

SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST JANA MARKA MARCI

BU L L E T I N

B U L L E T I N
SPEKTROSKOPICKÉ SPOLEČNOSTI
JANA MARKA MARCI

Číslo 130

prosinec 2005

<http://www.spektroskopie.cz>

e-mail sekretariátu: immss@spektroskopie.cz

telefonní číslo sekretariátu: 233 332 343

80. schůze hlavního výboru Společnosti

Dne 14. prosince 2005 se konala schůze hlavního výboru naší Společnosti, z jejíhož programu uvádíme hlavní body:

- prezentace prací ze soutěže mladých spektroskopiků a vyhlášení výsledků;
 - zpráva předsednictva:
 - členský příspěvek kolektivních členů v roce 2006 bude 1500,- Kč,
 - odvod z pořádaných akcí (20 % a 2000,- Kč) zůstává zachován,
 - ukončení členství 3 organizací, které nehradily příspěvky,
 - změny zaměstnaneckých poměrů v sekretariátu Společnosti,
 - technická příprava Bulletinu: RNDr. Milan Fara, CSc.,
 - příprava internetových stránek: RNDr. Marta Farková, CSc.;
 - zpráva o hospodaření;
 - odborná činnost v r. 2005:
 - kurz měření vibračních spekter (doc. Matějka),
 - kurz interpretace vibračních spekter (doc. Matějka),
 - kurz kvantitativní molekulové spektroskopie (doc. Matějka),
 - seminář k návaznosti měření a RM (doc. Kučera),
 - seminář ICP (prof. Kanický),
 - seminář IAA 05 (Ing. Vobecký),
 - IV. konference Anorganická analýza v ŽP (Ing. Černohorský),
 - 3. konference HPLC/MS (doc. Holčapek).
- Celkový počet účastníků na akcích: 428.

➤ akce připravované v r. 2006:

- kurz měření vibračních spekter (23. – 27. 1.),
- kurz interpretace vibračních spekter (30.1. – 3. 2.),
- seminář rentgenové spektrometrie (20. – 23. 3.),
- kurz AAS II (15. – 18. 5.),
- seminář IAA 06 (2. – 3. čtvrtletí),
- seminář o speciální analýze (září).

Společnost je spoluorganizátorem 15th Radiochemical Conference (23. – 28. 4.) a International Mass Spectrometric Conference (27.8. – 1.9.), OS Mössbauerovy spektroskopie je spoluorganizátorem mezinárodní konference Mössbauer Spectroscopy in Materials Science 2006 a OS magnetické rezonanční spektroskopie pořádá NMR Valtice.

Konference „Referenční materiály a mezilaboratorní porovnání zkoušek II“

Jan Kučera

Odbornou část konference, která se konala ve dnech 7.- 9.11. 2005 v hotelu Medlov u stejnojmenného rybníka na Českomoravské vrchovině, zajišťovaly státní i zájmové organizace činné v příslušných oborech – Český metrologický institut (ČMI), Český institut pro akreditaci (ČIA), Komise pro referenční materiály a standardy Spektroskopické společnosti JMM a EURACHEM ČR. Technické zabezpečení poskytla firma 2 THETA ASE, s.r.o.

Význam konference podtrhl úvodní referát generálního ředitele ČMI RNDr. P. Klenovského o současných úlohách a rozvoji chemické metrologie v ČR a o mezinárodních aktivitách a závazcích ČMI. Jeho referát doplnil příspěvek Ing. P. Nováčka z téže instituce o aktuálním dění v oblasti metrologie v chemii v ČR. Národní program zkoušení způsobilosti laboratoří představila Ing. E. Klokočnicková z ČIA. K vysoké úrovni odborného programu přispěly přednášky zahraničních účastníků Dr. S. Recknagela z Bundesanstalt für Materialforschung und Prüfung (BAM), Berlin, Německo („Certified Reference Materials: CRM - ERM[®] - EURONORM“), Dr. P. Roboucha z EC JRC Institut for Reference Materials and Measurements (IRMM), Geel, Belgie („Proficiency Test Scoring Interpretation“), Dr. W. Spiewoka a Dr. M. Kubiczeka z Institutu Metalurgii Zeleza, Gliwice, Polsko („Certyfikowane materialy odniesienia produkcji Instytutu Metalurgii Zeleza – terazniejszosc i przyszlosc“). Ruské metalurgické referenční materiály představil Dr. V. V. Stepanovski z Institute for Certified Reference Materials (ICRM), Jekaterinburg. Historický pohled na referenční materiály podal prof. Ing. Eduard Plško, DrSc., Slovensko v přednášce „Referenčné materiály očami analytického chemika“.

