obsahu Cd a Te (s chybou $n \times 10^{-2}\%$)

ad c) Byla vypracována metoda analýzy tenkých vrstev

$Cd_xHg_{1-x}Te$; vzorky byly nejprve oxydovány a pak byla zoxydovaná vrstva chemicky odleptána. K analýze leptacích roztoků bylo použito metod atomové fluorescence. Byly nalezeny optimální podmínky určení a studia vlivu různých faktorů na analytický signál. Byly diskutovány možnosti použití impulsního spirálového wolframového atomizátoru s katodovým naprašováním a laserovým buzením k analýze tenkých vrstev a mikroobjektů.

(překlad : Dr.M.Závětová, CSc)

Seznam členů hlavního výboru
Čs. spektroskopické společnosti při ČSAV

předseda : RNDr. Jan Mráz
 I. místopředseda : prof. Ing. Eduard Plško, DrSc
 II. místopředseda : RNDr. Václav Sychra, CSc
 vědecký tajemník : RNDr. Milena Závětová, CSc
 hospodář : Ing. Zdeněk Kosina, CSc
 revizní komise : RNDr. Štěpán Urban, CSc
 Ing. Světlá Křišťoufková
 Ing. Vladimír Streško, CSc
 organizační tajemník : Ing. Petr Trška, CSc
 referent pro zahr. styky : doc. Dr. Ing. Zbyněk Ksandr, CSc
 referent pro komise : Ing. Karel Volka, CSc
 redaktor : RNDr. Milan Fara, CSc
 předseda sekce optické atomové spektroskopie :
 RNDr. Václav Sychra, CSc
 předseda sekce molekulové spektroskopie :
 Ing. Jaromír Moravec, CSc
 předseda sekce speciálních spektroskopických metod :
 Ing. Václav Hulínský, CSc
 členové výboru : Ing. Zdeněk Čížek, CSc
 Ing. Karol Flórián, CSc
 RNDr. Ing. Anton Fojtík, CSc
 Ing. František Halmo, CSc
 RNDr. Milan Horák, CSc
 Ing. Václav Chlan, CSc
 doc. Ing. Jiří Karhan, CSc
 prof. Ing. Mikuláš Matherny, DrSc
 RNDr. Ján Medveď, CSc
 Ing. Martin Nikl, CSc
 Ing. Arnošt Vidmar

Zasedání koordinační rady komisí pro spektroskopii
 Akademií věd socialistických zemí (KSAVSZ),
 Balatonszeplak (MLR) 31.8. - 5.9.1986

Zasedání, které se konalo z rozhodnutí XIV. rady představitelů akademií věd socialistických zemí (Varšava, září 1985), se zúčastnily delegace BLR, ČSSR, MLR, NDR, PLR a SSSR. Zasedání řídil akademik I. Kováč (MLR), ČSSR bylo zastoupeno delegací ČSSS ve složení Ing. Kosina, Dr. Fara a Ing. Volka.

Cílem spolupráce v rámci KSAVSZ, který byl zakotven v protokolu z tohoto zasedání, je další rozvoj společných výzkumů v prioritních směrech spektroskopie, společné využití unikátních spektrálních přístrojů postavených v jednotlivých zemích, koordinace vědecko-organizační činnosti v oblasti spektroskopie. Koordinátorem činnosti mezi zasedáními KSAVSZ je předseda vědecké rady pro spektroskopii AV SSSR.

Členové KSAVSZ si vyměňují :

1. informace o nejdůležitějších výsledcích z oblasti spektroskopie;
2. informace o připravovaných národních konferencích a sympozii;
3. tematické a konferenční sborníky a další publikace;
4. informace o nových komerčních přístrojích vhodných pro využití ve spektroskopii;
5. popisy nových unikátních spektrálních přístrojů.

Čs. delegace měla mj. za úkol diskutovat na tomto plénu stav přístrojové techniky v oblasti spektroskopie. Pro tuto problematiku ale existuje ještě jiná speciální komise RVHP. Delegátům byly předány prospektové materiály týkající se nového FT NMR spektrometru Tesla BS 587, monitoru pro stanovení rtuti TMA-254 a wolframového atomizátoru AAS WETA.

Součástí zasedání byla také vědecká konference. Její obsah byl značně heterogenní, vedle úzce specializovaných přednášek byl prezentován výzkumný program celých ústavů (např. fyziky pevného stavu Bulharské AV). Řada přednášek zástupců NDR byla věnována přístrojové technice, konkrétně systému LIS 202 (computer controlled laser-pulse spectrometer), systému SUMAL (system for ultramicrolitre analysis) a IČ spektrofotometru M 80.

Ze zasedání vyplynuly pro naši Společnost některé úkoly, např. vypracování návrhů na spolupráci ve spektroskopii, připravit zasedání KSAVSZ v roce 1988 (u příležitosti 8. čs. spektroskopické konference) a poskytovat koordinátorovi Bulletin ČSSS.

Závěry zasedání rady komisí pro spektroskopii akademií věd socialistických zemí otevírají další možnosti pro rozvoj spolupráce mezi jednotlivými zeměmi RVHP v oblasti spektroskopie. Vzhledem k tomu, že tato spolupráce je v plném souladu s Akčním programem Čs. spektroskopické společnosti při ČSAV na osmou pětiletku k zabezpečení závěrů XVII. sjezdu KSČ, vyzývá předsednictvo HV ČSSS jednotlivce i pracovní kolektivy, aby se podle potřeby do této spolupráce zapojili.

Návrh na spolupráci by měl obsahovat téma a očekávané výsledky, etapy a lhůty plnění, hlavní organizaci a zodpovědného pracovníka, formy spolupráce. Návrhy adresujte Komisi pro rozvoj spektroskopie v ČSSR, vedoucí Dr. J. Mráz, předseda Čs. spektroskopické společnosti, Praha 6, Kozlovská 1.

(Ing. K. Volka, CSc)

Příprava XIX. evropského kongresu molekulové spektroskopie (EUCMOS)

Konání EUCMOS má již pětatřicetiletou tradici, ale poprvé se tato významná akce dostává na půdu ČSSR, do Prahy, a to z iniciativy Čs. spektroskopické společnosti. XVIII. evropský kongres se bude konat v r. 1987 v Amsterdamu a pro pražský kongres je vyhrazen r. 1989.

EUCMOS je připravován mezinárodním výborem. Složení tohoto výboru se mění a za dobu od r. 1973, kdy se EUCMOS konal v Tallinu v SSSR, se změnili prakticky všichni jeho členové. Tento mezinárodní výbor se ve své činnosti řídí určitým volným organizačním řádem, který mj. říká následující: EUCMOS se koná zpravidla začátkem září, i když konání v červenci je též možné; při určení data je vhodné přihlížet k datu CSI; prezentace účastníků je zpravidla v neděli, zahájení kongresu v pondělí ráno, závěr v pátek v poledne; středa má být vyhrazena exkurzím; konferenční řeči je angličtina atd. Většina příspěvků prezentovaných při EUCMOS vychází ve speciálním čísle časopisu J. Molec. Structure.

Poslední dva kongresy byly uspořádány v Sofii a Madridu. V Sofii byl kongres organizován Národní spektroskopickou komisí při Bulharské akademii věd a Státní komisí pro vědu a technický pokrok a probíhal v Národním paláci kultury L. Živkovové.

V programu kongresu bylo 26 plenárních přednášek, 10 vyžádaných přednášek, 74 orálních prezentací původních prací a 406 posterů. Skutečnost dosáhla asi 80 % původně přihlášených prací a kongresu se zúčastnilo cca 440 účastníků z 36 zemí (z toho 6 z ČSSR). Hlavní část odborné agendy kongresu se soustředila do diskusí při výstavách posterů. V příspěvcích se projevil určitý odklon od výlučně teoretických orientací směrem k praktickým aplikacím a bezprostřednímu využití spektroskopických měření. Pořadatelům se podařilo pro plenární přednášky zajistit renomované odborníky; úvodní přednášku celého kongresu měl např. G. Herzberg.

Výstava firem vyrábějících spektroskopické zařízení byla dost chudá. Šlo v podstatě o firmy Bruker a Perkin-Elmer.

Posledního kongresu EUCMOS v Madridu se zúčastnilo cca 400 pracovníků z 39 zemí (z toho 2 z ČSSR). Odborná část byla rozčleněna do 12 plenárních přednášek (trvání 60 min.), asi 25 pozvaných přednášek (30 min.), asi 50 ústních sdělení (15 min.), prezentovaných paralelně ve 3 sekcích, a výstav asi 380 posterů. Postery tak tvořily cca 80 % odborné náplně kongresu.

Výstava firem byla v podstatě bohatší než v Sofii (13 výrobců).

Odborná náplň obou posledních EUCMOS byla velmi příbuzná a s určitými modifikacemi se promítá i do předpokládané náplně vědeckého programu kongresu, který budeme organizovat v Praze. Kongres by měl pokrývat všechny oblasti molekulové spektroskopie jak v teoretické, tak v experimentální a aplikační oblasti. Organizační výbor uvítá příspěvky k následujícím problémům:

1. Teorie včetně kvantově-mechanických výpočtů, obecné vztahy mezi spektrálními a molekulárními parametry.
2. Nové metody, přístroje, techniky, metodicky orientované spektrální studie.
3. Předmětově orientované spektrální studie, studium povrchů, mezifází, polymerů, polovodičových materiálů, biochemických a biologických objektů, atp.
4. Časově rozlišená spektroskopie, excitované stavy a "transients", molekulární dynamika a přenos energie.
5. Interpretace spektrálních dat, vztah struktury a spektra, elektronová struktura.
6. Sběr, zpracování a uchování spektrálních dat, databanky, diagnostika, banky spektrálních parametrů.
7. Nomenklatura, konvence.

Začátkem roku 1987 bude rozhodnuto o místě konání a na podkladě reálného odhadu počtu účastníků o výši vložného. V patřičném předstihu musí být též rozhodnuto o pozvaných řečnících. První cirkulář je plánován tak, aby jej bylo možno předložit již při EUCMOS v Amsterdamu.

Podle průběhu posledních dvou EUCMOS (situaci v Amsterdamu v r. 1987 je předem těžké odhadnout) se ukazuje, že hlavním těžištěm odborného programu se stávají postery. V časopise ESN (European Spectroscopy News č. 65 - duben/květen 1986) R. Spragg ve zprávě o průběhu kongresu v Madridu konstatuje, že posterové výstavy byly doslova přečpané (v kontrastu k prostorným přednáškovým sálům) a naznačovaly opět, že dny krátkých orálních sdělení jsou sečteny; víceméně též lituje, že kongresů EUCMOS se účastní velmi málo analytických spektroskopiků ačkoli by se tam mohli hodně dozvědět a měli též o čem přednášet.

Co se týče termínu pro pražský EUCMOS bude třeba zřejmě se neohlížet tolik na CSI, ale spíše na kolokvium o spektroskopii vysokého rozlišení, které by mohlo v případě časové kolize odčerpat významné množství potenciálních účastníků EUCMOS.

První měsíce roku 1987 budou znamenat pro organizátory pražského EUCMOS nutnost definitivně rozhodnout nastíněné otázky a zahájit plně práci na realizaci kongresu.

Ing. Jaromír Morávec, CSc

předseda
sekce molekulové spektroskopie
ČSSS

NAŠ ROZHOVOR ...

tentokrát s RNDr. Janem Mrázem nad padesátým číslem Bulletinu

Bull. : Padesátka, která je v záhlaví tohoto Bulletinu, vybízí k jakési malé meditaci, uvážíme-li že od prvního čísla Bulletinu ČSSS uplynulo již devatenáct let. Obracím se na Vás nejen jako na předsedu naší Společnosti, ale také na kolegu, který se právě v tomto roce již s jednou padesátkou čestně vyrovnal (viz Bull. 49/1986), a je členem hlavního výboru od ustavující schůze ČSSS, od níž uplynulo také již bezmála 20 let (29.9.1967). Co podle Vás znamená těch dvacet let ve spektroskopii ?

