



Československá spektroskopická společnost
ČESKOSLOVENSKÁ SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST

Bulletin

29

1978

Čs. spektroskopická spol.
při ČSAV
KNIHOVNA
Přirůstk. č. 142

B u l l e t i n

Číslo 29

prosinec 1978

Dne 19. prosince 1978 se konala 26. schůze hlavního výboru v Národním technickém muzeu v Praze 7.

Ing. Petr Trška přednesl návrh předsednictva hlavního výboru na udělování plakety Jana Marca Marci. Hlavní výbor návrh schválil. Plaketu Jana Marca Marci uděluje Čs. spektroskopická společnost jednou ročně pracovníkovi, který se významnou měrou zasloužil o rozvoj spektroskopie v Československu nebo rozhodným způsobem přispěl k rozvoji některého spektroskopického oboru. Plaketa je bronzová, s portrétem Jana Marca Marci, vyrytým letopočtem a jménem pracovníka. Plaketa se uděluje na Valném shromáždění Čs. spektroskopické společnosti každého roku. Plaketu lze udělit i významným zahraničním pracovníkům při jejich návštěvě v Československu. Spolu s plaketou se pracovníkovi předá zvláštní diplom, na kterém je specifikován důvod udělení plakety.

Návrh na udělení plakety může podat kterýkoliv člen Společnosti; návrhy se předávají sekretariátu v termínu do 30.6. každého roku. Návrhy se podávají písemně a musí obsahovat jméno navrženého pracovníka a stručné zdůvodnění návrhu. Návrh posuzuje komise složená z předsedy, vědeckého tajemníka a předsedů sekcí. Definitivní výběr provede na návrh komise předsednictvo hlavního výboru. Nositelé plakety jsou evidováni ve zvláštní knize cti Československé spektroskopické společnosti při ČSAV.

Na návrh předsednictva hlavního výboru se hlavní výbor usnesl předat plaketu Jana Marca Marci za rok 1978 prof. Františku Čútovi.

Na návrh předsednictva byl zvolen předsedou přístrojové komise Ing. František Bek z n.p. Stavební geologie Praha.

Dr. Rubeška požádal, aby z pracovních důvodů byl zproštěn funkce vedoucího odborné skupiny atomové absorpční a plamenové spektroskopie. Hlavní výbor vzal žádost Dr. Rubešky na vědomí a vedoucím odborné skupiny jmenoval Dr. Václava Sychru, CSc z VŠCHT Praha.

Hlavní výbor se usnesl, že 6.čs.spektroskopická konference v roce 1980 bude pořádána ve spolupráci s Pedagogickou fakultou v Nitře.

Valné shromáždění Československé spektroskopické společnosti se konalo dne 19. prosince 1978 v kinosále Národního technického muzea v Praze 7.

V úvodu zasedání uctili účastníci minutou ticha památku Ing. Jana Jokla, CSc.

Dr. Josef Kuba předal prof. Josefu Čtovi plaketu Jana Marca Marci.

Dr. Ivan Rubeška přednesl zhodnocení činnosti za uplynulé období.

Ing. Zdeněk Kosina podal zprávu o hospodaření Společnosti za rok 1978.

V odborné části zasedání byly předneseny přednášky:

Petr Lokaj, Matematicko-fyzikální fakulta UK, Praha : Optoakustická či fotoakustická spektroskopie (Fyzikální aplikace).

Po absorpci elektromagnetického záření zkoumaným vzorkem může excitovaná soustava vlivem intramolekulárních procesů zářivě nebo nezářivě degradovat. Pro fotoakustickou (FA) spektroskopii (1) je důležitá nezářivá (tepelná) složka, která způsobí zahřátí okolního prostředí a s tím související změnu tlaku uvnitř FA cely. Tuto tlakovou změnu detekujeme citlivými mikrofony. FA spektroskopie je tudíž nejučinnější v systémech s nízkým kvantovým výtěžkem luminiscence.

Jestliže vznikající zvukové (tlakové) vlny snímáme přímo v prostředí, ve kterém jsou buzeny absorpcí a následnou tepelnou degradací, hovoříme o přímém uspořádání. Toto uspořádání je velmi vhodné pro studium kapalin (2) nebo plynů (3). U kapalin můžeme s výhodou použít jako mikrofony piezokeramické měniče (4). Z hlediska spektroskopických aplikací je však důležité, aby energie absorbovaná v kapalině během jedné periody byla menší než skupenské teplo výparné resp. mez mechanické (dielektrické) pevnosti kapaliny.