O současné činnosti EURACHEM ČR referoval prof. Ing. M. Suchánek, CSc. („Aktivity ČR v ISO REMCO, zkušenosti z IRMM“), o vývoji a aktivitách Virtuálního ústavu pro referenční materiály (VIRM) a jeho přeměně na legislativně i finančně nezávislou neziskovou organizaci (VIRM a.s.b.l.) přednášel autor tohoto sdělení, jenž je i národním koordinátorem tohoto projektu (viz <http://www.virm.net>). Finanční nezávislost v tomto případě znamená, že za plný přístup ke všem informacím a službám VIRM a.s.b.l. je nutno platit roční členský poplatek ve výši 150 € (pro jednotlivce z ČR a ze zvýhodněných zemí střední Evropy činí poplatek 100 €), roční poplatek pro organizace ze zvýhodněných zemí je 800 €, z ostatních zemí 1200 €. Volně přístupná zůstává databáze COMAR, kterou provozuje německý BAM (viz <http://www.comar.bam.de>), o níž referoval doc. Ing. O. Mestek, CSc, národní koordinátor této databáze. V dalších 28 referátech přednesených zástupci státních i komerčních organizací byly diskutovány aktuální problémy návaznosti elektrochemických měření, přípravy a použití RM, organizace a interpretace mezilaboratorního porovnání zkoušek v oborech analýzy plyných směsí, metalurgie, životního prostředí a laboratorní medicíny. Obzvláště v posledně uvedeném oboru se použití RM intenzivně rozvíjí a tento obor se vyznačuje některými odlišnostmi od ostatních oblastí použití RM, a to i terminologickými. Svědčila o tom přednáška Dr. B. Friedeckého a spol. „Komutabilita RM v laboratorní medicíně“ (komutabilitu můžeme chápat jako „matriční přiměřenost“).

Konference, jíž se zúčastnilo celkem 84 odborníků, byla doplněna výstavkami firem činných ve výrobě a distribuci RM a poskytujících služby v oblasti zabezpečení jakosti analýz, jako např. ANALYTIKA Praha, ANMAT TRADING Ostrava, RMI s.r.o. Lázně Bohdaneč, SPECTRO CS Ostrava, 2 THETA ASE Český Těšín.

Série hmotnostně-spektrometrických přednášek

Vladimír Havlíček

Za podpory Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy ČR (grant LC545) a Spektroskopické společnosti JMM proběhla v Mikrobiologickém ústavu AV ČR v Praze série hmotnostně-spektrometrických přednášek, na které přijela celá řada renomovaných zahraničních spektrometrů. Pro ty z vás, kteří jste neměli možnost přednášky shlédnout „naživo“, uvádíme alespoň abstrakta přednesených příspěvků. Dobrou zprávou je, že tyto odborné akce budou pokračovat i v roce příštím a že prvním přednášejícím bude pravděpodobně prof. Miloš Novotný (Indiana University, USA).

Characterization of noncovalent complexes of native and modified hemoglobins by Nano-ESI MS/MS

Dr. Antti Hesso (Finnish Institute for Occupational Health, Helsinki)

The characterization of interacting macromolecules is an important field of modern biological mass spectrometry. Noncovalent complexes are participating in various biological functions in physiological conditions. An interruption of normal interactions can lead to abnormalities and a diseased state. The complexity of the interactions necessitates the development of analytical methods which allow rapid structural characterization of interacting proteins and measurement of the stoichiometry of interacting subunits. The advantages of nano-ESI-MS and nano-ESI-MS/MS over other techniques include high sensitivity, fast analysis, the capability of obtaining stoichiometric information and the possibility to identify unknown noncovalent complexes.

Desorption Electrospray Ionization (DESI): A novel desorption ionization method for the analysis of biological samples

Dr. Zoltan Takats (Institute of Structural Chemistry, Chemical Research Center of the Hungarian Academy of Sciences)

DESI is a new ionization method which combines the advantageous features of MALDI and electrospray ionization. The method can be used both for the interrogation of natural surfaces such as biological tissues without sample preparation and as a traditional desorption ionization (DI) tool for the analysis of pre-deposited samples. DESI is implemented by directing a pneumatically assisted electrospray of a solvent (or appropriate solution) onto the surface of interest. Desorption ionization occurs on the impact of various sprayed species ranging from desolvated ions to multiply charged nanodroplets and the desorbed ions are transferred through air to the vacuum interface of the mass spectrometer. Biological samples analyzed by DESI include both living tissue and tissue sections (drug and metabolite analysis, chemical imaging), dried blood spots and other body fluids on filter paper (diagnostics of metabolic disorders), natural products (alkaloids in plant material) and pre-deposited proteins or protein digests (proteomics). One of the most important biological application of DESI is intact tissue analysis. Detection of various components of biological tissues and fluids (blood, liver, skeletal muscle) has been demonstrated from small organic molecules (amino acids, creatinine, carnitine) to proteins (hemoglobin, myoglobin). The experiment enables the crude biochemical imaging of tissues as well as the semi-quantitative detection of metabolites for diagnostic purposes. Sensitivity and specificity is sufficiently high for the detection of common metabolic diseases (PKU, MSUD) from serum or blood without sample preparation by using DESI-tandem mass spectrometry. DESI analysis of blood can also be applied for the rapid determination of drug levels as it was demonstrated in the case of immunosuppressant sirolimus. The method is also applicable for the analysis of bacterial cells. Similarly to intact cell, MALDI, DESI spectra of intact bacteria gives a characteristic fingerprint making strain level differentiation feasible. Detection of pathogenic *S. aureus*

from human skin was successfully demonstrated. Besides biological tissue/fluid analysis, DESI is applicable for the analysis of pre-deposited protein and protein digest samples. Unlike MALDI, DESI doesn't require the presence of matrix compounds and DESI spectra are similar to electrospray with regard to the presence of multiply charged ions. Feasibility of proteomic applications was demonstrated by the analysis of tryptic digests of various proteins including cytochrome C, lysozyme, bovine serum albumin and glycoprotein RNase B.