Dr. Mráz : To je otázka nad síly jediného člověka, tu by mělo zodpovědět celé kolegium odborníků. V uplynulých dvaceti letech spektroskopie prokázala své mimořádné vůdčí postavení v analytické chemii, takže dnes budete těžko hledat obor, resp. technologický proces, který by se obešel bez spektrální analýzy. A není to jen analytická chemie, kde se spektroskopie v posledních letech tak výrazným způsobem uplatnila. Domnívám se také, že právě poslední doba otevřela spektroskopii nové perspektivy, mj. např. využíváním laserů.

Bull. : To jistě, se spektroskopii se dnes setkáváme na každém kroku. Mimochodem, postěžoval si nedávno jeden kolega, že se v průběhu své hospitalizace seznámil s celou řadou spektroskopických metod, o nichž měl dosud jen mlhavou představu. A to vyvolává hned otázku : je podle Vašeho názoru význam spektroskopických metod dostatečně pojat do vzdělávacího systému středních odborných a vysokých škol ?

Dr. Mráz : Nejsem pedagog, ale z praxe mohu potvrdit, že absolventi středních i vysokých škol musí ve znalostech a zejména zkušenostech z využívání spektroskopických metod velmi mnoho dohánět. A nejde jen o přípravu odborníků, u kterých se využívání spektroskopických metod bezprostředně předpokládá. Myslím, že by určité znalosti - právě o praktickém využívání spektroskopických metod - měli získat i strojaři, elektrotechnici a další odborníci, zvláště ti, kteří mají vyloženě technologické zaměření.

Bull. : Podle zkušeností je u velmi vyspělých technologií značná část pracovních operací (mnohdy nad 50%) vlastně operacemi kontrolními - že se tu uplatňuje spektroskopie, je samozřejmé. Hovoříme-li o zlepšování kvality naší výroby, souvisí to i se zdokonalováním kontrolního a tudíž i analytického servisu. Není u nás ale tato práce poněkud podceňována ?

Dr. Mráz : Máte úplnou pravdu. Bez řádné kontroly - a spektroskopie nabízí obrovský počet kontrolních metod - není

možné zajistit potřebnou kvalitu výrobků. A že u nás v tomto směru není vše v nejlepším pořádku, svědčí přijetí souboru opatření předsednictvem ÚV KSČ a vládou ČSSR ke zvýšení kvality výroby. Jsem přesvědčen, že v této souvislosti dojde i k ocenění těch, kteří již léta usilují o prosazení a uplatnění spektroskopických metod. Vždyť jsou to metody vysoce produktivní a efektivní. Nehledě na to, že jde vlastně o naplňování závěrů XVII. sjezdu KSČ v naší výrobní praxi.

Bull. : A co potřebné instrumentální vybavení ?

Dr. Mráz : Samozřejmě, sami lidé na to nestačí. Ale zmíněný soubor opatření i sjezdový dokument Základní směry rozvoje národního hospodářství na to pamatují. Horší je, že jsme v tomto směru odkázáni převážně na dovoz zařízení z vyspělých kapitalistických států. Československá spektroskopická společnost při ČSAV v posledním období vyvíjí značnou iniciativu, aby právě tyto otázky byly na příslušné úrovni řešeny a aby se jimi zabývaly i určené orgány RVHP. Věřme, že další vývoj bude směřovat jenom k lepšímu.

Bull. : Choulostivou otázkou o přístrojovém vybavení jsem snad neměl ani vyslovit. Ale na druhé straně, není někdy přístrojové vybavení fetišismem, jemuž podléhají někteří kolegové ?

Dr. Mráz : To, co jste nazval přístrojovým fetišismem, je přístup u nás bohužel silně zakořeněný, který si nadále nemůžeme dovolit. Někteří pracovníci si myslí, že velikost jejich odbornosti je dána rozsahem a hodnotou přístrojového vybavení, které si pečlivě udržují a ošetřují, nicméně ale využívají jen pro své vlastní úkoly. Pak dochází k situacím, že na jedné straně pocítujeme nedostatek přístrojů a na druhé straně je řada přístrojů značně nevyužitých. Jsou to jistě složité problémy, ale musíme je ve vlastním zájmu rychle vyřešit. A ještě jednu poznámku. Ne vždy je bezpodmínečně nutný ten nejdražší přístroj nebo veškerá možná periférie. Spolehlivé výsledky získáme i na jednodušším vybavení, pokud si umíme pro daný účel vybrat správný přístroj. A to je důležité: nesdílet optimismus prospektové literatury, ale umět se orientovat v nabídkách a servisních možnostech jednotlivých výrobců. Právě zde může naše Společnost poskytnout cenné rady, např. zprostředkováním kontaktu zájemce o přístroj s jeho uživatelem.

Bull. : Když už jsme u činnosti naší Společnosti : Tak jako kulturní instituce vypisují soutěže pro mladé umělce, naše Společnost každoročně vypisuje Soutěž mladých spektroskopiků. V soutěži by měli právě mladší kolegové příležitost osvědčit mistrovské zvládnutí metodiky práce i využívání přístrojové techniky. Ale zájem o soutěž - a to přes atraktivní finanční dotaci - přece jen neodpovídá představám vyhlášovatele. Myslíte si, že to svědčí o menším zájmu mladších kolegů o publikování výsledků ?

Dr. Mráz : Tak jednoduché to zřejmě není. Spíše je otázkou, zda na našich pracovištích jsou takové podmínky, aby se

mladí pracovníci mohli zabývat řešením různých problémů na úrovni, která bude odpovídat kritériím soutěže. V žádném případě, a to i za cenu, že bude málo přihlášených, však nesmíme slevit z náročnosti soutěže. Spíše naopak, je nutné udržet její vysoký odborný standard. To byl také důvod, proč jsme v posledním ročníku neudělili první cenu.

Bull. : Vraťme se ale k Bulletinu: mám zde pro zajímavost jeho první číslo, kde je také příspěvek s Vaším spoluautorstvím. Když se nyní, s odstupem let, na příspěvek podíváte, zdá se Vám jeho obsah zajímavý nebo užitečný?

Dr.Mráz : Zajímavý ano, ale trochu jinak než v době, kdy byl psán. Užitečný již dnes nemůže být. Popisované řešení je samozřejmě již překonané - svědčí to o tom, že se náš obor stále vyvíjí.

Bull. : A zařazuje-li redakce našeho Bulletinu v poslední době monotematická čísla (např. o referenčních materiálech, z oboru spektroskopie pevného stavu, připravuje se číslo věnované hmotnostní spektrometrii) zdá se Vám to užitečné?

Dr.Mráz : Myšlenka je to dobrá. A podaří-li se monotematická čísla zvládnout redakčně a pochopitelně i obsahově tak, aby číslo bylo zajímavé nejen pro úzký okruh specialistů, ale pro širokou základnu všech spektroskopiků, pak to bude i užitečné. To je můj názor. Lepší by ovšem bylo, kdyby se vyjádřili všichni čtenáři, kterých není zrovna málo: těch přímých odběratelů je tuším na patnáct set a to jistě některá čísla cirkulují.

Bull. : Dovolím si položit závěrečnou obligátní otázku, co přejete Bulletinu do další padesátky?

Dr.Mráz : Na obligátní otázku by měla být obligátní odpověď, ale ušetřím si ji. V další padesátce by měl Bulletin přispívat k urychlenému využívání nejnovějších vědeckotechnických poznatků z oboru spektroskopie v laboratorní i průmyslové praxi. Snad nebude neskromné, řeknu-li, že by měl i zasáhnout do problematiky mezinárodní kooperace a integrace v rámci zemí RVHP. Vždyť se spolupodílíme na realizaci Programu vědeckotechnického pokroku členských zemí RVHP do roku 2000 a mezinárodní spolupráce znásobuje síly využitelné pro budování vyspělé socialistické společnosti. A i v tomto směru se může Bulletin stát významným pomocníkem.

Bull. : Děkuji Vám za rozhovor.

(Za redakci Bulletinu kladl otázku Dr.Fara)

SEKCE OPTICKÉ ATOMOVÉ SPEKTROSKOPIE

OS automatické spektrometrie v hutnictví

ve spolupráci s DT ČSVTS v Ostravě uspořádala ve dnech 1. - 5.9.1986 kurz "Automatická spektrometrie pro začátečníky". Kurz obsahoval 6 čtyřhodinových přednášek a 2 čtyřhodinová praktická cvičení v oboru optické emisní a rentgenové spektrometrie. Jak přednášky, tak i praktická cvičení byla vedena špičkovými čs.odborníky v oboru spektrometrie a měla dobrou odbornou úroveň a náplň. Akce byla dokonale zajištěna ze strany DT ČSVTS Ostrava.

Bylo doporučeno uspořádat akci stejného zaměření již v roce 1987, protože uživatelů spektrometrů přibývá, v příštím kurzu doplnit přednášky o přípravu vzorků k analýze.

OS absorpční a plamenové spektroskopie

Pracovní seminár o spektrometrii s ICP sa konal v Richňave pri B.Štiavnici 13. - 15.10.1986 a bol určený predovšetkým pre pracovníkov, ktorí vlastní prístroj s ICP. Cieľom tohoto odborného podujatia bola vzájomná informácia o prístrojovom vybavení v ČSSR a spôsoboch využitia tejto techniky v rôznych oblastiach spoločenskej praxe. Program bol zostavený z diskusií príspevkov k nasledovným vopred určeným témam :

1. Základné charakteristiky prístrojov (hardware a software)
2. Zistené rozdielne údaje medzi firmou uvádzanými vlastnosťami a skutočne dosiahnutými parametrami
3. Zabezpečenie plynulého chodu prevádzky laboratória
4. Odborná literatúra
5. Príprava kalibračných štandardov, spôsob kalibrácie
6. Vplyv 3 zložiek
7. Dosiahnuté výsledky

Organizovaná všeobecná diskusia umožnila výmenu skúseností pracovníkov vlastniacich rôzne typy spektrometrov ICP, porovnania parametrov prístrojov a ich konštrukčných výhod, resp. nedostatkov.

Pracovníci, ktorí analyzujú rôzne typy materiálov, informovali o spôsoboch prípravy vzorky k analýze, postupoch kalibrácie a predniesli stručné prehľady dosiahnutých výsledkov.

Bol podaný prehľad rôznych systémov pre generáciu a transport aerosolu do plazmy z kvapalných vzoriek, ako aj podrobná informácia o súčasných smeroch rozvoja ICP - OES priamej analýzy pevných vzoriek.

V záverečnom hodnotení pracovného seminára účastníci vyjadrili spokojnosť so zvoleným spôsobom realizovania programu, vyzdvihli jeho celkový prínos a doporučili častejšie organizovanie takto zameraných podujatí.

Ďalej uvádzame resumé niektorých prednesených príspevkov.

Jana Kubová, Vladimír Streško, Univerzita Komenského, Geologický ústav, Bratislava : Vplyv "tretích" zložiek pri analýze minerálnych vôd metódou ICP a AAS

Autori vo svojej práci sledovali vplyv prídavkov prvkov tvoriacich základné zloženie minerálnych vôd na parametre analytických kalibračných kriviek, hodnoty medze dôkazu, presnosť a správnosť stanovenia niektorých sledovaných prvkov.

Údaje boli sledované pre Cu, Mn a Sr v koncentračnom rozmedzí od 0,01 µg/ml do 100 µg/ml, s jednotlivými prídavkami

Na- 1000 µg/ml, Ca- 500 µg/ml, Mg- 100 µg/ml a K- 100 µg/ml

ako aj prídavkov zmesi týchto prvkov v uvedených koncentráciách.

Prípravené roztoky čistých prvkov, resp. s uvedenými prídavkami sa analyzovali metódou AAS na prístroji Perkin-Elmer model 380 a metódou s ICP na Plasmakone S- 35 fy Kontron v oboch prípadoch pri rovnakom integračnom čase.

Zistilo sa :

- analytické kalibračné krivky zostrojené z hodnôt získaných z čistých vodných roztokov Cu, Mn a Sr resp. s prídavkami Na, Ca, Mg a K v uvedených koncentráciách nevykazovali signifikantné rozdiely ako pri AAS tak ani pri ICP
- na rozdiel od literárnych údajov zo sledovania závislosti presnosti merania od koncentrácie vyplýva, že prídavkami prvkov (Ca, Mg, K a Na) resp. ich zmesi sa hodnoty sledovaných prvkov prakticky nemenili
- závislosť presnosti merania počítaná z údajov dlhodobej relat. štandardnej odchylky, resp. krátkodobej relatívnej štandardnej odchylky od koncentrácie je rozdielna pri metode s ICP. Rozdiely zrejme vyplývajú zo zisteného sinusoidálneho priebehu časovej závislosti signálu získaného meraním určitej koncentrácie prvku.
- relatívna chyba správnosti pri sledovanom koncentračnom rozmedzí sa pri metode AAS postupne systematicky znižuje, kým pri metode ICP bolo pozorované, že prídavky prvkov resp. ich zmesi pri vyšších koncentráciách sledovaných prvkov spôsobujú, že relatívna chyba správnosti sa posúva do záporných hodnôt.

