



### Základní kurz AAS

zahrnující i otázky vývoje analytických metod a dodržování zásad správné laboratorní praxe **se bude konat ve dnech 7. - 10. dubna 2003** v konferenčním centru VŠCHT v Praze 4, K Verneráku 950. Doprava linkou metra C (zastávka Chodov), přestup na autobus 122 a 177 (zastávka Volha). Ubytování bude zajištěno v koleji.

Účastnický poplatek: pro členy Společnosti: 3 000,- Kč  
pro ostatní: 3 900,- Kč

V účastnickém poplatku jsou zahrnuta nová skripta a české názvosloví v atomové spektrometrii podle normativ IUPAC.

Účastníci obdrží osvědčení o absolvování kurzu. Počet účastníků je omezen.

Závaznou přihlášku, která je uvedena na straně 18 tohoto Bulletinu, je třeba zaslat do 17. ledna 2003 na adresu sekretariátu :

Spektroskopická společnost Jana Marka Marci  
Thákurova 7  
166 29 Praha 6  
tel/fax: 233 332 343  
e-mail: immss@spektroskopie.cz

Přihlášeným účastníkům bude zaslán program kurzu a faktura na zaplacení účastnického poplatku.

### **Schůze hlavního výboru Společnosti**

Dne 3. 12. 2002 se na Vysoké škole chemicko technologické konala 74. schůze hlavního výboru Společnosti, jejíž průběh řídil předseda Společnosti prof. Karel Volka. Na programu byly zprávy o činnosti předsednictva, o odborné činnosti a o hospodaření Společnosti. Na rok 2003 jsou připravovány následující akce:

- kurz měření vibračních spekter (20. - 24. 1.)
- kurz interpretace vibračních spekter (27. - 31. 1.)
- kurz kvantitativní molekulové spektroskopie (3. - 5. 2.)
- seminář OS Mössbauerovy spektroskopie (březen)
- kurz AAS (7. - 10. 4.)
- seminář OS instrumentálních radioanalytických metod (II. čtvrtletí)
- 12. spektroskopická konference (10. - 12. 6.)
- kurz HPLC/MS (22. - 24. 9.)
- 18. NMR Valtice (8. - 10. 4.).

Součástí schůze bylo i vyhlášení výsledků soutěže mladých spektroskopiků, jemuž předcházely krátké prezentace prací. V kategorii A byly uděleny dvě druhé ceny (Mgr. Studýnková a Mgr. Volná), v kategorii B byly uděleny dvě první ceny (Mgr. Růžička a Mgr. Žídek), jedna druhá cena (Mgr. Semerád) a dvě třetí ceny Mgr. Machát a Mgr. Novotný). Abstrakta oceněných prací uvádíme dále. Hlavní výbor navrhl předsednictvu vypracovat nový statut soutěže s rozšířením o cestovní granty.

### Noví nositelé medaile Jana Marka Marci

*připravil Štěpán Urban*

**Philip R. Bunker** (NRC, Ottawa, Kanada, <http://www.sao.nrc.ca/~bunker/>)

Hvězda Philipa Bunkera v začala vycházet na konci 60. let, kdy se podílel zásadních studiích o teoretických modelech vhodných pro molekuly s velkými amplitudami jaderného pohybu, kdy obvyklá přiblížení selhávají. Tyto studie a zřejmě i jeho tehdejší spolupráce J. T. Hougenem prohloubily jeho zájem o používání permutačně inverzních grup při vyhodnocování symetrie molekul a jeho pionýrské práce v této oblasti přispěly k rozšíření tohoto moderního přístupu ve vědecké komunitě. Z tohoto pohledu měla obrovský význam jeho kniha „Molekulová symetrie a spektroskopie“ (1978), která byla po dvaceti letech výrazně rozšířena (ve spolupráci s P. Jensenem) a vydána znovu (1998). Jeho jméno společně s P. Jensenem je také na knize Výpočetní molekulová spektroskopie, která pod jejich edicí vyšla u Wileyho v roce 2000. Z jeho dalších studií je třeba základní práce o kvasilineárních molekulách, jeho práce o radikálu methylenu, o Rennerově efektu a diskuse o platnosti Bornovy a Oppenheimerovy aproximace u diatomických a triatomických molekul.

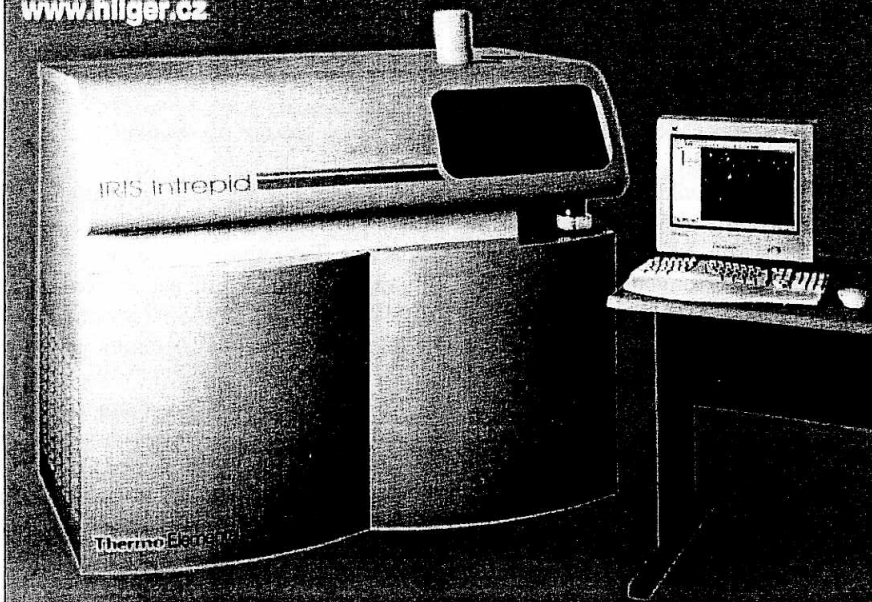
**Jean-Marie Flaud** (Univerzita Paříž IV a CNRS, Orsay, Francie)