Use of mass spectrometry to study the structure and the interactions of proteins

Dr. Eric Forest (IBS, CEA-Grenoble, France):

In the post-genomic era, the interest in proteins appears again as they execute and control the majority of cellular activities. Through their interactions they play a critical role in cell function or dysfunction. Characterizing the structure of a protein and the interaction with its partners is a key step in the knowledge of its function and in the use of this protein either as a drug or as a drug target. Beside the well known role of mass spectrometry (MS) in proteomics, MS can provide useful information in structural biology when associated with other techniques. For more than ten years the combination of hydrogen exchange and MS has been widely used, providing views on protein structure and protein dynamics. Associating proteolysis with proteases working at low temperature and low pH, local information can be obtained. It enables the identification of the solvent accessible regions of a protein, the location of conformational changes induced by the binding of a partner and the following folding or unfolding of proteins. With the help of directed mutagenesis, it is also possible to finely define the interaction regions with ligands or other proteins. This method gives structure information in complement to the classical techniques such as NMR or X-ray crystallography. Compared to them, MS offers the advantage of requiring small amounts of sample in conditions close to the physiological ones. Furthermore MS can work much easier on large proteins or complexes. Several examples illustrating the power of this approach will be given.

New Frontiers in Mass Spectrometry of Biomolecules: Electron Capture Dissociation and Soft and Reactive Landing

Prof. František Tureček (Department of Chemistry, University of Washington, Seattle, WA, USA)

The first part of the lecture will cover interactions with electrons of multiply-charged peptide and protein ions that result in extensive dissociation of the peptide backbone that provides sequence information. Electron capture dissociation (ECD) and electron transfer dissociation (ETD) are emerging as alternative methods of peptide sequencing and localization of post-translational modifications by mass spectrometry. The molecular mechanisms of ECD and ETD are currently studied by experiment and theory with model amide and peptide systems.

The second part will address interactions of hyperthermal gas-phase biomolecular ions, such as amino acids, peptides, proteins, polysaccharides, and conjugates, with surfaces that result in soft and reactive ion landing. This emerging area of mass spectrometry has been applied to surface modifications to synthesize bioactive materials and for multichannel separations of mixtures by preparative mass spectrometry. New instruments will be presented that have been designed and built for soft and reactive ion landing. The mechanisms of ion discharge on plasma-treated metal surfaces will be discussed.

Detection of Horse Doping by Analytical Chemistry (Chaos before Chemistry)

Prof. John Mohaghan (President of the International Mass Spectrometry Society, UK)

The talk will cover issues related to the detection of horse doping in UK horseracing and the importance of MS and other techniques in that work, the history of doping, why doping occurs, the problems facing the analytical chemist and how we attempt to overcome these; examples of genuine doping cases - butazones and acepromazine - will be discussed.

The Utility of Ultra-high Resolution, Accurate Mass, and ECD from FTMS for the Analysis of Biomolecules

Dr. Gary Kruppa (vice-president of Bruker Daltonics, USA)

FTMS has been well-known as the highest performance mass spectrometry technique available in terms of mass accuracy and resolution. However, with MALDI-TOF and ESI-TOF instruments now available that can routinely achieve low ppm mass accuracy, and resolving powers ranging from 10,000 to 40,000 FWHM, many experiments that formerly required the power of FTMS can now be done with these smaller, less expensive and less complicated instruments. FTMS still offers the most powerful combination of ultra-high resolving power (resolution in excess of 100,000 FWHM is routine, and > 1,000,000 FWHM is achievable), mass accuracy and sensitivity. Thus, while the smaller, less expensive, and less complicated TOF based instruments are capable of performing many of the experiments that could formerly be solved only by FTMS, FTMS still has a niche in applications that require ultra-high resolution combined with good mass accuracy and sensitivity. The top-down approach to whole protein analysis, which involves fragmenting whole proteins directly in the mass spectrometer instead of working with enzymatic digests, is one example of an application where the performance of FTMS is essential for success. Furthermore, the new technique of Electron Capture Dissociation (ECD) has not been made available commercially with TOF type analyzers yet, and has only very recently been introduced on ion trap instruments. The combination of ECD, Infrared MultiPhoton Dissociation (IRMPD), and other advanced techniques available on the current generation of FTMS instruments makes them ideal for a variety of important top-down applications. Examples of top-down analyses performed by FTMS that would be difficult or impossible with other types of mass spectrometers will be shown.

2 THETA

Analytical standards and equipment

2 THETA ASE, s.r.o., P.S. 103, 737 01 Český Těšín

T/F: 558 732122, 224, M: 602 720747, 602 240553, E-mail: 2theta@2theta.cz,

firemní stránky: www.2theta.cz

PF 2006

Přejeme Vám hodně štěstí v novém roce 2006 a těšíme se na setkání s Vámi na našich akcích:

Zajištění kvality analytických výsledků, seminář, **27.-29. 3.**, Komorní Lhotka, Beskydy

Odborný garant: Prof. Meloun - Univerzita Pardubice

Ing. Tichý - ČMI Praha

Odběry vzorků, kurz, **29.-31. 3.**, Komorní Lhotka, Beskydy

Odborný garant: Doc. Ventura - Univerzita Pardubice

Ing. Klokočnicková - ČIA, o.p.s. Praha

Hutní analytika 2006, slovensko-česko-polská konference, **24.-28. 4.**, Vyhne, Slovensko