V súčasnej dobe autori sledujú uvedené závislosti pre ďalšie prvky.

Eduard Plško, Univerzita Komenského, Geologický ústav, Bratislava : Možnosti vnášania pevných vzoriek do indukčne viazanej plazmy

V úvodnej časti referátu sa podal prehľad vývoja postupov umožňujúcich spektrochemickú analýzu pevných vzoriek s využitím budenia ich optických emisných spektier budených v indukčne viazanej plazme. S uvedením príslušných odkazov na najnovšiu literatúru sa hodnotila výkonnosť priameho vdúvania fluídizovaných práškových materiálov do ICP, ich laserového a elektrotermického vyparovania z kovových i grafitových atómizátorov, ako aj ich priameho vyparovania z krátera pomocnej elektródy zasunutej do plazmy zosponu alebo zo strany. Hodnotil sa význam termochemických reakcií na zlepšenie vyparovania a dosiahnuteľnú dôkazuschopnosť.

V ďalšej časti referátu sa podrobne opísala technika zasúvania vzoriek do plazmy komerčne vyrábaná firmou Kontron a dodaná ku spektrometru Plasmakon S-35. Sledoval sa vplyv zakrytia elektródy, ako aj podmienky jej zasúvania do plazmy, na časový priebeh signálu s ohľadom na stanovenie medi a zinku.

Záverom sa hodnotili prednosti opísaných techník vyplývajúce z možnosti analyzovania veľmi malých vzoriek, pričom sa dosahuje dobrá dôkazuschopnosť, keďže ich nie je potrebné prevedením do roztoku riediť, čím navyše odpadá nebezpečie kontaminácie. Z nedostatkov sa diskutoval najmä vplyv nehomogenity vzoriek a vplyvy vedúce ku zníženiu reprodukovateľnosti výsledkov.

Čestmír Šedivý, Arnošt Vidmar, Výzkumný ústav kovů, Panenské Břežany : Analýza hliníku simultánní ICP metódou

V príspevku byla popsána metoda umožňující stanovit Cu, Ti, Mg a Mn (0,002 - 0,1%), Fe a Si (0,01 - 0,5%) súčasne z jednoho roztoku. Pro stanovení byl použit simultánní spektrometr Philips PV 8065/30. Použité vlnové délky : Fe 239,56 nm; Mg 285,21 nm; Si 288,16 nm; Mn 293,31 nm; Cu 324,75 nm; Ti 337,27 nm.

Podmínky ICP : výkon plazmy 1,3 kW, průtoky Ar - vnější plazmový 15 l/min; vnitřní plazmový 0,9 l/min; nosný 1,2 l/min; dávkování roztoku peristaltickou pumpou 2,5 ml/min; výška zóny 15 mm, integrační čas 20 sec.

Vzorek se rozpustí v konc.kyselině fosforečné a kyselině dusičné za mírného zahřívání. Kalibrace spektrometru se provede syntetickými roztoky obsahujícími 0,5g Al (5N), Cu, Ti, Mg a Mn 0,01 - 0,5mg a Fe, Si 0,05 - 2,5mg v 500 ml roztoku.

Při analýze hliníku 99,5 a 99,9 bylo dosaženo shodných výsledků s metódou AAS pro Fe, Mg, Mn a Cu a metódou fotometrickou pro Si a Ti. Variační koeficienty stanovení jednotlivých prvků vypočtené z 10 hodnot a hodnoty B.E.C. jsou :

	obsah %	koef. var. %	B.E.C. ppm
Fe	0,04	0,9	0,4
Mg	0,008	0,65	0,1
Si	0,043	2,90	1,1
Mn	0,009	1,2	0,15
Cu	0,012	0,42	0,07
Ti	0,008	1,80	0,07

Jiří Toman, Viktor Kanický, Geologický průzkum Ostrava, závod Brno : Praktické zkušenosti z provozu spektrometru Philips PV 8210/PV 8280 s ICP zdrojem PV 8490

V úvodu byl podán přehled základních vlastností spektrometrického uspořádání s možností využití manuálně nastavitelného volného analytického kanálu a zvláštnosti 50 MHz zdroje ICAP. Stručně byly shrnuty úpravy použité ke zvýšení teplotní stability spektrometrického systému a potlačení rozptylu světla, jak v sekundární optice fotoelektrické kamery, tak rozptylu záření Ca v primární optice (primární zrcadlo, mřížka) pomocí interferenčního filtru ARC BRF-395. Dále byly uvedeny úpravy budícího zdroje k dosažení vyšší stability měření a způsoby jejího monitorování v průběhu měření (pomocí modelových vzorků a seriové korelace dat). Stručně byly uvedeny úpravy korekčního postupu na spektrální interference Mg (příp. Ca) závislé nelineárně na koncentraci interferentu a přehled aplikací ICP OES pro analýzu karbonátových a silikátových hornin na základní složky, vzorků z prospekce polymetalických rud Pb, Zn, Cu, včetně stanovení stopových obsahů Cd a Ag, analýzy přírodních vod, stanovení prvků vzácných zemin v koncentrátech a mezioduktech jejich dalšího zpracování a možnosti použití hydridové techniky pro simultánní stanovení As, Sb a Bi pomocí kontinuálního generátoru plyných hydridů pro AAS a ICP-OES vlastní konstrukce.

V přehledu byly uvedeny možnosti a omezení analýz vzorků v organických rozpouštědlech a první zkušenosti s použitím ICP výbojů v Ar za přídatku diatomických plynů (O_2).

Pro uvedené a další perspektivní aplikace byl diskutován i vliv úprav plazmových hlavic, zmlžovacích a transportních systémů s koncentrickými, pravouhlými a Babingtonovými zmlžovacími, některé jejich vlastnosti a omezení, zvláště u méně obvyklých vzorků s vysokými obsahy málo rozpustných složek, příp. vliv tensidů.

V části věnované přípravě vzorků pro analýzu byly uvedeny vlivy některých složek použitých tavidel, koncentrace a typu kyselin, metodika jejich studia a možnosti použití porovnávacího prvku.

Z praktického hlediska zajišťování provozu laboratoře byly uvedeny vlivy stabilizace použitého systému v průběhu seriových analýz stovek vzorků a vliv nečistot (zvl. N_2) v používaném Ar na stabilitu a další analytické vlastnosti výboje.

SEKCE MOLEKULOVÉ SPEKTROSKOPIE

05 spektroskopie pevného stavu

uspořádala svoji 30. pracovní schůzi na téma "Využití synchrotronového záření ve spektroskopii" dne 11.11.1986 ve Fyzikálním ústavu ČSAV v Praze 6.

Úvodem schůze prof. L. Štourač přivítal a představil Dr. V. V. Michailina, profesora Moskevské státní univerzity V. M. Lomonosova, který pak přednášel na téma: Spektroskopie se synchrotronovým zářením.

První částí přednášky byl zasvěcený přehled stávajících a budovaných zdrojů synchrotronového záření ve světě se zvláštním zřetelem k nejnovější generaci těchto zdrojů, využívajících wigglerů (zařízení, uskutečňující pomocí speciálních magnetů spektrální posuv ke kratším vlnovým délkám) a undulátorů (k získání kruhově polarizovaného kvazimonochromatického záření).

Druhá část přednášky se týkala akumulčního prstence "Sibiř 1", který je jako první mezi zdroji synchrotronového záření v SSSR specializován pro spektroskopické účely a některé aplikace. Prsteneček byl dán do provozu koncem roku 1983 v Kurčatovově Ústavu atomové energie v Moskvě.

Třetí část přednášky se týkala vlastních výsledků profesora Michailina, získaných na zdroji "Sibiř 1". Vesměs se jednalo o výsledky studia luminiscenčních procesů v pevných látkách.

Organizace schůze a přednášky se ujala Ing. L. Pajasová.

SEKCE SPECIÁLNÍCH SPEKTROSKOPICKÝCH METOD

OS lokální elektronové mikroanalýzy

pořádala ve dnech 20. - 26.9.1986 v Poljance seminář o EMA a REM, jehož se zúčastnilo 86 odborníků, včetně zahraničních přednášejících.

Seminář byl určen všem pracovníkům, kteří mají zájem neustále zlepšovat kvantitativní rtg.mikroanalýzu, především v oblasti lehkých a velmi lehkých prvků a nespolehat pouze na komerčně dodaný software. Zvláštní pozornost byla věnována přípravě a kvantitativní mikroanalýze biologických preparátů. Přítomnost Dr. Roomanse z University ve Stockholmu, předního odborníka na tyto materiály, byla velikou šancí pro naše lékaře a biology používající tuto metodu.

Ukázkami aplikace rtg.mikroanalýzy v oboru výzkumu imunitního systému, rakoviny a implantátů všechny účastníky nadchli kolegové z NDR.

Značná pozornost byla též věnována kvantitativní rtg.mikroanalýze tenkých vrstev.

Seminář řídil vedoucí OS Ing.V.Hulínský, CSc

Pro informaci uvádíme přehled přednesených příspěvků, které jsou otištěny ve zvláštním sborníku.

V.D.Scott, School of Materials Science, University of Bath, (UK) : Correction Procedures for Quantitative EPMA, including the Light Elements

Jiří Hovorka, Státní výzkumný ústav materiálu, Praha: Mapovací programy automatického elektronového mikroanalýzátoru Camebax-mikro

M. Wendt, Physikalisch-Technisches Institut der AdW der DDR, Jena: Energy Dispersive X-ray Spectrometry in the Analytical Electron Microscope

Josef Matoušek, Václav Hulínský, VŠCHT Praha, Karel Jurek, Fyzikální ústav ČSAV, Praha : Kvantitativní analýza vybraných silikátových systémů - projekt IUPAC CSG-7

Jaroslav Pitter, Vladimír Buzek, Státní výzkumný ústav ochrany materiálu G.V.Akimova, Praha : Zpřesněná bez-standardová semikvantitativní analýza na EDS mikroanalýzátoru

Radim Rybka, Ústřední ústav geologický, Praha : Některé problémy při mikroanalýze inkluzí v rudních materiálech

Ludwig Küchler, Technische Hochschule Karl-Marx-Stadt (NDR) : The Quantitative electron Probe X-ray Microanalysis (EPXMA) of thin Layers on Substrates

Karel Jurek, Fyzikální ústav ČSAV, Praha : Kvantitativní analýza Al ve vrstvách $Al_xGa_{1-x}As$

Vladimír Buzek, Jaroslav Pitter, Státní výzkumný ústav ochrany materiálu G.V.Akimova, Praha : Měření tloušťek tenkých vrstev rtg.mikroanalýzátoem

Vladimír Starý, Mikrobiologický ústav ČSAV, Praha, V. Malát, Matematicko-fyzikální fakulta UK, Praha : Určení detekčního limitu polokvantitativní analýzy W v tenkých vrstvách Au

Václav Pilous, VSSE KMM, Plzeň, Hana Melicharová, Jan Musil, ÚTAM ČSAV, Plzeň : Využití kvantitativní obrazové analýzy při hodnocení tenkých vrstev

Karel Jurek, Jarmila Šimšová, Dagmar Zemanová, Fyzikální ústav ČSAV, Praha, Milena Kozumplíková, Ústav geologie a geotechniky ČSAV, Praha : Možnosti kvantitativního stanovení malých koncentrací vizmutu a olova ve vrstvách magnetických granátů metodou WDS a EDS

Godfried M. Roomans, University of Stockholm, Department of Ultrastructure Research, Stockholm (S) : Quantitative X-ray Microanalysis of Biological Specimens

Godfried M. Roomans, University of Stockholm, Department of Ultrastructure Research, Stockholm (S) : Preparation of Biological Specimens for X-ray Microanalysis