Profesor Flaud patří k nejvýznamnějším představitelům molekulové spektroskopie vysokého rozlišení, která je směřována na výzkum atmosféry a chemických procesů v ní probíhajících a samozřejmě také na děje, které jsou podezřelé ze zeslabování ozónové vrstvy. V této oblasti se podílel na organizaci řady mezinárodních projektů globálního významu, z nichž lze jmenovat například MIPAS, ISORAC a SCIAMACHY, kdy v široké mezinárodní spolupráci byla měřena a analyzována vysoce rozlišená infračervená spektra napříč celou atmosférou země pomocí řady speciálních FT spektrometrů pracujících nejčastěji v gondolách stratosférických balónů. Z dalších aktivit profesora Flauda, kromě členství v řadě edičních rad, komisí a výborů, je třeba připomenout jeho zásadní komplexní studie vysoce rozlišených spekter vody, peroxidu vodíku a ozónu. Profesor Flaud je prezidentem Spojené evropské laboratoře molekulové spektroskopie pod hlavičkou EU. Je autorem více než 300 publikací.

# Thermo Elemental

## ICP - IRIS Intrepid

www.hilger.cz



- 3. generace spektrometrů s polovodičovým detektorem
- vynikající rozlišení - 3 pm/pixel
- rozsah vlnových délek od 130 nm do 1000 nm
- plasma - axiální, radiální, duo
- kompaktní, robustní provedení

HILGER s.r.o., Mistecká 258, 720 02 Ostrava-Hrabová

Tel.: 069 6718912, fax: 069 6721158, e-mail: hilger@hilger.cz

**Ahmed H. Zewail** (CALTECH, Pasadena, USA, <http://www.its.caltech.edu/~femto/>)

Popisovat osobnost nedávného nositele Nobelovy ceny (1999), který je podle Citation Index dnes zřejmě vůbec nejcitovanější chemik současnosti, je asi nadbytečné, zejména když lze podrobné údaje nalézt na Nobelovských www stránkách:

<http://www.nobel.se/chemistry/laureates/1999/>

Pro úplnost lze snad připomenout, že profesor Zewail je prvním nositelem Nobelovy ceny Egyptského původu, je mimořádným profesorem Linuse Paulinga na Caltechu a zapsal se jako průkopník časově rozlišené spektroskopie, se kterou je dnes schopen studovat kinetiku chemických reakcí v časových intervalech desítek atosekund (!). V současné době se zabývá i kinetikou bioprocésů s důrazem na fyzikální základy elementárních procesů v reálných živých systémech. Je autorem i vynikající populárně vědecké a biografické knihy Cesta časem (Voyage Through Time).

### Radioanalytické metody – IAA '02

*Miloslav Vobecký*

Letošní celodenní seminář IAA pořádala odborná skupina instrumentálních radioanalytických metod Společnosti společně s odbornou skupinou jaderné chemie České společnosti chemické 5. září 2002 v areálu pracovišť AVČR v Praze 4 – Krči. Cílem semináře bylo mj. přispět ke vzájemné informovanosti o zaměření současných laboratoří, které rozvíjejí a užívají radioanalytické metody, dále pak k výměně zkušeností a event. navazování pracovních kontaktů. Instrumentální a radiochemické metody zaujímají, za současného stupně stavu poznání a rozvoje techniky v oblasti stanovení stopových a ultrastopových koncentrací prvků a stanovení nízkých aktivit radionuklidů přírodního a antropogenního původu, významné a v řadě případů nezastupitelné postavení. Mezi 36 účastníky bylo šest kolegů ze tří slovenských pracovišť, přičemž nechyběl aktivní účastník řady konferencí IAA Ing. Vlado Kapišovský, CSc. z Výzkumného ústavu jaderných elektráren v Trnavě.

V rámci semináře byly předneseny následující příspěvky, jejichž abstrakta jsou uvedena na internetových stránkách Společnosti.

Rychlé metody odhadu a stanovení obsahu  $^{241}\text{Am}$  v exkretech

*Bečková V., Malátová I., Pospíšilová H.*

Státní ústav radiální ochrany, Šrobárova 48, Praha 10

Metoda stanovení syntetického lihu v některých alkoholických nápojích

*Majerová P., Fišer B., Lešetický L.*

Katedra organické a jaderné chemie, Přírodovědecká fakulta, Univerzita Karlova, Praha 2 – Albertov

Spektrometrická měření aktivit gama zářičů v terénu  
*Češpírová I.*  
Státní ústav radiační ochrany, Šrobárova 48, Praha 10

Esenciální stopové prvky F, Zn, Se, a I v jedlých houbách  
*Řanda Z., Kučera J.*  
Ústav jaderné fyziky AVČR, Řež

Stanovení jodu v asijské stravě metodami ENAA a RNAA  
*Kučera J.<sup>1</sup>, Iyengar G.V.<sup>2</sup>, Parr R.M.<sup>2</sup>, Řanda Z.<sup>1</sup>*  
1 Ústav jaderné fyziky AVČR, Řež,  
2 Mezinárodní agentura pro atomovou energii (MAAE), Vídeň, Rakousko

K možnostem použití spektrometrie záření gama při stanovení přírodních radionuklidů pro potřeby radiační ochrany  
*Vlček J.*  
Státní ústav radiační ochrany, Praha