Odborný garant: SES Inspekt s.r.o., TLMAČE, Slovensko

Aktuální problematika hygienických laboratoří, konference, **16.-18. 5.**, Severní Čechy

Odborný garant: ZÚ se sídlem v Ústí nad Labem a ZÚ se sídlem v Liberci

ICP, AAS a elektroanalytické metody, Rentgenová spektrometrie, kurz, **5.-9. 6.**, Žermanická přehrada, Těšínsko

Odborný garant: Prof. Plško - Bratislava

Ing. Tomášek - VŠB - TU Ostrava

Mikroelementy 2006, seminář, **5.-7. 9.**, Medlov, Českomoravská vrchovina

Odborný garant: Dr. Koplík - VŠCHT Praha

Dr. Čurdová - Puncovní úřad Praha

Analýza organických látek, seminář, **9.-11. 10.**, Komorní Lhotka, Beskydy

Odborný garant: Doc. Ventura - Univerzita Pardubice

Prof. Jandera - Univerzita Pardubice

Prof. Ševčík - Karlova univerzita Praha



SPECTRO CS

Certifikace dle ISO 9001:2001

S.r.o.
Rudná 1361/51
700 30 Ostrava, Zábřeh

☎ 596 762 840, Fax: 596 762 849 e-
mail: info@spectro.cz www.spectro.cz

specialisté v oboru spektrometrie nabízejí:

PŘENOSNÉ A MOBILNÍ SPEKTROMETRY:

SPECTROSORT^{CCD}

- ruční přístroj, napájený z akumulátorku. Váha cca. 1 kg

SPECTROPORT^{CCD}

- analýza a určení jakosti za 4 sekundy
- široký rozsah analytických možností,
- kontrola záměny, třídění, analýza a vyhledávání jakosti materiálu
- zdroj jiskrový a obloukový, výkonný počítač, váha 12 kg

SPECTROTEST^{CCD} Novinka

- unikátní mobilní spektrometr s parametry laboratorního přístroje
- analýza včetně C, P a S

STACIONÁRNÍ - LABORATORNÍ SPEKTROMETRY:

SPECTROMAXx D Novinka

- rozsah vln. délek 233 až 670 nm, stolní provedení, váha cca. 60 kg.
- analýza Al, Zn, Pb, a Mg báze

SPECTROMAXx F (M) Novinka

- rozsah vln. délek 160(140) až 670 nm, provedení stolní a s podstavcem
- analýza Fe, Ni, Al, Cu, Zn, Pb, Sn, Co, Ti a Mg báze. Libovolná vlnová délka
- ICAL - recalibrace všech programů jediným vzorkem

SPECTROLAB F Novinka

- rozsah vlnových délek 160 – 800 nm, vysoká citlivost

SPECTROLAB M Novinka

- analytické moduly pro jednu nebo dvě báze, max. 48 kanálů
- rozsah vlnových délek 120 – 800 nm, včetně analýzy N, O a H, SSE
- analytické moduly pro všechny báze, maximálně 96 (128) kanálů

AUTOMATICKÉ SYSTÉMY:

SPECTROLUX

- bezobslužná provozní laboratoř, umístění v kontejneru pro nečisté prostř.

PŘÍSTROJE S ICP:

SPECTRO CIROS VISION

Novinka

- simultánní analýza všech čar mezi 120-800 nm za 10 sekund
- měření prvků včetně C, N, Br, I, Cl a suspenzí (tzv. „slurry“ technika)

RENTGENOVÉ SPEKTROMETRY:

SPECTRO X-LAB 2000

SPECTRO XEOS

SPECTRO MIDEX

SPECTRO PHOENIX

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

SPEKTROMETRY S DOUTNAVÝM VÝBOJEM: SPECTRUMA - Německo

SPECTRUMA GDA 150, 550, 650,
750

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

ZAŘÍZENÍ PRO MĚŘENÍ ČÁSTIC A SYPNÝCH HMOT FIRMY: SEISHIN - Japonsko

LMS-30 (laserový analyzátoř částic)

DALŠÍ PŘÍSTROJE

- stanovení velikosti částic 0,1 – 1000 μm, mokřý i suchý způsob měření
- hustoměry, tryskové mlýny, třídíčky, rozsévačky

ZAŘÍZENÍ PRO TRIBOTECHNIKU FIRMY - USA

LNF M, C

SPECTROIL

Ferografy, Fuel Snifer, Viskozimetry

- Analyzátoř velikosti částic v kombinaci s identifikací částic pomocí knihoven
- Opticko emisní spektrometr pro analýzu olejů
- chemické složení nečistot a aditiv, viskozita, ředění palivem atd.

CERTIFIKOVANÉ REFERENČNÍ MATERIÁLY:

Firem: MBH Analytical, Velká Británie, Hydro Bonn a SUS, SRN, Alcan Švýcarsko, Aluminium Pechiney Francie, a.j.

Zastoupení ve SR: SPECTRO APS, spol. s.r.o., Nachtigala 13, 036 01 Martin

Tel/Fax: +421 434 222 314. Mobil: +421 903 707 145, E-mail: spectroaps@spectroaps.sk

Na všechny produkty žádejte podrobnější informace

Soutěž o nejlepší práci v oboru spektroskopie mladých autorů (do 35 let), ročník 2005

Tomáš Matoušek

Samostatným bodem programu 80. schůze hlavního výboru Spektroskopické společnosti dne 14. prosince 2005 byly prezentace autorů prací přihlášených do soutěže mladých spektroskopiků a vyhlášení výsledků soutěže.