K. Augsten, Central Institut of Microbiology and Experimental Therapy Academy of Sciences of the G.D.R., Jena: Application of SEM and X-ray Microanalysis to Biology and Medicine

T. Peschke, Central Institute of Microbiology and Experimental Therapy Academy of Sciences of the G.D.R., Jena: X-ray Microanalysis of Gold-labelled Receptors on Macrophages

Svatopluk Civiš, Ústav nerostných surovin, Kutná Hora: Digitalizace obrazu u energiově disperzního analyzátoru firmy LINK SYSTEMS a její využití při studiu chemického složení povrchu materiálu

Jarmila Kratochvílová, VÚHŽ Dobrá, pobočka Karlštejn : Chemická nehomogenita austenitických ocelí

Anton Mužík, Miroslav Bobák, ZVL k.p. Kysucké Nové Mesto : Hodnotenie a mikroanalýza vtrúsenín v ložiskovom materiáli ČSN 41 4109 a ČSN 41 4209

Olga Bubeníková, Výzkumný ústav ČKD, Praha : Frakto-
grafická analýza rozlomených vačkových hřídelů řady 230

Blahoslav Kolman, Ústav geologie a geotechniky ČSAV, Praha : Kontaminace hornin homogenisovaných pro rentgenovou mikroanalýzu molybdenu

Luděk Frank, Petr Vašina, Jan Dupák, Pavel Binko, Ústav přístrojové techniky ČSAV, Brno : Projekt rtg.mikroanalýzátoru pro československé elektronové mikroskopy

K. Csach, J.Miškuf, Ústav experimentálnej fyziky SAV, Košice, S. Kalina, J. Luščík, J. Briančin, Ústav experimentálnej metalurgie SAV, Košice : Zdokonalenie vybavenia riadkovacieho mikroskopu Tesla BS 300 pre aplikáciu režimov práce mikroanalýzátoru EDAX 9100/60

Miloš Novák, Vojenský ústav hygieny, epidemiologie a mikrobiologie, Praha, Josef Urban, Zdeněk Pelzbauer, Ústav makromolekulární chemie ČSAV, Praha : Některá přístrojová vylepšení na pracovišti analytického elektronového mikroskopu

Miloš Novák, VÚHEM Praha, Zdeněk Pelzbauer, ÚMCH ČSAV, Praha, Pavel Chýle, Výzkumný ústav potravinářského průmyslu, Praha : Lanthan-hexaboridová (LaB₆) katoda v elektronové mikroskopii

Běla Stárková, Jaromír Blažek, Výzkumný ústav vzduchotechniky, Praha : Zkušenosti s REM Tesla BS 300

Miloš Novák, VÚHEM Praha, Zdeněk Pelzbauer, ÚMCH ČSAV, Praha : Bezpečnost práce v laboratořích elektronové spektroskopie

OS hmotnostní spektrometrie

uspořádala dne 27.10.1986 v Ústavu makromolekulární chemie ČSAV v Praze schůzi na téma Moderní metody organické hmotnostní spektrometrie, které se zúčastnilo 26 odborníků.

Na schůzi, kterou řídil vedoucí OS Dr.M.Ryska, CSc, byly předneseny přednášky (z nichž ke dvěma přinášíme dále resumé):

Prof.G.Dube, Institut für Physikalische Chemie AdW DDR, Berlin: "Substance-Solvent-Interaction in Fast Atom Bombardment Mass Spectrometry"

Dr.D.Carter, The School of Pharmacy, University of London : "Modern Aspects of Mass Spectrometry"

Dr.K.Ubik, CSc, Ústav organické chemie a biochemie ČSAV, Praha: "Stanovení struktury látek izolovaných v submikrogramových množstvích z rostlin a hmyzu"

Dr.F.Tureček, CSc, Ústav fyzikální chemie a elektrochemie J.H. ČSAV, Praha : "Zajímavosti ze setkání členů Finské skupiny hmotnostní spektrometrie"

D.M.Carter, The School of Pharmacy, University of London, Londýn : Modern Aspects of Mass Spectrometry

The lecture was in three parts :

- 1) A description of the mass spectrometry instrumentation available from VG Analytical Ltd was given for the analysis of compounds up to 15000 amu. The ZAB SE at The London School of Pharmacy was described in detail with examples of high mass samples run using the Fast Atom Bombardment (FAB) technique.
- 2) Details were given of the VG thermospray interface and source and examples of spectra were discussed from samples previously only amenable to the FAB technique.
- 3) The problems associated with buying and modernising used mass spectrometers were presented. Full details were given of a replacement console display system for the MS9 range of instruments.

G.Dube, Central Institute of Physical Chemistry Academy of Sciences of the G.D.R., Berlin : Substance-Solvent-Interaction in Fast Atom Bombardment Mass Spectrometry

The behaviour of organic chemical substances under fast atom bombardment conditions strongly depends on their chemical nature. Usually fab spectra of polar chemical compounds exhibit intensive (M+H)⁺ - and (M-H)⁻ - peaks respectively. The reason of the ion formation is a molecular interaction between the substance molecule and the matrix molecules. Nonpolar chemical compounds cannot carry out molecular interactions. Therefore their fab spectra are similar to the electron impact spectra. The fab mass spectra of salts exhibit peaks at the mass number of the cation and anion respectively. In this case a molecular interaction occurs too, but it don't lead to a hydrogen transfer or abstraction. The molecular interaction also determines the ionization efficiency under fab conditions. A strong molecular interaction leads to a low ionization efficiency and vice versa.

OS hmotnostní spektrometrie dále uspořádala ve dnech 24. - 28.11.1986 ve školícím a rekreačním středisku "Dlouhý" k.p. Elektro-Praga Hlinsko

Školu hmotnostní spektrometrie pro začátečníky a mírně pokročilé, již se zúčastnilo celkem 70 posluchačů. Úkolem školy bylo podat zájemcům základní znalosti a představy v oboru organické hmotnostní spektrometrie prostřednictvím 17 přednášek předních odborníků. Přednášky byly rozděleny do dopoledních a odpoledních cyklů, každá přednáška trvala 2 hodiny. Zájem posluchačů byl značný, i když program byl rozsáhlý a nebývale náročný. Posluchači byli nuceni věnovat programu přednášek 8 až 10 hodin denně. Odborné diskuse následovaly mnohdy dlouho do noci.

Škola rovněž posloužila ke vzájemnému seznámení mladých začínajících odborníků, pomohla jim orientovat se nejen v oboru, ale i při nákupu přístrojů. Velmi prospěšná byla účast s.J.Antoše, vedoucího nákupu hmotnostních spektrometrů PZO KOVO. S.Antoš projevil zájem o spolupráci mezi technickým oddělením PZO KOVO a přístrojovou komisí ČSSS při technickém posuzování nákupu přístrojů.

Školu řídil vedoucí OS RNDr.M.Ryska, CSc

KOMISE

Komise pro standardy a referenční materiály

uspořádala ve dnech 29.9. - 3.10.1986 v Teplicích nad Metují seminář "Použití referenčních materiálů ve spektrochemické analýze", kterého se zúčastnilo celkem 45 zájemců.

25 přednesených referátů svědčí o aktuálnosti referenčních materiálů (RM) a jejich použití v různých spektroskopických metodách. Organizace semináře dávala dost prostoru jak přednášejícím, tak i diskutujícím. Účelné bylo i uspořádání panelové diskuse, kde se účastníci dověděli řadu užitečných informací o tom, jak RM objednávat, získávat z dovozu i o plánech na vývoj a atestaci dalších RM u nás a v RVHP. Situace s dostupností RM u nás se jeví jako uspokojivá v oblasti geologie a hutní analytiky, horší je situace v oblasti znečišťování životního prostředí a především při stanovení stop prvků v biologických materiálech, kde není v ČSSR dostupný prakticky žádný atestovaný RM.

V závěrečném hodnocení semináře projevili účastníci zájem o to, aby bylo plně znění některých vybraných referátů otištěno ve zvláštním čísle Bulletinu ČSSS, ostatní referáty pak ve formě abstraktů. Z diskusí vyplynula nutnost urychlených opatření pro zlepšení situace s dostupností RM u nás (zejména biologických), komise RM by měla na tuto situaci upozornit ÚNM Praha a ČSMÚ Bratislava, které by se měly o RM starat z titulu svých funkcí. Přesto se zdá, že ČSMÚ Bratislava věnuje otázkám RM větší pozornost než tomu bývalo dříve, ale intenzivnější činnost ČSMÚ by mohla situaci značně zlepšit.

Vedoucím OS Čs. spektroskopické společnosti lze doporučit, aby otázkám RM věnovali při seminářích a konferencích odborných skupin náležitou pozornost, neboť správné použití RM může značně přispět ke zlepšení jakosti analytických výsledků.

Seminář řídil předseda Komise RM Ing.I.Obrusník, CSc.

REFERÁT

Pavel Fiedler, Ústav organické chemie a biochemie ČSAV, Praha, Karel Volka, Vysoká škola chemicko-technologická, Praha : Některé současné komerční infračervené spektrometry

Předkládaný rozbor je založen na firemních materiálech, které byly k hodnocení předloženy referátem 263 PZO Merkuria z nabídky na počátku roku 1985 doplněné o technické údaje některých přístrojů novějších. Pozornost byla věnována především přístrojům střední cenové kategorie.

Disperzní infračervené spektrometry

Jednotlivé varianty přístrojů vyráběných pro tři různé spektrální rozsahy firmami Perkin-Elmer, Pye Unicam a Carl Zeiss jsou shrnuty v tab. I, porovnání některých jejich parametrů pro varianty s největším spektrálním rozsahem v tab. II a III.

Mezi optickými parametry špičkových přístrojů nejsou podstatné rozdíly (tab. II). Všechny přístroje pracují s tzv. poměrovým záznamem, který dovoluje podstatně zlepšit fotometrickou přesnost přístroje především v oblasti nízkých propustností v porovnání s přístroji, které pracují s tzv. optickou nulou. Pro jednotlivé přístroje lze vytypovat relativní přednosti a nedostatky. Tak např. : přístroj 983G vykazuje extrémní reprodukovatelnost vlnočtů, má široké možnosti expanze v obou osách, nejširší spektrální rozsah, naproti tomu má nejhorší fotometrickou reprodukovatelnost. Pro PU9522 je inzerován nejnižší podíl rozptýleného světla, nejlepší fotometrická reprodukovatelnost, použití pyroelektrického detektoru dovoluje změření spektra za 1 min (pro 983G za 2,5 min). M80 by měl mít nejlepší správnost vlnočtovou, největší počet voleb rychlostí registrace i velmi dobré maximální rozlišení, má však nejomezenější možnost expanze transmittanční stupnice, nejmenší maximální rychlost registrace.

Zásadnější rozdíly lze nalézt v koncepci ovládání přístrojů a možnosti manipulace s daty. Přístroj 983G vyniká použitím obrazovky pro zobrazení parametrů měření, spektra i spektrálních dat. S použitím kurzoru lze nalézt hodnoty sou-

řadnic v libovolné pozici spektra. Tuto možnost získává PU9522 teprve ve spojení s datastanicí, pro M80 není datastanice zatím inzerována (typ vybavený obrazovkou má být vystavován na podzim 1986). Zobrazení parametrů měření je u obou posledních přístrojů možné pouze na displeji. Další přednost 983G - použití kombinované tiskárny/zapisovače - není již tak zcela jednoznačná především k použitému tepelně citlivému papíru, který je poměrně nestabilní (citlivost k rozpouštědlům, tmavnutí) a drahý (jedna role tohoto citlivého papíru stojí 308 Kčs, zatímco obyčejný papír pro 78X pouze 44 Kčs - přepočít viz tab. VI). Přístroje M80 a PU9522 mají tiskárnu, která umožňuje výpis parametrů i spektrálních dat a je tedy možná přenosná lokalizace jednotlivých absorpčních pásů bez nutnosti grafického odečtu. Přístroje M80 a PU9522 jsou pro snadnou manipulaci obsluhy vybaveny možností uložit parametry měření do vnitřní paměti přístroje (oba přístroje), příp. je vkládat na magnetických kartách (M80).