V tzv. nepřímém uspořádání snímáme akustický signál v plynu, jenž danou látku v uzavřené cele obklopuje. Tlakové změny jsou vybudeny časově a prostorově proměnným tepelným tokem ze vzorku, v němž dochází k absorpci modulovaného světelného svazku do okolního neabsorbujícího plynu.

Jednou z nejdůležitějších vlastností FA jevu pro jeho analytické aplikace je korelace mezi amplitudou tlaku a množstvím absorbované světelné energie. Při vhodném uspořádání lze dosáhnout, aby tato závislost byla lineární a na základě toho měřit koeficient optické absorpce popř. spektra, která jsou v korelaci s opt. absorpčními spektry. Vedle jed-

nofotonových spekter lze úspěšně studovat i vícefotonové absorpce. FA spektroskopie je velmi výhodná pro studium opticky nehomogenních materiálů (prášky, gely, amorfni látky aj.) nebo slabě absorbujících vzorků (skla), které konvenčním způsobem můžeme obtížně studovat.

Pomocí FA spektroskopie měříme přímo tepelnou energetickou účinnost. Za předpokladu, že fotochemické ztráty můžeme zanedbat a že neexistují přechody s velmi dlouhou dobou života, lze snadno stanovit kvantové výtěžky luminiscence. Kvantový výtěžek se jednoduše určí porovnáním FA signálu pro zkoumaný vzorek a normál (roztok s kvantovým výtěžkem ~ 0). Jestliže změříme současně množství vyzářené světelné energie (luminiscence) a množství přeměněné energie na teplo (FA signál), můžeme usuzovat o fotochemické aktivitě.

Velikost FA signálu v plynové cele je frekvenčně a fázově závislá na prostorovém koeficientu absorpce. Můžeme tedy s výhodou rozlišovat optické absorpce na povrchu a v objemu, měřit rozdělení koeficientu absorpce ve vzdálenosti a takto studovat radiační poškození materiálu, zkoumat porezitu, velikost částic apod. FA jev lze využít i ke studiu akustických vlastností materiálů v nichž konvenčním způsobem nejde generovat zvuk.

Výrazné zlepšení dosáhneme použitím laserů. Lahman a Koch (3) např. s 1 mW laditelným barvivovým laserem detekovali SO_2 o koncentracích až 0,12 ppb. Další pokrok lze v dohledné době očekávat v nízkoteplotní FA spektroskopii a ve studiu fázových závislostí.

Literatura

- (1) Rosencwaig A., Phys. Today 28 /1975/, 23.
- (2) Lokaj P., Sladký P., Acta Phys. Slov. 27 /1977/, 289.
- (3) Koch K.P., Lahmann W., Appl. Phys. Lett. 32 /1978/, 289.
- (4) Sladký P., Čs. čas. fyz. A27 /1977/, 506.

Roman Řeřicha, Ústav teoretických základů chemické techniky ČSAV, Praha : Optoakustická či fotoakustická spektroskopie.

Objev optoakustického efektu byl nezávisle publikován Bellem, Tyndalem a Röntgenem r. 1881 (1 - 3). Podstata jevu spočívá v degradaci absorbované "ušlechtilé" energie na teplo nezářivými intramolekulárními přechody : (elektronická - - vibrační \rightarrow rotační) - - translační. Ozařováním studované látky (pevné, kapalná, plynná) přerušovaným paprskem světla (chopping) vznikají ve vzorku tepelné rázy, přenesené plynem v květetě (studovaným či inertním), které lze detekovat jako zvuk či tón. (Existuje i jev inverzní : lze detekovat světlo, např. fotograficky, emitované látkou "ozařovanou" ultrazvukem.) Výška tónu závisí na chopping frekvenci (obvykle stovky až tisíce cyklů za sekundu), jeho intenzita na množství absorbované energie. Jinými slovy, intenzita zvuku závisí nejen na intenzitě absorbovaného světla, ale i na energii fotonů, tj. optoakustický jev je účinnější v ultrafialové

než v infračervené oblasti. Záznam intenzity zvuku v závislosti na vlnové délce absorbovaného světla představuje absorpční spektrum studované látky, v principu shodné s klasicky získaným spektrem. Rozdíl je pouze v experimentálním uspořádání: neměří se intenzita světla zorkem prošlého či odraženého, ale absorbovaného, detektorem není fotonásobič, ale mikrofon. Jde o mikrofony velmi citlivé (1-10 mV/Pa), miniaturní a s nízkým vlastním šumem. Dnes již existují spektrometry komerční pro blízkou ultrafialovou a viditelnou oblast (např. Princeton Applied Research, USA; cena (1978) : asi 30 000 US \$) nebo výzkumné pro blízkou infračervenou oblast. V podstatě jde o spektrometry s klasickým zdrojem záření a dispersní jednotkou (hranol nebo mřížka), vybavené modifikovanou kyvetou s mikrofonem. Přehled dosavadních typů spektroskopii v ultrafialové a viditelné oblasti je v Tab. I.