Trendy v separačních metodách stanovení radionuklidů vo vzorkách životního prostředí a radioaktivních odpadech  
*Mátel L., Roszkopfová O., Rajec P.*  
Univerzita Komenského v Bratislave, Přírodovedecká fakulta, Katedra jadrovej chémie, Mlynská dolina, pav. CH-1, Bratislava

Rozvoj metod stanovení uhlíku <sup>14</sup>C  
*Světlík I.<sup>1</sup>, Michálek V.<sup>2</sup>, Tomášková L.<sup>1</sup>*  
1 Ústav jaderné fyziky AVČR, oddělení dozimetrie záření, Na Truhlářce 39, Praha 8  
2 Státní ústav radiační ochrany, Šrobárova 48, Praha 10

Prezentace výrobků fy RADOS Technology  
*Šimeček P.*  
RADOS Technology, Hlinecká 683, 1 Týn nad Vltavou

Stanovení fluoru metodami INAA, RPAA a PIGE  
*Havránek V., Kučera J., Řanda Z.*  
Ústav jaderné fyziky AVČR, Řež u Prahy

Aplikace krátkodobé INAA na reaktoru nulového výkonu VR-1 VRABEC  
*Kolros A.<sup>1</sup>, Vobecký M.<sup>2</sup>*  
1 Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT, Katedra jaderných reaktorů, Praha  
2 Ústav analytické chemie AVČR, Praha

Extrakce stroncia roztokem dikarbollylkobaltitanu v nitrobenzenu za přítomnosti Slova folu – matematické modelování a analytické využití  
*Vaňura P., Jedináková-Křížová V.*  
Ústav analytické chemie, VŠCHT Praha

## 6. Škola hmotnostní spektrometrie

*Dr. Vladimír Havlíček*

Ve dnech 14.-18. 10. 2002 uspořádala Spektroskopická společnost Jana Marka Marc v součinnosti s Mikrobiologickým ústavem AV ČR v Praze již šesté edukační setkání hmotnostních spektrometrů, které se tentokrát konalo na Červenohorském sedle v nádherné části Jeseníků.

6. Školy se zúčastnilo téměř 150 frekventantů, kteří vyslechli více než 20 hodin přednášek ze základů hmotnostní spektrometrie. Největší podíl přednášek ležel na bedrech těchto lektorů:

*Dr. Miroslav Ryska* (Quinta Analytika Praha): Z historie MS, Chemická ionizace, Záporné nabití ionty, Sektorové spektrometry, Tandemové techniky, Kvantitativní MS

*Dr. Jan Preisler* (Masarykova univerzita Brno): Desorpce laserem za přítomnosti matrice TOF, PSD, Spojení separací s MALDI a technika TOF-TOF

*Prof. Zdeněk Herman* (Ústav fyzikální chemie AV ČR): Elektronová ionizace, Chemická reakce iontů

*Dr. Vladimír Havlíček* (Mikrobiologický ústav AV ČR): Ionizace rychlými atomy, Desorpce polem, Kvadrupoly a iontová past

*Dr. Miroslav Polášek* (Ústav fyzikální chemie AV ČR): Fragmentační mechanismy, Neutrálizace a reionizace

*Dr. Zbyněk Zdráhal* (Masarykova univerzita Brno): Interpretace EI spekter (přednášky/cvičení)

*Doc. Karel Lemr* (Univerzita Palackého v Olomouci): Elektrosprej, interpretace-cvičení

*Dr. Michal Holčápek* (VŠCHT v Pardubicích): Separací techniky, interpretace-cvičení.

Protože program Školy byl opravdu náročný (každý večer probíhala prezentace jedné z sponzorujících hmotnostně-spektrometrických firem, a to dlouho do noci), zařadili organizátoři na třetí (tzv. kritický) den exkurzi do přečerpávací elektrárny Dlouhé stráně. Zajímový výlet pokračoval orientačním závodem v mlze a byl zakončen výstupem na Praděl: přechodem hřebenu zpět do Červenohorského sedla. Přestože poslední závodníci dorazili zpět do hotelu až za tmy, celá sportovní akce byla hodnocena velmi kladně a svým regenerujícím účinkem měla mj. za následek, že i ve druhé polovině Školy účast frekventantů na přednáškách neklesala pod 80-90%.

V závěru konference proběhla anketa, ve které účastníci Školy jednak hádali, kteří plenární přednášející jsou na starších fotografiích vystavených na konferenční nástěnce, ale především odpovídali na řadu všeobecných otázek pořadatelů. Byla zvolena nejlepší přednáška (Kvadrupóly a iontová past), budoucí vedoucí odborné skupiny hmotnostní spektrometrie (Dr. Michal Holčapek) a posbírány náměty pro příští akci skupiny, která proběhne v září 2003 na VŠCHT v Pardubicích (2. LC/MS kurs). Z některých dotazů ankety a odpovědí vyjímáme:

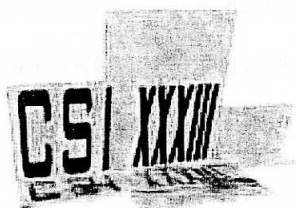
- **Co vás na Škole nejvíce potěšilo?:** „noční orienták“, „že jsem něco málo pochopila“, „potkávání“, „taneční večírek“, „velká účast na přednáškách“, „skvělí přednášející“, „luštění spekter“, „poznání“.
- **Co vás na Škole nejvíce rozladilo?:** „nejsem rozladěná“, „nedostatek spánku“, „počasí“, „vlastní znalosti“, „asi příberu“, „že už Škola končí“.