Pro manipulaci se spektry jsou připraveny přístroje 983G a M80 s možností uložit do paměti dvě kompletní spektra a provádět jejich difference, adice, akumulace, atd. (PU9522 má pouze omezené možnosti, pro odečtení dvou spekter lze použít paměti rezervované pro korekci pozadí, 280 bodů). Kvantitativní verze PU9522 má možnost vyhodnocení ploch pásů stejně jako 983G, na M80 je možnost kvantitativních vyhodnocení a dalších operací možná po připojení programové kazety, která není ve standardním vybavení. M80 je naproti tomu připraven pro registraci časových a tepelných změn propustnosti (absorbance). V tomto ohledu je přístroj zcela výjimečný, protože je připraven pro komunikaci s přídatným zařízením TSE 2, pomocí kterého lze nejen udržovat konstantní teplotu současně v měrné a srovnávací kytvě (nemusejí být totožné), ale také studovat spektrální změny při teplotním gradientu. Prodávány jsou kytve pro práci v rozsahu -190 až $+100^{\circ}\text{C}$, $20-100^{\circ}\text{C}$ a $20-250^{\circ}\text{C}$. Všechny přístroje mohou být vybaveny interfejsy RS232C pro připojení k počítači, u M80 jsou nabízeny i další varianty IEC-Bus nebo Si 1.2, v žádném případě však nejde o součást standardního vybavení.

V porovnání chybí přístroje firmy Beckman, která v roce 1983 nabízela přístroje Microlab 600 a 620 MX pro rozsah $4000-600\text{ cm}^{-1}$ a Microlab 250MX a 252MX pro rozsah $4000-250\text{ cm}^{-1}$. Z dostupného firemního prospektu nebyly zřejmé optické parametry přístrojů, avšak zdají se velmi zajímavé z hlediska možnosti výpočetní techniky, která je v přístroji zabudována. Přístroj je vybaven mikropočítačem (Intel 8080A, 32K ROM, 4K RAM), 40 místnou tiskárnou a přístroje s vyšším typovým číslem programovými moduly pro manipulaci se spektry, identifikaci a analýzu vícesložkových směsí. Přístroje jsou vybaveny pouze displejem (7 místný LED), typy 620CMX a 252CMX zahrnují jednotku s obrazovkou a klávesnicí.

Některé parametry rutinních spektrometrů jsou shrnuty v tab. III. Přístroje firmy Pye Unicam SP3-300 a Perkin-Elmer 783 jsou srovnatelné v mnoha parametrech, pokud je přístroj SP3-300 uvažován s dataprocesorem SP3-050. Přístroj SP3-300 ve verzi S je vybaven systémem SPECTRASET pro jednoduché ovládání s automatickým nastavením optimálních podmínek měření,

tato výhoda je však ilusorní vzhledem k možnosti uložit potřebné parametry měření do paměti přístroje pro případné další využití (např. neškolenou obsluhou), která je inzerována pro přístroje obou firem. Oba výrobci uvádějí automatickou synchronizaci předtištěného registračního papíru s polohou monochromátoru, bez praktických zkušeností nelze označit lepší systém. Typ 783 má velmi užitečné tlačítko Goto pro nastavení přesného vlnočtu s přesností $0,1 \text{ cm}^{-1}$.

V roce 1985 uvedla firma Perkin-Elmer na trh typovou řadu 800, která je zajímavá nejen slušným rozlišením u 1000 cm^{-1} (max.

$1,2 \text{ cm}^{-1}$), ale především možnostmi manipulace se spektrálními daty, která je možno uložit ve třech pamětech (celý rozsah

spektra s krokem 1 cm^{-1}) a jedné paměti diferenční. Standardní softwarové vybavení obsahuje funkce SMOOTH (hlazení), FLAT (vyrovnaní základní linie), ABEX (automatická nebo manuální expanze spektra), výška a plocha píku, lokalizace absorpčního maxima, uložení bodů kalibrační přímky (až 50 standardů), uložení až 10ti setů parametrů měření atd. Také interfejs RS232C je standardním vybavením. Jedná se tedy o výhody, které přístroje této cenové kategorie získávaly teprve spojením s datastanicí, zatím však nebylo možno posoudit cenu tohoto přístroje.

FTIR spektrometry

Paleta FTIR spektrometrů je podstatně širší než spektrometrů disperzních (tab. IV), i když konstrukční rozdíly v optické části přístrojů nejsou zdaleka tak pestré. Většina přístrojů používá jako zdroje záření pro střední oblast globaru, jako děliče paprsků Ge na KBr(CsI) a pyroelektrického detektoru (TGS, DTGS). Běžné je uložení pohyblivého zrcadla na vzduchovém loži (výjimkou jsou levnější přístroje, např. 1710), i když systémy používané jednotlivými výrobci by si zasloužily hlubší rozbor z hlediska dosahované stability. Přístroje jsou konstruovány jako jednopaprskové s možností využití několika kanálů pro umístění vzorku, příp. pro externí vyvedení paprsku do měřících zařízení mimo přístroj (chromatograf, mikroskop, atp.). Podobně jako přístroje disperzní je interferometr nutno proplachovat sušeným vzduchem, příp. ho evakuovat (pro řadu 100 firmy Bruker je dnes výrobcem preferována evakuace, což dovoluje lepší využití energie zdroje v oblastech absorpce vzdušné vlhkosti).

Výjimečnou konstrukci má přístroj Perkin-Elmer 1800, který je konstruován jako "real-time double beam system". Podobně jako u disperzních přístrojů je paprsek záření přiváděn střídavě na vzorek a srovnávací vzorek. Jeden cyklus zahrnuje např. sejmutí interferogramu vzorku, dvou interferogramů srovnávacího vzorku a opět interferogramu vzorku. Po zpracování je na obrazovce zobrazen poměr obou spekter. Cyklus lze obměňovat podle potřeby. Tento konstrukční přístup je zatím ojedinělý a jeho nesporná výhoda spočívá v možnosti dokonale eliminovat vliv vodní páry resp. CO_2 i případné nestability přístroje v závislosti na čase, jde však o to, zda komplikovanost přístroje a pohyblivá zrcadla přepínající svazek paprsků nebudou zdrojem poruch přístroje (předností interferometrů proti

přístrojům disperzním je právě mechanická jednoduchost). Přístroj může pracovat také jako jednopaprskový.

Předností FTIR spektrometrů je značná rozlišovací schopnost, kterou lze u některých přístrojů zvyšovat při rozšiřování vybavení přístroje (zvýšení rozlišení 2 cm^{-1} na 1 cm^{-1} u přístroje Perkin-Elmer 1710 lze získat za částku 41 tis. Kčs, z $0,25$ na $0,1 \text{ cm}^{-1}$ u IFS 88 za 47 tis. Kčs). Zvýšení rozlišení souvisí s kvalitnějším mechanickým opracováním uložení pohyblivého zrcadla. Pro rozhodování o typu přístroje bude proto důležitější požadovaný spektrální rozsah, jehož rozšíření ze standardní sestavy je podstatně nákladnější a pod 200 cm^{-1} nebo nad $4000\text{--}5000 \text{ cm}^{-1}$ vyžaduje přídatné zdroje, děliče paprsků a detektory včetně zařízení pro automatické ovládání.

Rozšíření přístroje IFS 88 na rozsah $4000\text{--}20 \text{ cm}^{-1}$ reprezentuje částku 486 tis. Kčs.

Zvláště komplikovaná je výměna děličů paprsků, která byla nejnvtipněji vyřešena u přístroje Bruker IFS 113v, kde jsou poměrně malé děliče umístěny na otočném karuselu a výměna je prováděna automaticky. Tento přístup dovoluje úprava Michelsonova interferometru s fokusovanými paprsky a umístěním pohyblivého i "nepohyblivého" zrcadla na též pohyblivém ložisku. Automatická výměna děličů je zajištěna i u dalších typů přístrojů, i když jde o podstatně větší děliče a předpokládá se jejich justáž.

Pro řadu měření je důležitá maximální rychlost pohybu zrcadla, která rozhoduje o počtu interferogramů, které lze získat v daném čase. Vynikající parametry v tomto směru poskytují přístroje Nicolet 60SX a Bruker IFS88, které dovolují zachytit několik desítek interferogramů za sekundu. Pro tyto rychlosti je již společný pohyb zrcadel jako u řady IFS 100 nevhodný a u IFS88 je použit klasický Michelsonův interferometr.

Některé parametry FTIR spektrometrů jsou shrnuty v tab. V. Podstatnou součástí FTIR spektrometru je výpočetní systém. Jednotlivé firmy nabízejí obvykle řadu variant, které se liší již analogově-digitálním převodníkem, velikostí operační paměti, délkou slova (Nicolet 20 bit, Bruker 24, Digilab, Perkin-Elmer 2×16 , příp. 32 bitů), přídatnými diskovými nebo disketovými paměti, softwarovým vybavením. Např. označení přístrojů Nicolet rozlišuje SX sérii vybavenou 24 Mbytovým Winchesterovým diskem a 1 Mbyt disketami (s možností rozšíření až na 160 Mbyt), sérii 20DX s 1 Mbytovými disketami, 5DX a 10DX s $0,25$ Mbytovými disketami. Série MX je vybavena disketami pouze po rozšíření.

Posouzení těchto parametrů není jednoduché vzhledem k nedostatku potřebných podkladů pro srovnání a také rychlým změnám v této oblasti. Digilab dnes již využívá 32 bit array procesoru, Perkin-Elmer 1800 32-bitového mikroprocesoru Motorola MC68000. Domníváme se, že pro rozhodování budou určujícími faktorem finanční kritéria a dovozní omezení.

Porovnání disperzních a FTIR spektrometrů

FTIR spektrometry mají proti disperzním přístrojům řadu teoretických výhod (Fellgetova, Jacquinotova, absence efektu

rozptýleného světla), které vedou k podstatně příznivějšímu poměru signálu a šumu při stejné rychlosti snímání dat. I když tyto teoretické výhody nelze prakticky plně realizovat, podrobné studie ukázaly, že spektrometry pracující např. s rozlišením 2 cm^{-1} ve střední oblasti infračerveného záření jsou významně lepší než spektrometry disperzní. Tato "výhodnost" FTIR spektrometrů velmi výrazně závisí na vlnočtu a tak lze naproti tomu konstatovat, že v řadě případů dosahují disperzní přístroje srovnatelných výsledků, zvláště jde-li o užší spektrální oblast a o nižší rozlišení. Při stejném poměru signálu a šumu mají interferometry proti monochromátorům co do rychlosti výhodu čtverce tohoto poměru a FTIR spektrometry jsou proto nenahraditelné pro všechna měření, která jsou limitována časovou povahou experimentu (on-line chromatografie, měření nestálých sloučenin) nebo kde je doba měření mřížkovým spektrometrem neúnosně dlouhá (vzorky s velmi nízkou propustností, emisní měření).

Rozdílnou funkci má v obou typech přístrojů počítač. Zatímco v případě FTIR spektrometru je počítač nepostradatelnou součástí přístroje, počítač disperzní přístroje pouze vylepšuje. V možnostech manipulace se spektrálními daty jsou však oba typy prakticky shodné.

Ceny některých přístrojů ve standardním vybavení jsou shrnuty v tab. VI. Z porovnání je patrné, že ceny rutinních fourierovských spektrometrů (5MX, IFS45) jsou srovnatelné s cenami špičkových disperzních spektrometrů bez datastanice. FTIR spektrometry této cenové hladiny však nemají potřebný spektrální rozsah ani rozlišení a jejich uplatnění bude přicházet v úvahu tam, kde tento fakt není limitujícím faktorem. Špičkové FTIR spektrometry jsou nenahraditelné v případech, kdy je požadováno vyšší rozlišení přístroje, široký spektrální rozsah a příp. spojení s chromatografem.

Porovnání některých rutinních FTIR spektrometrů

Jako rutinní jsou zde označovány FTIR spektrometry, které charakterizuje relativně nízké rozlišení $4 \text{ resp. } 2 \text{ cm}^{-1}$, výjimečně až 1 cm^{-1} (tab. VII). Tyto hodnoty odpovídají rutinním přístrojům disperzním (tab. III), zatímco maximální rozlišení dosahované špičkovými disperzními přístroji je $0,5 \text{ cm}^{-1}$ (tab. II). Spektrální rozsah těchto přístrojů je obvyklý do 400 cm^{-1} , pro některé přístroje je možnost rozšíření do 225, resp. 200 cm^{-1} .