Uspořádání	Měřená int. světla	Detektor
Transmisní	prošlého	fotonásobič
Reflexní	odraženého	fotonásobič
Fluorescenční	emitovaného	fotonásobič
Optoakustické	pohlčeného	mikrofon

Intenzivní absorpce a rozptyl světla pevnými vzorky bývala nevýhodou a překážkou měření jejich absorpčních spekter v transmisním uspořádání. Pro optoakustický záznam spektra je silná absorpce vzorkem naopak výhodná, zlepšuje mez postřehu dané látky. Pevné vzorky netřeba předem upravovat (sušení, homogenizace, lisování ap.) a lze tedy studovat směsi, suspence aj.; výsledné spektrum je součtovou křivkou všech absorbujících složek. Další výhodou optoakustického uspořádání je malá spotřeba vzorku : běžné množství 0,1 cm³, postačující 1 mm³, minimální kolem 1 ul. Rozlišení bývá stejné nebo lepší než u klasického záznamu spektra, interpretace zůstává doménou kvantové chemie. Optoakustická spektroskopie již našla uplatnění při studiu katalyzátorů, minerálů, v soudní chemii, zbožiznalectví aj. Nyní již existuje několik přehledných referátů (4-6). Zcela nový spektroskopický přístup znamená použití laserů jako zdroje excitujícího záření. Bude-li laser navíc laditelný v širokém spektrálním oboru, je to předzvěst zániku klasických spektrometrů pro ultrafialovou, viditelnou a blízkou infračervenou oblast.

1. Röntgen W.C.: Phil. Mag. 11, 308 (1881).
2. Bell A.G.: Phil. Mag. 11, 510 (1881).
3. Tyndall J.: Proc. Roy. Soc. (London) 31, 307 (1881).
4. Harshbarger W.R., Robin M.B.: Accounts Chem. Res. 6, 329 (1973).
5. Rosencweig A.: Anal. Chem. 47, A592 (1975); Physics Today 28, 23 (1975).
6. Kirkbright G.F.: Proc. XX. Colloq. Spectr. Int., Vol. I, str. 313. St. ped. nakl., Praha 1977.

Ve dnech 23.-27. října 1978 byl v hotelu Churáňov uspořádán seminář o použití spektroskopických metod při zjišťování atmosférických škodlivin. Na semináři byla zhodnocena široká škála metod, používaných pro monitorování životního prostředí.

Seminář připravil a řídil Dr. Bedřich Moldan, CSc.

Byly předneseny přednášky:

Jiří Novák, Hydrometeorologický ústav, Ústí nad Labem : Metody stanovení plynných anorganických imisí.

František Zrček, Výzkumný ústav FMV, Praha: Sledování atmosféry lidarem.

Pavel Ságnér, Chemoprojekt, Praha : Problematika měření imisních koncentrací některých závažných škodlivých elementů v okolí chemických závodů v CSR.

Pavel Engst, Ústav fyzikální chemie a elektrochemie J. Heyrovského ČSAV, Praha : O možnosti detekce metanu v atmosféře.

Kamil Sárka, Ústav anorganické chemie SAV, Bratislava : Meranie účinných prierezov Ramanovho rozptylu.

Jiří Jäger, Institut hygieny a epidemiologie, Praha : Využití luminiscence při analýze znečištěného ovzduší.

Petr Lokaj, Ludvík Parma, Ivan Pelant, Pavel Sládký, Matematickofyzikální fakulta UK, Praha : Poslední pokroky ve fotoakustické spektroskopii atmosférických škodlivin.

Bedřich Moldan, Ústřední ústav geologický, Praha : Analýza srážkových vod.

Dana Fottová, Ústřední ústav geologický, Praha : K interpretaci výsledků analýz srážkových vod v oblasti Trnávky.

Zdenka Bartáčková, Hydrometeorologický ústav - OSOČO, Praha : Analýza srážkových vod a atmosférické síry.

Jiřina Korečková, Ústřední ústav geologický, Praha : Stanovení Pb atomovou absorpční spektrometrií ve srážkových vodách pomocí ETA.

Petr Püschel, Výzkumný ústav pro hnědé uhlí, Most : Využití atomové absorpční spektrometrie pro stanovení metalických a metaloidních prvků ve srážkových vodách.

Vladislav Kubelka, Vysoká škola chemickotechnologická, Praha : Detekce a identifikace základních látek z vodných prostředí.