Všechny odevzdané anketní lístky byly na závěr slosovány a pět účastníků pak obdrželo zajímavé ceny. Cenu získali rovněž ti, kteří odevzdali ke kontrole jakkoli vyplněný domácí úkol z interpretace EI hmotnostních spekter.

6. Škola hmotnostní spektrometrie se vyznačovala nevídanou semknutostí účastníků. K vynikající náladě panující na Škole výrazně přispěly sponzorující firmy, díky kterým mohla být řada služeb tříhvězdičkového hotelu Červenohorské sedlo poskytována účastníkům zcela zdarma.

## CSI XXXIII – Colloquium Spectroscopicum Internationale

7.-12. 9. 2003, Granada / Španělsko



COLLOQUIUM SPECTROSCOPICUM INTERNATIONALE  
GRANADA, SPAIN  
7-12 SEPTEMBER 2003

Organizační výbor CSI zve k účasti na tradičním celosvětovém setkání odborníků ze všech oblastí spektroskopie ve španělské Granadě. Hlavními diskutovanými tématy kolokvia by měly být *Field Instrumentation & Sampling Techniques, Imaging Techniques, Nanotechnology in Analytical Chemistry, New Trends in Mass Spectrometry, Laser Technologies*. Významní světoví odborníci v daném oboru spektroskopie přislíbili přednést své plenární příspěvky. Kolokvium bude doprovázeno též výstavou moderní spektroskopické instrumentace renomovaných světových výrobců. Na CSI budou navazovat pre- a post-symposia věnovaná užším tématům v jednotlivých oblastech analytické spektroskopie, např. *Sample Introduction in Atomic Spectrometry: New Strategies*, pořádaném v Zaragoze 3.-6. 9. 2003 (kontakt: <http://www.unizar.es/geas/Presymp2003.htm>).

Cirkulář s přihlašovacím formulářem, podrobný program kolokvia, informace o navazujících symposiích a další praktické informace je možné získat na internetové adrese:  
<http://www.csixxxiii.org/>.

Adresa organizátora konference:

Prof. Alfredo Sanz-Medel *nebo* Dr. José M. Costa  
Department of Physical and Analytical Chemistry, 33006 Oviedo. Spain.  
Tel.: (34) 985 103 474, Fax: (34) 985 103 125, E-mail: [asm@sauron.quimica.uniovi.es](mailto:asm@sauron.quimica.uniovi.es)

### CSI XXXIII Pre-symposium

**Sample Introduction in Atomic Spectrometry: New Strategies**  
3.-6. 9. 2003, Zaragoza / Španělsko

Pre-symposium CSI je pořádáno na Univerzitě v Zaragoze a jeho hlavními tématy jsou *Sample introduction – fundamentals; New knowledge in nebulization and aerosol transport; Chemical and electrochemical derivatization in AAS, OES, ICP MS; Electrothermal vaporization in AAS; Electrothermal vaporization in analytical plasma spectrometry ICP OES, MIP, FAPES, FAPIMS; Electrothermal vaporization and ICP MS; Electrothermal vaporization and AFS; Electrothermal vaporization and laser AFS*.

Vyzvané plenární přednášky přednesou: J. Caruso, University of Cincinnati, R. Sturgeon NRC, Ottawa, P. Tittarelli, Milan, Italy, O. F. X. Donard, CNRS, Pau, France, L. Moens Ghent University, Greet deLoos, Delft University.

Cirkulář s přihlašovacím formulářem, předběžný program symposia a další praktické informace (ubytování, doprava, požadavky na přípravu textů, projekční technika, doprava k účasti na hlavní setkání CSI aj.) je možné získat na internetové adrese:  
<http://www.unizar.es/geas/Presymp2003.htm>.

Důležité termíny:

- rozeslání 2. cirkuláře elektronickou cestou leden 2003
- zaslání přihlášek: 31.5.2003
- zaslání abstraktů příspěvků: 31.5.2003

Konferenční poplatky činí 400 Euro pro běžného účastníka, 70 Euro pro studenty.

Adresa organizátora pre-symposia:

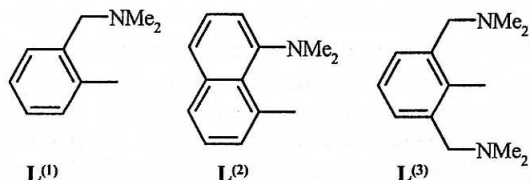
Prof. Juan R. Castillo  
Analytical Spectroscopy and Sensors Group (GEAS)  
Analytical Chemistry Department, University of Zaragoza  
Plaza de S. Francisco, 50009 Zaragoza, Spain  
Tel.: +34-976-761289 / 761290, Fax: +34-976-761292,  
e-mail: [jcastilo@posta.unizar.es](mailto:jcastilo@posta.unizar.es).

## ABSTRAKTA PRACÍ OCENĚNÝCH V SOUTĚŽI MLADÝCH SPEKTROSKOPIKŮ 2002

### Studium intramolekulární interakce Sn-N v organociničitých C,N-chelátech pomocí NMR spektroskopie

*Aleš Růžička*

Předmětem souboru prací je podrobné studium struktury tří řad potenciálních organociničitých C,N-chelátových komplexů obecného vzorce  $R^1R^2R^3L^{(n)}Sn$ , kde  $L^{(n)}$  je 2-(dimethylaminomethyl)fenyl 2-( $CH_3$ )<sub>2</sub>NCH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub> ( $L^{(1)}$ ), 8-(dimethylamino)naftyl 8-( $CH_3$ )<sub>2</sub>NC<sub>10</sub>H<sub>6</sub> ( $L^{(2)}$ ) nebo 2,6-bis(dimethylaminomethyl)fenyl 2,6-[( $CH_3$ )<sub>2</sub>NCH<sub>2</sub>]<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>3</sub> ( $L^{(3)}$ ) a  $R^1$ ,  $R^2$  a  $R^3$  jsou fenyl, 1-butyl, chlor, brom nebo ligand  $L^{(1)}$ .