Rozlišení a rozsah jsou dva parametry, ve kterých rutinní přístroje FTIR dosahují parametrů rutinních přístrojů disperzních, ve všech dalších parametrech se vyrovnají nebo předčí špičkové disperzní přístroje. K výhodám, které byly diskutovány již dříve, přistupuje:

1. Řádově vyšší správnost a reprodukovatelnost odečtu vlnočtů (jedná se o výhodu všech FTIR spektrometrů danou použitím He-Ne laseru pro kontrolu pohybu zrcadla interferometru a vzorkování interferogramu).

2. Výborná fotometrická správnost, $0,1 \%T$, která je shodná se špičkovými disperzními přístroji ($0,1-0,2 \%T$) a podstatně lepší než u přístrojů rutinních ($0,2-0,5 \%T$). (Z dostupných materiálů nelze však posoudit fotometrickou reprodukovatelnost, což je údaj mnohem zajímavější.)
3. Zanedbatelný podíl rozptýleného světla, o několik řádů nižší než u přístrojů disperzních.

Výpočetní systém a rozsah paměti používaný v základních sestavách těchto spektrometrů je poměrně jednoduchý, rozsáhlá operační paměť je rezervována pro vlastní Fourierovu transformaci a tak možnosti přístrojů pro uložení dat, resp. manipulace s nimi jsou poměrně skromné a neliší se zásadně od možností přístrojů disperzních (např. kapacita paměti umožňuje uložení 3-5 spekter, viz tab. VII). Dokonalejší vybavení přístroje pamětí pro uložení dat, barevnou obrazovkou a dokonalejším softwarem se promítají do podstatného růstu ceny přístroje, jak lze dokumentovat na parametrech a cenách přístrojů 5MX a 5DX.

Z hlediska maximálního rozlišení a rozsahu se jako nejatraktivnější jeví přístroj IFS 45, i když jeho nevýhodou je zřejmě jeho relativní pomalost (max. počet skanů $2/\text{min.}$ byl zjištěn z jediného zdroje, není jasné zda tímto údajem není míněna celková doba včetně transformace interferogramu). Rozšíření základní sestavy na rozsah do 220 cm^{-1} , vybavení barevnou obrazovkou a terminálem s řádkovou tiskárnou reprezentuje částku 173 tis., zvýšení rozlišení na 1 cm^{-1} odhadem dalších 50 tis. Kčs a celková cena přístroje tudíž činí ca. 785 tis. Kčs (rozšíření paměti na 24 Mbytů dalších 162 tis. Kčs). Uvedený přístroj je tedy zřejmě významně levnější než jeho největší konkurent Nicolet 5DX, jehož cena bez rozšíření rozsahu a s

nízkým rozlišením 4 cm^{-1} činí 785 tis. Kčs.

Cenově velmi lákavý je přístroj PE 1710, jehož cena s rozlišením 1 cm^{-1} činí 560 tis. Kčs, jedná se však o přístroj, jehož možnosti jsou jen omezené, neboť v základním provedení nepoužívá počítače, ale pouze tzv. Intelligent Controller s omezenou pamětí pro 5 spekter. Zlepšené možnosti získává teprve po doplnění datastanicí PE 3600 nebo ve verzi 1750, která zahrnuje PE 7300 Professional Computer, ceny obou sestav jsou však podstatně vyšší. Na přístroji 1710 lze snad nejlépe dokumentovat cenové relace mezi disperzními a FTIR spektrometry, neboť lze provést srovnání s disperzním přístrojem 983G: ceny základních přístrojů jsou prakticky shodné, stejně jako možnost připojení dalšího počítače či možnost dalšího zpracování spekter, a výhody FTIR spektrometru jsou vykoupeny nevýhodou nižšího a neměnitelného rozlišení i užšího spektrálního rozsahu.

Dodatek

Některé praktické poznámky k spektrofotometru SPECORD M 80 instalovanému na katedře analytické chemie VŠCHT Praha

1. Velmi dobrou vlnočtovou i fotometrickou správnost, resp. přesnost ilustrují výsledky pěti měření několika absorpčních pásů filmu polystyrenu během pracovního dne i test provedený rotujícím sektorem (tab. VIII).

2. Požadované správnosti odečtení polohy maxima absorp-

čního pásu je nutno podřídit zvolenou šířku štěrbinu a měřítko záznamu. Spektrum je totiž vzorkováno v krocích, které jsou v přístroji naprogramovány (tab. IX) a operátor může jen v některých případech krok asi dvakrát zvětšit nebo zmenšit. Je nutné předem uvážit pološířku měřených pásů, aby nedošlo k nežádoucímu zkreslení polohy, resp. výšky maxim (obr. 1). Celá věc má háček v tom, že zmenšování kroku měření, vázané na zmenšování šířky štěrbinu, vyžaduje zvětšení doby integrace, aby nedocházelo k nežádoucímu růstu šumu (orientační hodnoty směrodatné odchylky pro 100%-ní linii u 1900 cm^{-1} jsou uvedeny v tab. X), a tím i doby záznamu spektra.

3. Naměřené spektrum je uloženo v paměti a lze ho ve stejném měřítku opakovaně vykreslit. Dodatečná změna vlnočtového měřítka (na rozdíl od osy transmitanční resp. absorbanční) je možná jen v případech, kdy je použitý krok pro obě měřítka shodný (tab. IX).

4. Výpis maxim a minim, který se děje automaticky na tiskárně přístroje, je výběrem z experimentálně zjištěných hodnot. Interpolaci dovoluje teprve použití kazety pro zpracování dat, která však není standardním vybavením.

5. Přístroj je v uzavřeném kruhu proplachován vzduchem ze sušičky LT 1 (byla použita již pro Specord 61 NIR), který je sušen na Zeosorbu 13 X. S účinností tohoto sušení není mezi uživateli úplná spokojenost, neboť se nedaří zcela kompenzovat absorpční pásy vodních par. Servisní technici zapojují sušičku tak, aby otvorem ve spodní části kyvetového prostoru byl jeho obsah odsáván. Zjistili jsme, že při opačném zapojení - otvorem je sušený vzduch vháněn - je kompenzace mnohem účinnější, neboť k homogenizaci vzduchu v přístroji dochází mnohem rychleji. Výrobce informovaný prostřednictvím servisního technika firmy Zeiss se k této variantě nevyjádřil.

6. Výborným zařízením je kazeta "Fehlersuchkazete", která dovoluje kontrolovat správnou funkci jednotlivých částí přístroje, který je jinak výrobcem dodán jako "černá schránka" bez jakékoliv technické dokumentace. Většina uživatelů by jistě uvítala podrobnější popis funkce jednotlivých částí přístroje i jednotlivých parametrů. Na našem přístroji jsme při kontrole frekvence 12,5 Hz zjistili hodnoty, které byly mimo tolerance připuštěné výrobcem. Přístroj měřil, testovací kazeta byla v pořádku. Nepodařilo se nám zjistit, zda a hlavně jak byly tímto faktem ovlivněny výsledky měření.

7. Přístroj během ca. 1500 pracovních hodin nevykázal poruchy, které by ho vyřadily z provozu. Nejzávažnější závadou byla občasná mechanická interakce pružně uloženého motoru a otočného karuselu mřížek, která je zřejmě konstrukčního charakteru a nepodařilo se ji servisnímu technikovi zcela odstranit. Projevuje se zkresleným průběhem záznamu, resp. energie.

Tabulka I

Rozsah a maximální rozlišení disperzních spektrometrů⁺

Max. rozlišení při 1000 cm^{-1} , cm^{-1}	Rozsah, cm^{-1}					
	4000-200		4000-400		4000-600	
≤ 1	9836	(PE)				
	PU9512	(PU)	PU9514	(PU)	PU9510	(PU)
	PU9522	(PU)	PU9524	(PU)	PU9520	(PU)
	M80	(CZ)	M85	(CZ)		
> 1	SP3-300	(PU)				
	783	(PE)	782	(PE)	781	(PE)
	1430	(PE)			1420	(PE)
	883	(PE)	882	(PE)	881	(PE)
					SP3-100	(PU)
				SP3-200	(PU)	

⁺V závorce je uvedena zkratka výrobce :

CZ - C. Zeiss, Jena, PE - Perkin-Elmer, PU - Pye Unicam

Tabulka II

Porovnání špičkových disperzních infračervených spektrometrů

	9836	PU9522	M80
Optika	4 mřížky 9 filtrů	?	3 mřížky 5 filtrů
Zdroj	Oppermanův	?	NiCr
Detektor	termočlánek	TGS	vak. termočlánek
Rozsah, cm^{-1}	5000 - 180	4000 - 200	4000 - 200
Osa vlnočtů, cm^{-1} správnost	$\pm 3 / 5000 - 4000 /$ $\pm 2 / 4000 - 2000 /$ $\pm 1 / 2000 /$	$\pm 4 / 4000 - 200 /$ $\pm 2 / 2000 - 200 /$ 0,02	$\pm 0,8 / 4000 /$ $\pm 0,2 / 200 /$ 0,05 0,25
reprodukovatelnost krátkodobá dlouhodobá	0,005		
roztažení stupnice	0,25; 0,5; 1; 5; 10; 20x	0,5; 1; 5; 10x	0,5; 2; 5; 10; 40x
rychlost posunu	0,1 - 50 cm/min	1 - 200 $\text{min}/\text{spek-}$ trum	
	5 rychlostí	7 rychlostí	9 rychlostí
Osa počadnic, %T správnost	$\pm 0,1$	$\pm 0,2$	$\pm 0,2$
reprodukovatelnost roztažení stupnice	$\pm 0,1$ až 500x	$\pm 0,02$ 0,1 - 100x	$\pm 0,05$ 0,5 - 50x

34

Pokračování tabulky II

Maximální rozlišení, cm^{-1}	0,5	1 (3000 cm^{-1}) 0,5 (1000 cm^{-1})	$\leq 0,5$ (4000-400 cm^{-1}) $\leq 0,8$ (400-200 cm^{-1})
Rozměr spektra, cm	7 programů	4 programy	
Rozptýlené světlo, %	20 x ? $< 0,1$ (5000-2000) $< 0,2$ (2000-1000) $< 0,3$ (1000-750) $< 0,4$ (750-400) $< 1,0$ (400-180)	15 x 56(28) $< 0,2$ (4000-430)	20 x 56
Displej	obrazovka + kurzor	12 místný LED	11 místný LED
Tiskárna	ne	40-znaků	16 znaků
Uložení parametrů měření	ne	paměť, 15 setů	164 bytů RAM 231 bytů korekce + magn.karty (2 x 172 bytů) 2 x 4 kbyt (2 x 2000 měř. hodnot)
Paměť pro uložení měřených dat	2 x plné spek- trum	ne	

35

Pokračování tabulky II

Matematická manipulace s daty	ADD, SUB, NORM, plocha /výška pásů, poloha maxim, korekce pozadí	poloha maxim plocha /výška pásů, odečte- ní pozadí ev. dvou spekter (280 bodů)	ADD, SUB, ACC, NORM, ADD C, střední hodnota a směrodatná odchyl- ka, korekce pozadí poloha maxim, výšky pásů V24, IEC-BUS, Si 1.2
Výstup	RS232C(CCIITV-24)	RS232C	
Příkon, W	250	300	750
Váha, kg	90	66	160

36

Tabulka III

Porovnání rutinních infračervených spektrometrů

	1430	SP3-300	783	883
Rozsah, cm^{-1}	4000 - 200	4000 - 200	4000 - 200	4000 - 200
Osa vlnočtů, cm^{-1}				
správnost	± 6 (4000-2000) ± 3 (2000-200)	± 4 (4000-2000) ± 2 (2000-200)	± 4 (4000-2000) ± 2 (2000-200)	± 4 (4000-2000) ± 2 (2000-200)
krátkodobá reproduk- vatelnost	0,6 mm	$\pm 0,2 \text{ cm}^{-1}$	$\pm 0,05 \text{ cm}^{-1}$	$\pm 0,01 \text{ cm}^{-1}$
rychlost posunu	0,5; 1 a 5 cm/min	1 min/spektrum	0,25; 0,5; 1 a 5 cm/min	0-50 cm/min
Osa pořadnic, %T	3 rychlosti	5 rychlostí	5 rychlostí	4 rychlosti
správnost	$\pm 0,5$	$\pm 0,2$	$\pm 0,2$	$\pm 0,2$
reproduk- vatelnost	$\pm 0,05$	$\pm 0,05$	$\pm 0,05$	$\pm 0,02$
Max. rozlišení, cm^{-1}	4 (3000) 2,5 (1000) 3 programy	3 (3000) 1,5 (1000)	1,2 (1000) 4 programy	1,2 4 programy
Rozptýlené světlo, %	< 1 (4000-450) < 2 (450-253) < 3 (253-200)	$< 0,3$ (4000-430) < 1 (430-200)	$< 0,5$ (4000-420) < 1 (420-280) < 2 (280-250) < 3 (250-200)	0,5 (4000-420) 1 (420-280) 2 (280-250) 3 (250-200)