V kategorii A (diplomové práce) byla přihlášena jediná práce **Mgr. Olgy Grossové** z katedry analytické chemie PŘF UK, která byla ohodnocena 1. cenou.

V kategorii B (publikované původní práce a soubory prací) byly předneseny čtyři příspěvky. Lze konstatovat že všechny předložené práce byly excelentní. Hlavní výbor se rozhodl po vyrovnaném výsledku hlasování ocenit rovným dílem - peněžitou odměnou a cestovním grantem společnosti do výše 20 tisíc Kč - práce **Veroniky Horké, PhD** z Ústavu fyzikální chemie J.H. AV ČR, **Mgr. Pavla Řehulky, PhD** z Ústavu analytické chemie AV ČR a **Ing. Vladimíra Setničky, PhD** z Ústavu analytické chemie VŠCHT. Nevděčné čtvrté místo obsadil **Mgr. Zbyněk Špalt** z katedry analytické chemie PF MU. Abstrakta oceněných prací přinášíme níže.

Všem oceněným gratulujeme a doufáme, že stejně vysoké úrovně příspěvků bude dosaženo i v dalších letech.

Modulární L-design atomizátoru hydridů

Mgr. Olga Grossová

Školitel: doc. RNDr. Petr Rychlovský, CSc., Katedra analytické chemie, PŘF UK

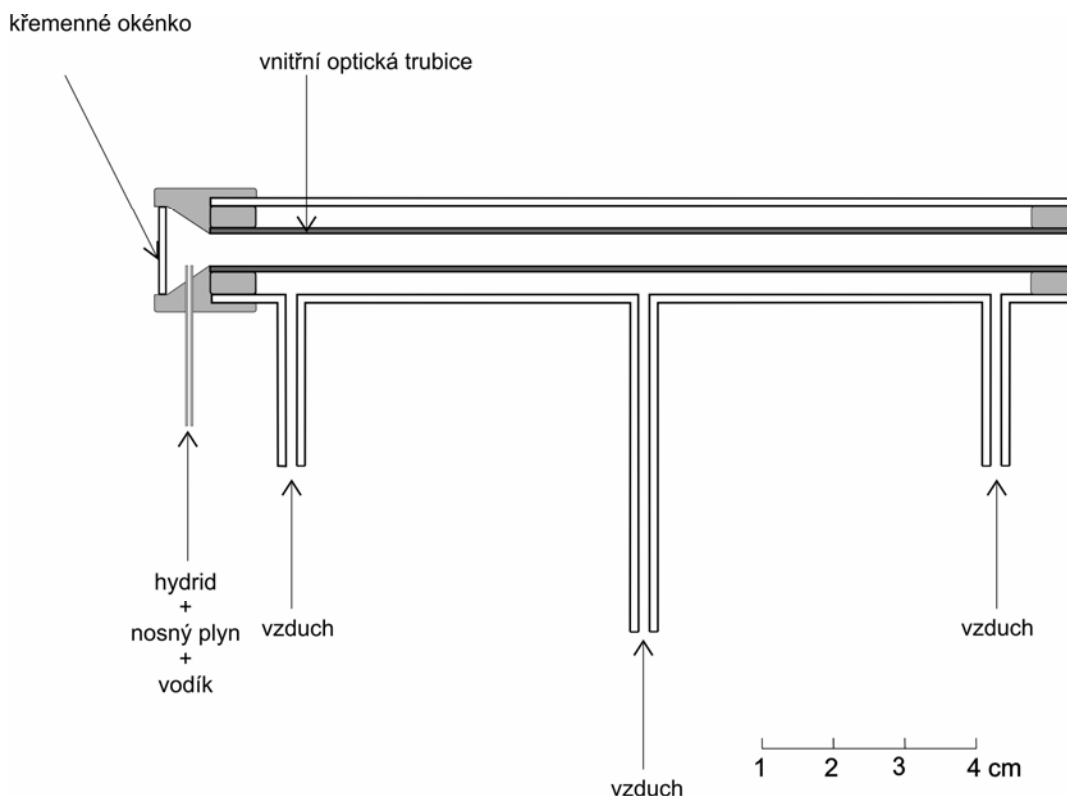
Konzultant: RNDr. Jiří Dědina, CSc., Ústav analytické chemie, AV ČR

Předkládaná diplomová práce se věnuje vývoji multiatomizátoru hydridů pro atomovou absorpční spektrometrii.

Pro zlepšení funkce stávajícího T-multiatomizátoru bylo v této práci navrženo nové uspořádání multiatomizátoru, tzv. modulární L-design atomizátoru hydridů. Hlavním přínosem tohoto uspořádání je snadná výměna vnitřních optických trubic.

V předběžných experimentech byla testována funkčnost nového uspořádání atomizátoru použitím manuálně děrované křemenné optické trubice stejných parametrů jako ve stávajícím T-multiatomizátoru. Všechny testované analytické parametry (linearita kalibračních funkcí, citlivost, opakovatelnost) takto sestaveného L-designu multiatomizátoru jsou na stejné úrovni jako u stávajícího multiatomizátoru uspořádání T. Tento výsledek umožňuje

nahradit výrobně komplikovaný T-multiatomizátor podstatně jednodušším a flexibilnějším L-designem.