Hlavním záměrem bylo potvrdit či vyvrátit základní myšlenku, zda a do jaké míry lze využít parametrů NMR aktivních nuklidů cínu a dusíku k posouzení existence a relativní pevnosti donor-akceptorové vazby Sn-N v uvedených C,N-chelátových komplexech. Těchto parametrů výhodněji využito oproti dosavadním postupům popsaným v literatuře, byl navržen vlastní postup, a tento poté na sadě třiceti originálních sloučenin využít:

- ke konfrontaci dosud známých literárních výsledků s poznatky získanými aplikací tohoto (originálního) postupu
- k popisu struktury nových, dosud nestudovaných, C,N-chelátových komplexů resp. jejich částic, a to pokud možno jak v pevném stavu, tak i v roztocích různých typů rozpouštědel.
- k podrobnějšímu prostudování vlivu donor-akceptorového spojení Sn-N na hodnoty parametrů NMR spekter dalších nuklidů prvků v blízkém i vzdálenějším okolí tohoto spojení.

### Analýza sulfonovaných barviv technikou HPLC/MS

*Kateřina Volná*

Diplomová práce obsahuje v úvodu rešerši zabývající se základy vysokotlaké chromatografie, chromatografie na pevné fázi, základy hmotnostní spektrometrie včetně principů analyzátorů kvadrupólových a iontové pasti, principů ionizace chemické při atmosferic-

kém tlaku, ionizace v elektrospreji atd. Hlavní výsledky práce jsou v experimentální části, a to především v získání aplikačních poznatků vlivů alkylamonných solí na efektivitu ionizace vybraných sulfokyselin v elektrospreji, které jsou dostatečně reprezentativním vzorkem užívaných sulfonových barviv.

Po zjištění, že tetralkylamonné soli potlačují ionizaci téměř zcela, byla základní studie zaměřena na sledování ovlivňování ionizace dihexylamonium acetátem třech modelových sloučenin obsahujících sulfoskupiny. Dále byly sledovány vlivy přidavku konkurenčních iontů či činidel na ionizační výtěžky.

Druhá část práce je příspěvkem k teorii fragmentace negativních iontů reprezentativních sulfonovaných barviv s použitím kolizně indukované disociace iontů a techniky MS<sup>n</sup>. Fragmentační mechanismy jsou prezentovány přehlednými schématy.

Poslední část práce je z hlediska aplikační hmotnostní spektroskopie doplňkovou kvalitativní analýzou předpokládaných produktů redukce vybraných azobarviv.

### Stanovení selenu optickou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem a generováním hydridu

*Jitka Studýnková*

Pro kontinuální techniku generování hydridů selenu ve spojení s atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem bylo použito zařízení vyvinuté a v současné době vyráběné firmou Labtech Brno s.r.o. Zařízení bylo původně konstruováno pro spojení s atomovou absorpční spektrometrií a cílem této práce bylo zkoumání možnosti spojení s ICP spektrometrem Jobin-Yvon 170. Byl studován vliv průtoků roztoku generátorem, koncentrace kyseliny chlorovodíkové, průtoků nosného a přidavného argonu. Byl zkoumán vliv šířky vstupní a výstupní šterbiny na poměr signál/pozadí a na mez detekce a dále vliv integrační doby na přesnost měření. Ze závislosti signálu na koncentraci některých přechodných prvků jakožto interferentů vyplývá, že generování selenu je rušeno minimálně. Správnost celého stanovení byla ověřována analýzou certifikovaného referenčního materiálu - vejce. Metoda generování selenu vykazuje přibližně téměř o dva řády nižší mez detekce než metoda se zmlžováním roztoku, na rozdíl od analýzy roztoků je však méně robustní a vyžaduje dokonalou mineralizaci.

### Spektrální a nespektrální interference při stanovení selenu v biologických materiálech optickou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem

*Jiří Machát*

V práci byla ověřována možnost využití ICP optického emisního spektrometru Jobin-Yvon 170 Ultrace pro stanovení selenu v biologických materiálech, konkrétně krevním séru. Vzhledem k nízké instrumentální mezi detekce a dobré rozlišovací schopnosti uvedeného přístroje byla použita technika konvenčního zmlžování. Při stanovení se projevíly spektrální a nespektrální interference, pocházející od organické matrice. Proto byla pro přípravu vzorků zvolena mineralizace kyselinou dusičnou za zvýšeného tlaku, čímž byl obsah uhlíku ve vzorcích snížen na 5-10% původního obsahu. Spektrální interference byla poté korigována pomocí interelementární korekce na obsah uhlíku. Interference matriční byly eliminovány použitím metody přidavku standardu. Mez detekce aplikované metody pro reálné vzorky je  $30 \mu\text{g.l}^{-1}$ , což je hodnota srovnatelná s obsahem selenu v krevním séru obyvatelstva ČR.

V další práci byly blíže studovány výše pozorované spektrální a nespektrální interference. Rušící čára na 196,084 nm byla identifikována jako struktura CO molekulového emisního pásu. K identifikaci byly použity experimentální techniky, protože uvedená čára nebyla nalezena v dostupných spektrálních tabulkách. Nově byly pozorovány matriční interference prvků s vysokou ionizační energií (C, S, P, Br), které zvyšují intenzitu emise na všech emisních čarách Se. Byl studován mechanismus působení těchto prvků na excitaci selenu v ICP. Vzhledem k souvislostem mezi působením uvedených matričních prvků v ICP-OES a ICP-MS lze předpokládat, že mechanismus zvýšené emise je spojen s ionizací matričních prvků i analytu.