37

Pokračování tabulky III

Uložení parametrů měření	ne	10 setů, ale jen s SP3-050	10 setů	10 setů
Displej, LED	4 místný	4 místný, ale jen s SP3-050	2 x 5 místný	obrazovka
Rozměry spektra, cm	15 x 56(28)	15 x 42	15 x 56(28)	20, role

Tabulka IV

Porovnání rozsahu a maximálního rozšíření FT IR spektrometrů +

Rozlišení (cm ⁻¹)	10 000 - 4 000	4 000 - 450	4 000 - 220	4 000 - 20
	(FX6200)	Rozsah (cm ⁻¹)	(FX6200), (5DX)	
> 2		FX6130, FX6200, FT-600, 5MX, 5DX, 1500		
1-2	(FTS40), (FTS50)	FX6160, FX6260, IFS45, FTS40, FTS50, Qualima-tic, 5SX, 10MX, 20DX, 1550, 1710, (1500), IFS48	(IFS45), (FTS40), (FTS50), (10MX), (20DX), (IFS48)	
0,5	(FTS40), (FTS50), (FTS60)	IFS85, FTS11, FTS60, Alpha Centauri, Cygnus 25, 20DXB, 20SX, 20SXB, (FTS40), (FTS50), 20DX, (IFS48)	(IFS85), (FTS11), (FTS40), (FTS50), (FTS60), (20DX), (20SXB), (IFS48)	
0,125-0,2	(IFS88), (FTS15), (FTS80), (Sirius 100), (60SX)	IFS88, IFS110, FTS15, FTS80, Sirius 100, 60SX, 1800, (Alpha Centauri)	IFS114v, (FTS80), (Sirius 100), (60SX), (1800)	(IFS88), (FTS15), (FTS80), (Sirius 100), (60SX)
≤ 0,1	DA3.10, DA3.20, DA3.30, (IFS113v), (FTS20), (FTS80), (IFS88)	FTS20, 170SX, (IFS110), (FTS80), (IFS88)	(FTS80)	DA3.10, DA3.20, DA3.30, IFS113v, 200SX, (IFS110), (IFS112v), (IFS114v), (FTS20v), (FTS80), (IFS88)

+Přibližné rozdělení, přesné rozsahy se mohou u některých přístrojů odchýlovat (viz tab.V); bez závořky jsou uvedeny přístroje v základním vybavení, v závorce je uvedena použitelnost po rozšíření.

Tabulka V

Některé parametry FT IR spektrometrů ve standardním vybavení

Typ	Rozlišení cm ⁻¹	Rozsah cm ⁻¹	Rychlost posunu zrcadla počet, rozsah cm/s	Počet skanů za s/min/	Počet měř. kanálů	Počet ADC konvertor bit/kHz
<u>Analect</u>						
FX-6130	4	4400-400		4/min	2	
FX-6160	2	4400-400		5/min	2	
FX-6200	4	4400-400		5/min	2	
FX-6260	2	4400-400			2	
<u>Bomem</u>						
DA3.10	0,026	45000-5	16 0,01-3,1		5	
DA3.20	0,013	45000-5	16 0,01-3,1		5	
DA3.30	0,0026	45000-5	16 0,01-3,1		5	
<u>Bruker</u>						
IFS 45	2	4800-400		2/min	1	16/50
IFS 48	2	4800-400		8/sec	1(+1)	16/50
IFS 85	0,5	4800-400	16 0,23-3,2	1/několiik s	1	16/50 (100)
IFS 88	<0,25	4800-400	16 0,055-10	20(50)/s	1 (3)	16/50 (100)
IFS 110	<0,2	4800-400	16 0,23-3,2		2	16/50 (100)
IFS 112v	<0,2	4800-400				
IFS 113v	<0,1	4400- 10	16 0,23-3,2		2+1	16/50 (100)
IFS 114v	0,1	1000- 10				
<u>Digilab</u>						
FTS 11	0,5	4000-450		4/s	1	16/40
FTS 15	0,25	4000-450	2 0,3 a 1,2	4/s	3	16/40
FTS 20	0,08	4000-450	2 0,3 a 1,2	4/s	3	16/40
FTS 20v	0,08	4000-450	2 0,3 a 1,2	4/s	1	16/40
FTS 40	2	4000-400			1 (+1)	
FTS 50	2	4400-450			1	
FTS 60	0,5	4400-450			1 (+1)	
FTS 80	0,25	4400-450			2+1	16/
Qualimatic	2	4500-400	0,3-0,5	0,3-0,5/min	1	

40

Pokračování tabulky V

<u>Lloyd</u>						
FT-600	4	4000-600		1/min	1	
<u>Mattson</u>						
Alpha						
Centauri	0,5	4800-400			1	15/ 16/25 (100)
Cygnus 25	0,5	4800-400				
Sirius 100	0,125	4800-400	16 0,05-7			
<u>Nicolet</u>						
5MX	4	4800-400		1/s	1	
5DX	4	4600-400		1/s	1	
10 MX, 10 DX	1/2	4800-400		1/min	1	
20 DX	1	4800-400		>1/s	1	16/110
20DXB	<0,5	4600-400			1+1	
5SX	2	4600-400				
20SX	0,5	4800-400		>1/s	1	
20SXB	<0,5	5600-400		5/s	1+1	
60SX	<0,25	5000-400		50/s	1+1/mikro/	16/110
170SX	0,06	5000-400				15/90
200SXV	0,05	5000-4				
<u>Perkin-Elmer</u>						
1500	3,2	4400-450		5/min	2	
1710	2	4400-400				
1750						
1800	<0,2	4500-450		1,25;0,66/s	2	
1550		4500-450		0,75/s	2	

41

Poznámka : Počet skanů je v některých případech výrobcem míněna doba zobrazení spektra na obrazovce, nikoliv počet interferogramů uložených do paměti
v - více voleb

Tabulka VI
Ceny IR spektrometrů ve standardním provedení
v Kčs⁺, leden 1985

FTIR	Disperzní		
5MX	459 875	1430	340 864
5DX	785 885	1420	295 682
1710	519 369	783	405 186 ^a
		782	356 303 ^a
		781	320 500 ^a
5SX	1 018 992	SP3-300A	373 086 ^e
20DX/B	1 053 072	983G	587 015 ^b
IFS 45	545 280	PU9512/45	462 241 ^c
20SX/B	1 349 568 ^d	M80	453 000
60SX	2 073 200		
IFS 85	1 164 400		
1800	2 090 181		
IFS 88	1 278 000		
170SX	2 388 326		
FTS 20v	(2 180 000 leden 1983)		
200SX	(2 640 000 leden 1983)		
IFS 113v	(2 290 000 leden 1983)		

⁺Pro přepočet použito : 1 DM = 5,68, US dolar 17,81, öS 0,81, libra St. 20,08 Kčs, do ceny nejsou účtovány další položky.

^aK tomu interfejs 41 933.-, sušárna vzduchu (bez kompresoru) 59 276 Kčs.

^bK tomu interfejs a datastanice 133 666.-, software PECDS 120 690.-, sušárna vzduchu (bez kompresoru) 59 259 Kčs.

^cK tomu datastanice SP3-080 (včetně programů) 226 904 Kčs.

^dS plynovým chromatografem celkem 1 618 800 Kčs.

^eVčetně SP3-050 Opt. 3.

Tabulka VIIa

Porovnání levných FT IR spektrometrů

Firma	Nicolet 5MX	Nicolet 5DX	Nicolet 5DXB	Bruker IFS 45	Perkin-Elmer 1710	Perkin-Elmer 1500
Optika	1	1	1	1	1	2
počet paprsků	1	1	+1 externí	1	1	2
interferometr	Michelson	Michelson		Michelson	Michelson	refrakativní interferometr (vzduch.1.)
max.počet skanů/s (min)	1/s	1/s		2/min	1/s	5/min
dělič paprsků		Ge na KBr		Ge na KBr	Ge na KBr	Ge na KBr
Zdroj chlazený		globar vodou	vzduchem	globar vodou	keramický ^a	keramický
Detektor počet	1	1	1	1	1 2	1
typ		DTGS	MCT	DTGS (KBr)	DTGS ^a	DTGS
				DTGS (CsI)	mikro DTGS	
				MCT	2.d.:MCT	
Osa vlnočtů, cm ⁻¹ rozsah	4800-400	4600-400 4600-225		4800-400 4400-220	4400-400	4400-450
správnost	0,01	<0,01		0,01	0,01	<0,01
reprodukovatelnost	0,01	<0,01				<0,01

Pokračování tabulky VIIa

Osa pořadnic rozsah, jednotek A správnost, %T reprodukovatelnost, %T	0-4 <0,1	4	2	0-3 0,1 0,1	<0,1	0-3,2 <0,05 <šum	44
Maximální rozlišení, cm ⁻¹	4	4	2	2 1	2 1	4 (2 v omezeném vlnočt.rozsahu)	
Rozptylené světlo, %		0,02					
Procesor				Aspect 1000	Motorola 68000	3600 Data Station	
operační paměť	72 Kbyte	64 Kbyte x 20 bit 256 Kbyte		96 Kbyte x 24 bit		64 Kbyte	
A/D převodník				16 bit, 50 kHz			
Displej	-	13" barev. obrazovka + kurzor	13" barev. obrazovka + kurzor	14" barev. obrazovka + kurzor	12" obrazovka + 2 kurzory	12" obrazovka	
Zapisovač.	analogový digitální	?		4-barevný digitální	digitální	analogový	
Tiskárna	-	-	-	řádková	-	-	
Paměť pro ulo- žení dat	disketa 0,25 Mbyte	0,25 Mbyte 1 Mbyte disk	disketa	disketa 512 Kbyte disk		2 diskety à 165 Kbyte	
kapacita, spekter	5 44	44			5		

pokračování tabulky VIIa

Softwarové vybavení odečítání spekter	ano	ano	ano	ano	ano	ano	
poloha maxim, výška pásu	ne	ano	ano	ano	ano	ano	
expanze A i ŷ	ano	ano	ano	ano	pouze A	ano	
přepočít A/T	ne	ano	ano	ano	ano	ano	
digit.vyhlazení spektra	ne	ne	ne	ano	ano	ano	
korekce zákl. linie	ano	ano	ano	ano	ano	ano	
kvantitativní analýza	ano	ano	ano	ano	ano	ano	
systémová diagnostika	ano	ano	ano	ano	ano	ano	
integrace (plocha pásu)	ne	ano	ano	ano	ano	ano	
jiné		ŷ/λ					
Výstup	RS-232C	RS-232C		derivate 3x RS-232C IEEE	RS-232C + IEEE 488		
Příkon, W					250 opt.část		
Chlazení vodou, spotřeba	ne	ano	ne	ano	ne	ne	
Promývací plynem, spotřeba	ne	ano	ano	ano	ne	ano	
Cena standardní sestav, Kčs	459 875	785 885		553 800	519 369		

| - údaje v hranatých závorkách představují možné rozšíření standardní sestavy
a teplotně stabilizovaný