Pomocí vyvinutého L-designu multiatomizátoru byly testovány různé optické trubice zvolené pro dosažení rovnoměrnějšího vyplnění jejich vnitřního objemu vodíkovými radikály. Nejprve byla testována optická trubice z křemenného skla, laserem vrtaná, se sedmi-násobně větším počtem otvorů, než v multiatomizátoru stávajícím a trubice z keramického materiálu. Keramický materiál se ukázal jako nevhodný kvůli velmi nízké citlivosti pravděpodobně způsobené vysokou reaktivitou povrchu. Ani laserem vrtaná křemenná trubice nevedla k žádoucímu zlepšení funkce multiatomizátoru. Zviditelnění proudění plynů multiatomizátorem prokázalo, že důvodem je příliš vysoká propustnost stěny optické trubice. Následkem toho dochází jednak ke ztrátám volných atomů analytu konvekcí nosného plynu do prostoru mezikruží a jednak k vysoce nerovnoměrnému přívodu kyslíku do optické trubice.

Zviditelnění proudění plynů T i L multiatomizátorem s manuálně děrovanou křemennou trubicí prokázalo vysokou propustnost stěn optických trubic i v těchto případech. Důvodem neideální funkce stávajících multiatomizátorů je, kromě uvažovaného nedostatečného vyplnění prostoru optické trubice vodíkovými radikály, i negativní vliv vysoké propustnosti stěnami optických trubic.

Proto byly hledány přístupy k realizaci optických trubic s nízkou propustností. Porézní křemenné sklo Porous Vycor se kvůli nevyhovujícím provozním charakteristikám, především nízké mechanické pevnosti, ukázalo prozatím nepoužitelné. Další testovanou optic-

kou trubicí byla křemenná trubice s miniaturními otvory o průměru jednotek mikrometrů vrtanými elektronovým svazkem. Experimenty s prvními modely těchto optických trubic naznačují, že při zvýšení hustoty takto vyvrtaných otvorů bez větších odchylek v jejich velikostech (což je v možnostech použité technologie), lze očekávat pokrok na cestě k optimální funkci multiatomizátoru.

Laser diode photoacoustic detection in the infrared and near infrared spectral ranges *Veronika Horká*

Významným motivačním a stimulujícím prvkem této práce byl požadavek vývoje levného a jednoduchého detekčního systému, který by identifikoval a kvantifikoval plyny. Toto zařízení by mělo být dostatečně citlivé a selektivní.

V této práci jsem popsala konstrukci jednoduché rezonanční optoakustické cely, kde jsem využila řadu moderních, velice účinných a komerčně dostupných prvků. Citlivost systému jsem testovala ve třech spektrálních oblastech 2100, 4300 a 6500 cm^{-1} pomocí vysoce rozlišených absorpčních spekter atmosfericky významných molekul (CO_2 , CO , NH_3 , CH_4 , N_2O , a OCS) a výsledky jsem vzájemně porovnávala.

Pro oblast 2100 cm^{-1} byl vybrán PbSe laser vyžadující chlazení tekutým dusíkem, zatímco MQW GaSb lasery použité v oblasti 4300 cm^{-1} patří k nově vyvinutým laserům, pracujícím při pokojové a vyšší teplotě. Porovnání těchto laserů bylo provedeno i v kratkovlnější spektrální oblasti, kde absorbuje pouze malá část molekul a je tedy omezena především na spektra vyšších harmonických a kombinačních pásů molekul (6300-6500 cm^{-1}). Pro tuto oblast byly vyvinuty výkonné komunikační polovodičové lasery pracující při pokojové teplotě. Výhodou těchto laserů je jejich vyšší výkon (10-15 mW), zatímco u PbSe a GaSb laserů se výkon pohybuje okolo 1 mW a méně. Naopak jejich nevýhodou je emise ve spektrální oblasti, kde již molekuly absorbují záření daleko méně. Pomocí identické aparatury jsem porovnávala absorpci vybraných molekul v těchto třech zcela rozdílných spektrálních oblastech. Nejnižší detekční limit byl dosažen pro NH_3 , konkrétně 100 ppb. Citlivost tohoto systému byla testována pomocí detekce nízkých koncentrací plynu CO_2 a NH_3 ve výfukových plynech.

Identifikace bílkovin prostřednictvím MALDI-TOF hmotnostní spektrometrie *Pavel Řehulka*

Ústav analytické chemie, Akademie věd ČR, Veveří 97, 611 42 Brno; rehulka@iach.cz

V současné postgenomické éře představuje proteomická analýza bílkovin důležitou součást výzkumu mnoha biologických procesů. Rychlá a citlivá identifikace bílkovin je nutným předpokladem pro poznání dynamických dějů v živých organismech.

Moderní způsob identifikace bílkovin je založen na kombinaci vhodné separační metody (např. gelová elektroforéza), hmotnostně-spektrometrické analýzy peptidů vzniklých enzymatickým štěpením separovaných bílkovin a databázového vyhledávání pomocí získaných experimentálních dat. Rozvoj v oblasti separačních metod, sekvenování genomů a především hmotnostní spektrometrie poskytuje možnosti identifikace bílkovin z minimálního množství analyzovaného materiálu v relativně krátkém čase.