### Studium laserové ablace ocelí a půdních tablet ve spojení s atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem

*Karel Novotný*

Laserová ablace ve spojení s atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (LA - ICP - AES) byla studována pro analýzu vzorků ocelí a půdních tablet. Použita byla laserová ablace s pulsním, infračerveným Nd:YAG laserem na základní vlnové délce 1 064 nm. V případě ocelí byly porovnány dva systémy: LINA - Spark atomizer (LSA Sarl, Cully, Švýcarsko) s laserem Surelite 1-20 (Continuum, USA) ve spojení s ICP spektrometrem Perkin-Elmer Optima 3000 DV (s laterálním i axiálním pozorováním) a systém s laserem Brilliant (Quantel) ve spojení s ICP spektrometrem Jobin-Yvon 170 Ultrace (s laterálním pozorováním a polychromátorem). V obou případech vykonával vzorek během ablace pohyb o kruhové trajektorii. Byla ověřena linearita kalibračních křivek v širokých rozmezích pro Cr a Ni (19% Cr, 12% Ni) a pro nižší obsahy u dalších prvků

(3% Mo, 1,5% Mn, 1,7% Si, 0,15% Cu), a to bez použití porovnávacího prvku. Reproductivnost měření se pohybovala v rozmezí 5 - 1 % RSD pro obsahy v rozmezí 0,5 - 20 hmotnostních procent. Z kalibračních závislostí byla určena nejmenší stanovitelná množství. Oba systémy poskytovaly srovnatelné výsledky.

V zemědělských půdách byly sledovány obsahy stopových prvků (Zn, Cu, Ni, Cr a V). Půdní tablety byly připraveny lisováním směsi vzorku půdy, práškového kovového stříbra (pojivo) a  $\text{GeO}_2$  (porovnávací prvek). Kalibrační vzorky byly připraveny přidáním známých množství oxidů daných prvků do této směsi. Optimalizovány byly parametry zaostření, energie pulsu a pohybu vzorku během ablace. Byla ověřena linearita kalibračních křivek u uvedených prvků až do obsahů řádově stovek  $\text{mg kg}^{-1}$ . Výsledky obdržené touto metodou byly ve shodě s výsledky obdrženy při použití pneumatického zmlžování roztoků rozložených vzorků. Správnost byla dále ověřena analýzou vzorků referenčních půd, kdy odchylka od certifikovaných hodnot nepřesáhla 10%.

### Studium vysokofrekvenčních plazmových výbojů a jejich možné využití v optické spektrometrii

*Martin Semerád*

Studium vysokofrekvenčních výbojů (radiofrekvenční plazmové trysky a mikrovlnného plazmového výboje) probíhá ve spolupráci s Katedrou fyzikální elektroniky Přírodovědecké fakulty MU. Na tomto pracovišti byla obě zařízení navržena a zkonstruována, avšak pro zcela jiné účely než analytické - rf trysku využívají pro čištění archeologických artefaktů a mw výboj jako prostředek pro syntézu bornitridu a studium nanášení tenkých vrstev. Tato zařízení byla poskytnuta naší laboratoří za účelem studia možnosti jejich využití v atomové spektrometrii.

První část experimentální práce se zabývala konstrukční úpravou trysek, aby bylo možné do výboje vnášet vzorek. Následovalo několik dlouhodobých testů, které ukázaly přehřívání trysek, takže bylo nutno opět provést několik konstrukčních úprav, které zahrnovaly připevnění aktivních a pasivních chladicích prvků a záměnu izolačních materiálů za odolnější.

Následovala série experimentů prověřující stabilitu výbojů při různých pracovních podmínkách (výkon generátoru, průtok argonu) a měření spekter vybraných prvků. V návaznosti na tyto práce se tyto parametry dále optimalizují s využitím umělých neuronových sítí s cílem dosáhnout co nejintenzivnějších signálů a také se měří základní fyzikální charakteristiky výbojů (teplota, elektronová hustota). Následovat bude proměření spekter dalších vybraných prvků.

Konečným cílem práce je podat ucelený obraz o těchto výbojích, popsat jejich chování a fyzikálně chemické charakteristiky a také jejich vhodnost pro použití jako excitačních zdrojů v analytické chemii.

#### Měření a využití dipolárních interakčních konstant při určování struktur biomakromolekul pomocí nukleární magnetické rezonance

Lukáš Žídek

V posledních pěti letech byly zavedeny nové metody určování trojrozměrných struktur biomakromolekul pomocí nukleární magnetické rezonance, které jsou založeny na měření zbytkových dipólových interakčních konstant (RDC). Výhoda tohoto přístupu je v tom, že umožňuje určit vzájemnou orientaci částí makromolekuly, které mohou být libovolně vzdálené v prostoru. Je tomu tak proto, že dipólové interakce mezi dvěma jádry závisí na úhlu, který svírá mezijaderný vektor s vektorem magnetické indukce vnějšího magnetického pole. Pokud makromolekula může volně izotropně rotovat, dipólové interakce se ovšem vyruší. Měření je proto nutno provádět v anizotropním, částečně uspořádaném prostředí, kde je možno pozorovat zbytkové dipolární interakce.