Tabulka VIIb

Porovnání levných FT IR spektrometrů

Firma	Digilab	Digilab	Digilab	Mattson	J.J.Lloyd Instruments	Analect
Typ	Qualimatic	FTS 40	FTS 50	Alpha-Centauri	FT-600	FX-6130
Optika	1	1	1	1	1	2
počet paprsků	+1 externí					
interferometr	Michelson (vzduch.1.)	Michelson (vzduch.1.)	Michelson (cube corner)	Michelson (cube corner)	Michelson (cube corner)	("Multisept") (cube corner)
max.počet skanů/s (min)	0,5/min	Ge na KBr	Ge na KBr	na KBr	1/min	
dělič paprsků	vodou	keramický	keramický	vzduchem		("Reflexe Sphere")
Zdroj chlazený				vadou		
Detektor	1	1	1	1	1	1
počet	TGS	DTGS	DTGS	DTGS	pyroelektrický	různé
typ	MCT, NIR	MCT, NIR	MCT, NIR	2 MCT		
Osa vlnočtů, cm ⁻¹	4500-400	4000-400	4400-450	4800-400	4000-600	
rozsah	10000-220	10000-250				
správnost	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	±2 ^b	
reprodukovatelnost						
Osa pořadnic	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1		
rozsah, jednotek A						
správnost, %T						

Pokračování tabulky VIIb

reprodukovatelnost, %T						
Maximální rozlišení, cm ⁻¹	2	2	2	0,5	4	4
Roptylené světlo, %	<0,03	0,5	0,5	0,125		
Procesor		Motorola 68000	Motorola 68000	2xMotorola 68000	(mikroprocesor) MAP-63	
operační paměť		1 Mbyte x 32 bit	512 Kbyte x 32 bit	512 Kbyte x 32 bit		x 16 bit
A/D převodník		1 Mbyte	1 Mbyte	2 Mbyte		
Displej	?	barev. obrazovka + kurzor	13" barev. obrazovka + kurzor	obrazovka		13" obrazovka
Zapisovač	digitální	digitální vícebarev.	digitální	-	-	-
Tiskárna	ano	ano	ano	-	-	-
Paměť pro uložení dat		disk 26Mbyte +disketa 1 Mbyte	disk 19Mbyte +disketa 1 Mbyte	disk 10Mbyte +disketa	-	disketa
kapacita spekter	3	disky do 140Mbyte	disky	disk 40Mbyte		

Pokračování tabulky VIIb

Softwarové vybavení	ne	ano	ano
odečítání spekter	ne	ano	ano
poloha maxim, výška pásu	ne	ano	ano
expanze A i ŷ	ne	ano	ano
přepočít A/T	ne		
digit.vyhlazení spektra	ne		
korekce zákl.linie	ne	ano	ano
kvantit.analýza	ano	ano	ano
systémová diagnostika	ano		
integrace (plocha pásu)	ne		
jiné			
Výstup	RS-232C +IEEE 488	digit.kni-hovny, GC 1xIEEE 488 +4xRS-232	digit.kni-hovny 1xIEEE 488 IEEE 488
Příkon, W	720		
Chlazení vodou, spotřeba	ano		ano
Promývání plynem, spotřeba	0,9 l/min vzduch, N ₂ 14 l/min		ano
Cena standardní sestavy, Kčs			

48

| | - údaje v hranatých závorkách představují možné rozšíření standardní sestavy

^ateplotně stabilizovaný, ^blimitováno papírem

49

Tabulka VIII

Test správnosti, resp.přesnosti spektrofotometru M 80^a

Poloha a transmittance maxim některých absorpčních pásů filmu polystyrenu v pěti měřeních za sebou během jednoho pracovního dne ($\tilde{\nu}$, cm⁻¹/T, %) ^a

tabelováno: 1601,4	nalezeno: 1601,0/14,48; 1601,2/14,39; 1601,0/14,37; 1600,8/14,47; 1601,6/14,50
1583,1	1583,0/48,30; 1582,8/48,20; 1582,8/48,36; 1583,0/48,28; 1583,2/48,62
1181,4	1181,0/54,85; 1181,4/54,66; 1181,2/54,68; 1181,2/54,74; 1181,0/54,80
1154,3	1154,6/59,73; 1154,4/59,79; 1154,6/59,99; 1154,4/60,02; 1154,6/60,02
1028,0	1028,2/27,87; 1028,4/27,83; 1028,4/27,71; 1028,0/27,82; 1028,2/27,89
906,7	907,0/43,24; 907,0/43,21; 906,4/43,00; 906,6/43,08; 906,2/43,21

^aMěření pro konstantní šířku štěrbinu 0,8 cm⁻¹, doba integrace 5 s, expanze X-ové osy 20, krok měření 0,2 cm⁻¹

nastavení rotujícího sektoru	nalezená hodnota propustnosti ^b
9,97	9,88 ± 0,10
19,97	19,89 ± 0,12
39,82	39,76 ± 0,10
59,89	59,81 ± 0,09
79,81	79,73 ± 0,09
100,00	99,96 ± 0,11

^bMěření při 1900 cm⁻¹, doba integrace 5 s; hodnoty směrodatné odchylky pro 10 měření

Tabulka IX

Realizovaný krok měření (cm^{-1}) v závislosti na šterbinovém programu a expanzi vlnočtové stupnice^a

Šterbinový program	EXP X, $\text{cm}/100 \text{ cm}^{-1}$						
	0,5	1	2	5	10	20	40
12	8	4	4	3,2	3,2	3	3
8	8	4	2	2,4	2	2	2
5	8	4	2	1,6	1,2	1,2	1,3
3	8	4	2	0,8	0,8	0,8	0,8
2	8	4	2	0,8	0,4	0,6	0,5
1,6	8	4	2	0,8	0,4	0,4	0,4
1,2	8	4	2	0,8	0,4	0,4	0,3
1,0	8	4	2	0,8	0,4	0,2	0,3

^aHodnoty kroků nad lomenou čarou lze zvětšit nebo zmenšit ve většině případů dvakrát, min.krok pro šterbinový program 1,0 a EXP = 40 $\text{cm}/100 \text{ cm}^{-1}$ činí 0,1 cm^{-1} .

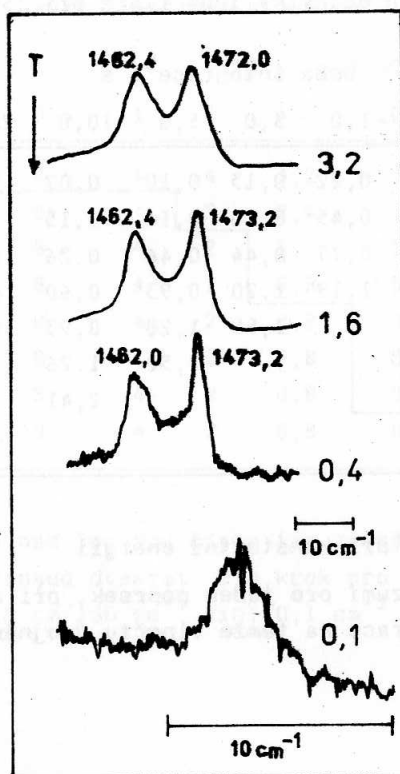
Tabulka X

Zjištěné směrodatné odchylky 100% linie při 1900 cm^{-1}/a

Šterbinový program	Doba integrace ^b , s									
	0,25	0,5	1,0	3,0	5,0	10,0	20,0	30,0	60,0	
12	0,67	0,32	0,22	0,13	0,10	0,07				
8	3,12	0,52	0,45	0,20	0,14	0,15				
5	2,22	1,36	0,77	0,44	0,46	0,26	0,19			
3	5,17	1,63	1,19	1,20	0,93	0,60	0,37	0,27		
2				1,59	1,28	0,93	0,67	0,70		
1,6					2,52	1,26	1,23	0,98		
1,2						2,41	2,36	1,42		
1,0								2,65	0,71	

^aVýsledky 20ti měření při konstantní energii.

^bDoba integrace se rozumí pro jeden paprsek, při dvoupraskovém měření je doba integrace na téže vlnočtu dvojnásobná.



Obr. 1. Ukázka spekter téhož vzorku změřených krokem 3,2, 1,6, 0,4 a 0,1 cm^{-1}
 Experimentální podmínky (štěrbinový program, doba integrace v s, expanze vlnočtové stupnice v $\text{cm}/100 \text{ cm}^{-1}$): 3,2 - 12, 10, 10; 1,6 - 12, 10, 10; 0,4 - 3, 10, 10; 0,1 - 1, 60, 40

INFORMACE

Připravované konference a semináře

- 12.Tagung Elektronenmikroskopie-1988/NDR (viz Bull. 49/1986)
- 5.Tagung Festkörperanalytik-1987/NDR (viz Bull. 49/1986)
- XXVI. CSI - SOFIA 1989 (viz Bull. 49/1986)
- HUNGARIAN ANNUAL CONFERENCE ON SPECTRAL ANALYSIS (including the 5th Spectrochemical Symposium and the 3rd Hungarian Molecular Spectroscopy Conference), Debrecen, 24. - 28.8.1987.

Informace a přihlášky :

Prof.K.Zimmer
 L.Eötvös University, Inst.of Inorganic and Anal.Chemistry
 Muzeum krt. 4/B
 H-1088 BUDAPEST

Upozornění na novou publikaci

Ministerstvo zemědělství a výživy ČSR vydalo v prosinci 1986 účelovou publikaci

Doc.Ing.Jiří Cibulka, CSc
 RNDr.Pavel Mader, CSc
 prof.MVDr.Zdeněk Sova, Dr.h.c., DrSc

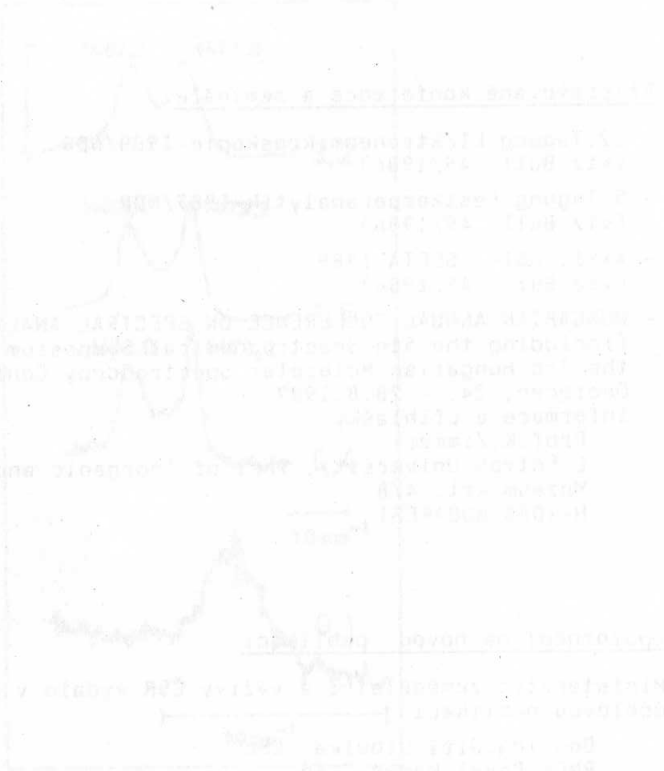
POHYB OLOVA, KADMIA A RTUTÍ V ZEMĚDĚLSKÉ VÝROBĚ A BIOSFÉŘE

Publikace podrobně rozebírá způsoby znečištění životního prostředí olovem, kadmíem a rtutí, přináší údaje o toxicitě těchto prvků a dále řeší metodické problémy jejich stanovení. Zvláště zajímavé je porovnání stanovení Pb, Cd a Hg elektrochemickými metodami (elektrochemická rozpouštěcí analýza) a metodou AAS (plamen i ETA). Publikace přináší i podrobný popis přípravy vzorků biologických materiálů k analýze (mineralizace na mokré i suché cestě). Publikace má celkem 157 stran a je přehledně uspořádána. Samostatnou přílohu tvoří Seznam použité literatury, který má celkem 113 stran.

Publikace není určena k distribuci na knižním trhu, vážní zájemci se ale mohou informovat o způsobu jejího získání na adrese :

Doc.Ing.Jiří Cibulka, CSc
 tajemník katedry fyziologie a zoologie HZ
 agronomická fakulta Vysoké školy zemědělské
 165 00 Praha 6 - Suchbát

INFORMACE



Československá spektroskopická společnost při ČSAV
adresa sekretariátu : 160 00 Praha 6, Kozlovská 1
za ČSSS zodpovídá Dr.M.Fara, CSc
Redakce P.Vampolová. Redakční uzávěrka leden 1987

Pouze pro vnitřní potřebu