Hmotnostní spektrometrie MALDI-TOF je v současné době nejpoužívanější technikou při identifikaci bílkovin pomocí metody *peptide mass fingerprinting*. Lze ji též použít pro analýzu *post-source decay* k získání strukturní informace analyzovaného peptidu vedoucí též k identifikaci bílkoviny. Nutným předpokladem úspěšné analýzy je pečlivá příprava vzorku, která často spočívá v efektivním odstranění přítomných solí negativně interferujících v procesu ionizace a detekce molekul analytu.

Metoda identifikace bílkovin prostřednictvím MALDI-TOF hmotnostní spektrometrie byla úspěšně aplikována na bílkoviny extrahované z obilky ječmene Osbornovým extrakčním postupem.

Spektroskopie vibračního cirkulárního dichroismu: Účinný nástroj studia struktury biologicky významných a supramolekulárních systémů

Ing. Vladimír Setnička, Ph.D.

Ústav analytické chemie, Vysoká škola chemicko technologická, Praha

Spektroskopie vibračního cirkulárního dichroismu (VCD) je moderní spektroskopická metoda, která se v poslední době stává významným nástrojem strukturní analýzy opticky aktivních látek. Spektroskopie VCD spojuje výhody infračervené spektroskopie (velké množství vibračních přechodů) s konformační citlivostí spektroskopie elektronového cirkulárního dichroismu (ECD). Zatímco spektroskopie ECD je poměrně rozšířená díky dlouhodobé dostupnosti komerčních spektrometrů, spektroskopie VCD byla donedávna pro svou experimentální obtížnost doménou jen několika málo laboratoří.

Spektra VCD poskytují jedinečnou informaci o struktuře mnoha typů látek, jako jsou malé chirální molekuly, peptidy, bílkoviny, oligonukleotidy, nukleové kyseliny, sacharidy, farmaceutické produkty a mnohé další. Právě při konformačních studiích složitých biologicky významných molekul, převážně makromolekulárního charakteru, nachází spektroskopie VCD své významné místo. Tato metodika rovněž umožňuje studium biologických látek v jejich přirozeném prostředí, tedy ve vodných roztocích, a do určité míry tedy dovoluje měnit i fyzikálně chemické parametry roztoků, což dále poskytuje informace o konformačních změnách a případných vzájemných interakcích těchto látek.

Ve dvou předložených pracích byla metodika VCD použita spolu s infračervenou spektroskopií ke studiu prostorového uspořádání středně velkých farmaceuticky významných

molekul a získaná spektra byla interpretována na základě semiempirických korelací a kvantově-mechanických *ab-initio* výpočtů.

V oblasti studia struktury velkých biomolekul, biopolymerů, byla spektroskopie VCD užita ke sledování konformačních změn polypeptidických matic vyvolaných nekovalentními interakcemi s vybranými porfyriny (dvě předložené práce). V těchto pracích byla využita přednost spektroskopie VCD sledovat lokální strukturní změny biopolymerů, zatímco v předchozích publikacích byl důraz kladen především na sledování porfyrinové části komplexu. Výsledky VCD studií nově ukázaly, že délka peptidového řetězce má zásadní vliv na konformaci peptidové části komplexu.

Strukturní studie samoskladných systémů (self-assembly) prezentované ve dvou předkládaných pracích představují vůbec první použití VCD techniky v supramolekulární chemii. Kromě studia sol-gel fázových přechodů brucin-porfyrinového gelátoru a s tím spojených změn v jeho optické aktivitě byla pozornost zaměřena na studium struktury asociátů chirálních dikarboxylových kyselin. Na základě VCD spekter bylo zjištěno, že v roztocích mohou tyto kyseliny vytvářet tetramerní struktury, jejichž přesná geometrie byla získána *ab-initio* výpočtem. Jedná se pravděpodobně o prozatím největší molekulární systém, pro něž byla VCD spektra pomocí *ab-initio* výpočtů úspěšně simulována. Z pohledu spektroskopie se jedná o zcela nový přístup zkoumání takto složitých systémů.

Laserově ablační syntézy s hmotnostně spektrometrickou detekcí:

Nový přístup k tvorbě a detekci sloučenin

Zbyněk Špalt a Josef Havel

*Katedra analytické chemie, Přírodovědecká fakulta Masarykovy univerzity, Kotlářská 2, 611 37 Brno
spalt@mail.muni.cz*

Moderní chemické metody často využívají elektromagnetické záření a lasery. V této práci byla studována možnost aplikace laserů pro studium procesů laserové ablace a syntézu (generování) nových sloučenin. Laserové ablační (LA) syntézy s hmotnostně spektrometrickou (TOF-MS) detekcí jsou založeny na LA, případné desorpci vzorku a ionizaci spojenou s následnou detekcí sloučenin, které vznikají v různých fázích těchto procesů.