Nejčastěji měřené RDC popisují interakce mezi na sebe vázanými jádry  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  a  $^1\text{H}$ - $^{15}\text{N}$ . Tyto konstanty lze snadno odečíst jako rozdíl štěpení spektrálních čar mezi spektry měřeními v izotropním a anizotropním prostředí. K přesnějšímu určení struktury je ale nutno zvýšit počet experimentálních dat a přistoupit i k měření slabších interakcí, které již neposkytují dobře rozlišené dublety čar ve spektrech. Prvním cílem prezentované práce bylo navrhnout experiment umožňující měření takových RDC v bazích nukleových kyselin [1].

Východiskem byly již existující metody stanovení malých RDC v peptidové vazbě. Tyto metody jsou založeny na principu rozlišení jednotlivých čar dubletu (z kvantového pohledu jde o selektivní excitaci spinových stavů). Jejich aplikace na proteiny byla poměrně přímočará díky jednoduchosti spinového systému peptidové vazby. Aby bylo možné tento princip využít pro složitější spinové systémy bází nukleových kyselin, bylo nutno v experimentu použít fázově a amplitudově modulované radiofrekvenční pulzy. Péčlivou optimalizací tvaru a délky těchto pulzů bylo dosaženo selektivní excitace jader s rozdílem rezonancí od 5 ppm. Metoda byla úspěšně testována na dodekameru d(CGTTTTAAAACG), tvořícím dvojšroubovici, a využita při určování struktury heptamerní smyčky d(GCGAAGC) [2].

Velmi malé hodnoty měřených RDC vyžadovaly, aby byla zvýšená pozornost věnována přesnosti a správnosti měření. Série měření poskytovala standardní odchylku menší než 0.2 Hz, což prokázalo použitelnost metody i pro malé RDC, typicky nabývající hodnot v rozsahu přibližně 3 Hz. Správnost měření vyžaduje přesné nastavení prodlév mezi pulzy

ve filtru zaručujícím selekci spinových stavů. To již z principu není možné, neboť optimální délka je různá pro různé dublety ve spektru. Korekci neoptimálního nastavení prodlév je naštěstí možné provést i po naměření spekter. V práci je popsána metoda umožňující rychle nalézt a aplikovat správnou korekci pro jednotlivé dublety. Protože správnost měření může být ovlivněna i relaxačními jevy, byly výsledky experimentu porovnány s výsledky metody, která je velmi málo ovlivněna relaxací, ale která je kvůli nízké citlivosti nevhodná pro větší molekuly. Srovnání ukázalo, že rozdíly RDC naměřených těmito metodami jsou menší než chyba měření.

Vyvinutá metoda umožňuje měřit kolem deseti RDC v jedné bázi. Považujeme-li však báze za planární útvary, jsou pouze tři RDC v jedné bázi nezávislé. Naměříme-li více RDC, každá z nich musí být lineární kombinací trojice jiných RDC. Na základě této skutečnosti byla vyvinuta metoda ověřování vnitřní konzistence naměřených RDC, která umožňuje odhalit a z další analýzy vyloučit chybné hodnoty [3]. Této metody bylo využito při kontrole vstupních dat pro výpočet struktury heptamerní smyčky d(GCGAAGC). Práce popisující řešení struktury smyčky [2] dále obsahuje podrobnou diskusi vlivu zařazení malých RDC na výpočet struktury metodou vázané molekulové dynamiky.

#### Reference

- [1] Žídek L., Wu H., Feigon J., Sklenář V.: Measurement of small scalar and dipolar couplings in purine and pyrimidine bases. *J. Biomol. NMR* **21** (2001) 153-160.
- [2] Padrta P., Štefl R., Králík L., Žídek L.: Refinement of d(GCGAAGC) hairpin structure using one- and two-bond residual dipolar couplings. *J. Biomol. NMR* **24** (2002) 1-14
- [3] Žídek L., Padrta P., Chmelík J., Sklenář V.: Internal consistency of NMR data obtained in partially aligned biomacromolecules. Rukopis zaslán do *J. Magn. Reson.*

## VÝZVA ČLENŮM SPOLEČNOSTI

Předsednictvo hlavního výboru Spektroskopické společnosti žádá členy, aby oznámili sekretariátu změny telefonních čísel (pokud v rámci přečíslování došlo k zásadním změnám, např. v předvolbě), případně změny v názvu zaměstnavatele nebo v adrese e-mail.

Změny lze sdělit telefonicky (233 332 343) nebo na adresu e-mail sekretariátu (immss@spektroskopie.cz).



**ZÁVAZNÁ PŘIHLÁŠKA**  
**na 12. Spektroskopickou konferenci**  
Praha 10. - 12. 6. 2003

Jméno, příjmení, tituly: \_\_\_\_\_

Zaměstnavatel: \_\_\_\_\_

adresa: \_\_\_\_\_

telefon: \_\_\_\_\_

fax: \_\_\_\_\_

e-mail: \_\_\_\_\_

Mám zájem prezentovat práci s názvem:

\_\_\_\_\_

autoři: \_\_\_\_\_

jako přednášku  jako poster

Mám zájem o ubytování: 9. 6. 2003

10. 6. 2003

11. 6. 2003

12. 6. 2003

Datum: \_\_\_\_\_ Podpis: \_\_\_\_\_



**SPECTRO CS**

S. r. o.

Rudná 51, 700 30 Ostrava-Zábřeh

☎ 069 676 2840

Fax: 069 676 2849

e-mail: [info@spectro.cz](mailto:info@spectro.cz)

<http://www.spectro.cz>

**specialisté v oboru spektrometrie nabízejí:**

**PŘENOSNÉ A MOBILNÍ SPEKTROMETRY:**

SPECTROPORT CCD

- široký rozsah analytických možností, analýza včetně C, P a S

SPECTROPORT

- kontrola záměny, třídění a analýza

- určení jakosti, váha 12 kg

SPECTROTEST

- mobilní spektrometr s parametry laboratorního přístroje

**STACIONÁRNÍ - LABORATORNÍ SPEKTROMETRY:**

SPECTROLAB Jr

- **NOVINKA – informace na telef. zavolání**

SPECTROLAB F

- 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

- bezobslužná provozní laboratoř

SPECTROTEST ROBOTIC

- třídění velkého množství materiálu bez obsluhy

**PŘÍSTROJE S ICP:**

SPECTROFLAME M120

- sekvenční spektrometr, monochromátor od 120 nm

CIROS<sup>CCD</sup>

- simult. analýza všech čar mezi 120-800 nm za 10 sekund

- měření prvků C, N, Br, I, Cl a emulzí (tzv. „slurry“ technika)

SPECTROMASS 2000

- ICP-MS spektrometr s velmi užitečnými vlastnostmi

**RENTGENOVÉ SPEKTROMETRY:**

SPECTRO X-LAB 2000

- výkonný, velmi citlivý RTG spektrometr pro náročná použití

SPECTRO XEPOS

- nový stolní RTG spektrometr pro analýzu Na – U

SPECTRO ASOMA

- malé, stolní, levné analyzátoři včetně systémů on-line

**FTIR SPEKTROMETRY:**

BIO-RAD: série EXCALIBUR

- spektrální rozsah 25000 – 50 cm<sup>-1</sup>, USB spojení s počítačem

- optické rozlišení až 0,1 cm<sup>-1</sup>

- GC-IR, TGA-IR, FT-Raman, IR mikroskopy aj.

**LASEROVÉ GRANULOMETRY:**

SEISHIN: LMS-30

- stanovení velikosti částic 0,1 – 1000 μm

- mokřý i suchý způsob měření

**CERTIFIKOVANÉ REFERENČNÍ MATERIÁLY:** fy MBH Analytical, Velká Británie

**Pro všechny produkty žádejte podrobnější informace**

**ZÁVAZNÁ PŘIHLÁŠKA**  
**na základní kurz AAS**  
**Praha, 7. - 10. dubna 2003**

Jméno: \_\_\_\_\_

Datum narození: \_\_\_\_\_ (pro účely vydání osvědčení)

Zaměstnavatel: \_\_\_\_\_

Adresa: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

telefon: \_\_\_\_\_

fax: \_\_\_\_\_

e-mail: \_\_\_\_\_

Objednávám ubytování (označte křížkem):

7. 4. 2003     

8. 4. 2003     

9. 4. 2003     

Datum: \_\_\_\_\_

Podpis : \_\_\_\_\_

**Oznámení předsednictva hlavního výboru Spektroskopické společnosti JMM**

Podobně jako v minulém roce, podpoří i letos naše Společnost své členy v účasti na konferencích se spektroskopickou tematikou.

Žádosti o podporu účasti členů Společnosti na konferencích se spektroskopickou tematikou v roce 2003 je třeba zaslat na adresu sekretariátu Společnosti do 30. března 2003. O podpoře rozhodne předsednictvo HV a seznam členů, kteří získají podporu, bude uveřejněn do konce dubna. Přednostně budou podpořeny žádosti, které budou jasně formulovat představu uchazeče o způsobu propagace naší Společnosti v rámci jeho účasti.

**NABÍDKA PUBLIKACÍ SPEKTROSKOPICKÉ SPOLEČNOSTI JMM**

Skripta AAS	42,- Kč
Inorganic Environmental Analysis	161,- Kč
Referenční materiály (přednášky)	93,- Kč
Proceedings of the 18 <sup>th</sup> IMMS	rozebráno
Skripta AAS II (pro pokročilé)	373,- Kč
Názvosloví IUPAC (Part XII, XIII)	35,- Kč
Organická hmotnostní spektrometrie	rozebráno
Kurz ICP pro pokročilé	120,- Kč
Kurz AAS pro pokročilé 1996	120,- Kč
Kvalita výsledků v ET AAS	rozebráno
Metodická příručka pro uživatele FTIR spektrometru	100,- Kč
Nejistota a návaznost výsledků spektroskopických metod. Základní kurz.	rozebráno
Kurz Spojení HPLC/MS (2001)	270,- Kč

Objednávky (do vyčerpání zásob) přijímá písemně nebo telefonicky sekretariát Společnosti (pí. Pavla Vampolová, tel. 233 332 343).

## **PŘIPRAVOVANÉ AKCE SPEKTROSKOPICKÉ SPOLEČNOSTI JMM V R. 2003**

kurz měření vibračních spekter (20. – 24. 1.)

kurz interpretace vibračních spekter (27. – 31. 1.)

kurz kvantitativní molekulové spektroskopie (3. – 5. 2.)

seminář OS Mössbauerovy spektroskopie (březen)

kurz AAS (7. – 10. 4.)

seminář OS instrumentálních radioanalytických metod (II. čtvrtletí)

12. spektroskopická konference (10. – 12. 6.)

kurz HPLC/MS (22. – 24. 9.)

18. NMR Valtice (8. – 10. 4.).

Podrobnější informace prostřednictvím pořádajících odborných skupin nebo sekretariátu Společnosti (tel. 233 332 343, e-mail: [immss@spektroskopie.cz](mailto:immss@spektroskopie.cz)).

---

### **Spektroskopická společnost Jana Marka Marci**

<http://www.spektroskopie.cz>

adresa sekretariátu: Thákurova 7, 166 29 Praha 6; tel./fax: 233 332 343

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

tech. redakce: Pavla Vampolová

redakční uzávěrka: prosinec 2002; uzávěrka příštího čísla: únor 2003