Byla studována tvorba arsenových klastrů se snahou připravit analoga fullerenu, LA-syntézy nových As sulfidů a LA-syntézy oxidu selenového. Laserovou ablací kovového As (čistota 99.997 %) byly generovány klastry As_n ($n = 2-7$), tvorba klastrů As_n ($n = 20, 60$) fullerenového typu předpokládaná kvantově-chemickými výpočty nebyla za daných experimentálních podmínek potvrzena. Dále jako prekurzory pro laserovou ablační syntézu byly použity sulfidy arsenu As_2S_2 , As_2S_3 , As_2S_5 a jejich směsi se sírou. Bylo generováno velké množství různých sulfidů arsenu (AsS , AsS_3 , As_2S , As_2S_2 , As_2S_3 , As_2S_5 , As_2S_7 , As_3S , As_3S_4 , As_4S_3 , As_4S_4), jejichž stechiometrické složení bylo určeno na základě izotopového modelování. Vůbec poprvé bylo popsáno následujících třináct zcela nových sul-

fidů arsenu: AsS_2 , AsS_4 , AsS_5 , AsS_6 , AsS_7 , AsS_8 , As_2S_4 , As_2S_6 , As_3S_2 , As_3S_3 , As_3S_5 , As_3S_6 , As_3S_7 . V další části práce byly studovány procesy v plynné fázi při LA oxidu seleničitého. Bylo zjištěno, že SeO_2 podléhá fotolýze a vzniku iontů jako např. O^- , O_2^- , O_3^- , SeO^- , SeO_2^- , SeO_3^- , SeO_4^- , Se_2O_7^- . Vznik oxidu selenového, SeO_4 , byl popsán vůbec poprvé. Identita jednotlivých specií byla ověřena na základě simulace izotopových patternů a pomocí strukturní analýzy PSD (Post-Source Decay). Navržený mechanismus procesů probíhajících v plynné fázi byl podpořen kvantově-chemickými *ab initio* výpočty.

Laserově ablační syntéza se ukázala nejen jako vhodná metodika studia vlastních procesů laserové ablace materiálů, ale i jako užitečný postup pro generování sloučenin perspektivních pro přípravu nanomateriálů.

NABÍDKOVÁ A POPTÁVKOVÁ SLUŽBA ČLENŮ SPOLEČNOSTI

**Laboratoř rentgenové difraktometrie VŠCHT v Praze
nabízí na odkup následující 2 přístroje:**

Difraktometr Dron-UM-1 ruské firmy Burevestnik, r.v.1982. Horizontální difraktometr je v provozu, k dispozici je digitální záznam intenzit na počítač. Součástí jsou 3 rtg lampy - Cu, Co, a Cr.
Cena 20.000Kč.

Difraktometr ISO Debyeflex německé firmy Seifert, r.v.1986. Horizontální difraktometr je v provozu, je k dispozici digitální záznam intenzit na počítač. Součástí je Cu rtg lampa.
Cena 20.000Kč.

Informace podá:

RNDr. Jaroslav Maixner, CSc.

Centrální laboratoře VŠCHT v Praze

Technická 5, 166 28 Praha 6

220 444 201, 220 445 023, 604 842 790

maixnerj@vscht.cz

PLÁNOVANÉ AKCE V ROCE 2006

- Kurz měření vibračních spekter (23. – 27. 1.)
- Kurz interpretace vibračních spekter (30.1. – 3. 2.)
- Seminář rentgenové spektrometrie (20. – 23. 3.)
- Kurz AAS II (15. – 18. 5.)
- Seminář IAA 06 (2. – 3. čtvrtletí)
- Seminář o speciální analýze (září)

Dále je Společnost spolupořadatelem

- 15th Radiochemical Konference (23. – 28. 4.)
- International Mass Spectrometric Konference (27.8. – 1.9.)
- OS Mössbauerovy spektroskopie je spolupořadatelem mezinárodní konference Mössbauer Spectroscopy in Materials Science 2006
- OS magnetické rezonanční spektroskopie pořádá NMR Valtice.

Informace a přihlášky poskytne sekretariát Společnosti.

NABÍDKA PUBLIKACÍ SPEKTROSKOPICKÉ SPOLEČNOSTI JMM

Skripta AAS I – základní kurz (2003)	387,- Kč
Inorganic Environmental Analysis	161,- Kč
Referenční materiály (přednášky)	93,- Kč
Názvosloví IUPAC (Part XII: Terms related to electrothermal atomization; Part XIII: Terms related to chemical vapour generation)	35,- Kč
Kurz ICP pro pokročilé	120,- Kč
Kurz AAS pro pokročilé (1996)	120,- Kč
Kurz Spojení HPLC/MS (2001)	300,- Kč
12. Spektroskopická konference: program, abstrakta příspěvků, seznam účastníků	190,- Kč
Souhrn přednášek ze semináře Radioanalytické metody IAA'03	62,- Kč
Souhrn přednášek ze semináře Radioanalytické metody IAA'04	78,- Kč

Objednávky (do vyčerpání zásob) přijímá písemně nebo telefonicky sekretariát Společnosti (tel. 233 332 343, e-mail: immss@spektroskopie.cz).

Kapesní průvodce moderní vědou:

1. Je-li to zelené nebo se to hýbe, patří to do biologie.
2. Smrdí-li to, patří to do chemie.
3. Nefunguje-li to, patří to do fyziky.
4. Je-li to nesrozumitelné, patří to do matematiky.
5. Zní-li to jako nesmysl, patří to buď do ekonomie nebo do psychologie.

Arthur Bloch: Murphyho zákon.

Spektroskopická společnost Jana Marka Marci

<http://www.spektroskopie.cz>

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

redakční rada:

prof. RNDr. Josef Komárek, DrSc. (předseda)
Ing. Josef Čáslavský, CSc., prof. RNDr. Viktor Kanický, DrSc.
tech. redakce: RNDr. Milan Fara, CSc. a Pavla Vampolová

redakční uzávěrka: 30. 12. 2005

uzávěrka příštího čísla: 31. 3. 2006