Jaroslav Šantroch, Hydrometeorologický ústav, Praha : Použití spektroskopických metod při analýze aerosolů.

Jaroslav K n í ž e k , Výzkumný ústav organických syntéz, Pardubice - Rybitví : Stanovení malých kvant uhlovodíků ve vodách kontaminovaných minerálními oleji.

Bedřich B i n e k , Ústav fyzikální chemie a elektrochemie J. Heyrovského, ČSAV, Praha : Poznatky z provozu komplexní monitorovací stanice dispersního znečištění atmosféry.

Ivan O b r u s n í k , Ústav jaderného výzkumu, Řež u Prahy : Aktivační analýza aerosolů a popílků.

Tibor G á l , katedra fyziky Pedagogické fakulty, Nitra : Hmotnostno-spektrometrická metoda pro analýzu aerosolů z iskrovým zdrojem.

Irena T e s a ř o v á , Hydrometeorologický ústav - CSOČO, Praha : Měření Pb v městském aerosolu pomocí atomové absorpční spektrometrie.

Dana K o l i h o v á , Olga V y s k o č i l o v á , Robert H l a v á č , Jiřina O l i v o v á , Vysoká škola chemicko-technologická, Praha : Sledování obsahu olova v pražském ovzduší bezplamenovou absorpční spektrometrií pomocí vzorkovače fy VARIAN.

Jaromír S p o n a r , Krajská hygienická stanice, Brno : Plamenová atomová absorpce při stanovení rtuti, kadmia a olova ve volném ovzduší.

Miloš H e j t m á n e k , Jiří D o l e ž a l , VŠCHT, Emil K o p ř i v a , Dobroslav Š i n d e l á ř , ORGREŽ, Most : Sledování rtuti v aerosolech ovzduší atomovou absorpční bezplamenovou spektrometrií.

Souhrny přednášek byly publikovány ve sborníku konference, který je k dispozici v sekretariátu Společnosti.

SEKCE OPTICKÉ ATOMOVÉ SPEKTROSKOPIE

23. pracovní schůze na téma "Rozvoj metody roztokové spektrochemické analýzy s plazmovým zdrojem" se uskutečnila dne 16. listopadu 1978 v n.p. Lachema Brno. Schůzi řídil Dr. Jan Mráz.

Byly předneseny přednášky:

Ivan R u b e š k a , Ústřední ústav geologický, Praha, Jan M r á z , Výzkumný ústav ČKD, Praha: Aplikace plazmových výbojů v rozvoji spektrochemických analytických metod.

Problematika spektrochemické analýzy se v posledním období stále více koncentruje do dvou výrazných problémových oblastí:

- 1) zdrojů záření
- 2) analytických vzorků.

Jsou hledány cesty jak odstranit nepříznivé rušivé vlivy, případně jak tyto vlivy potlačit pod hranici přístupné tolerance. Jde zejména o rušivé vlivy matrixového efektu souvisejícího s chemickým složením a fyzikálním stavem analyzovaného vzorku, o interelementární a fyzikální efekty v procesu převodu materiálu do plazmatického stavu, narušující vyváženost energetické bilance.

V tomto smyslu jsou velké naděje skládány do vývoje plazmových výbojů. V porovnání se současnými klasickými zdroji záření by plazmové zdroje měly přinést zejména lepší časovou a prostorovou stabilitu výboje a v důsledku toho i vyšší přesnost měření intenzity záření spektrálních analytických čar, tedy vyšší přesnost analytických výsledků. Současně vyřešily celkem uspokojivě problém spektrochemické roztokové analýzy a to tak, že se právě roztoková analýza stává předností. Analytický vzorek převedený do roztoku je samozřejmě v každém svém objemu reprezentativní,

což nelze tvrdit o většině pevných vzorků. Roztoková analýza výrazně zjednodušuje problematiku srovnávacích vzorků. Do určité míry lze pracovat při kalibraci i se syntetickými vzorky. Výrazně se potlačuje působení matrixového efektu.

Velké úsilí, které v uplynulých letech bylo věnováno výzkumu a vývoji plazmových výbojů věnováno dospělo do stadia, kdy dnes jsou již komerčně vyráběny přístroje a metodika s použitím plazmového výboje patří k neaktuálnějším tématům v rozvoji spektrometrické analýzy. I v ČSSR bylo již instalováno několik různých přístrojů.

Lze předpokládat, že středem současného i budoucího zájmu se stanou zřejmě následující otázky:

- a) zjištění meze postřehu
- b) studium rušivých vlivů matrixového efektu, zejména vliv na pozadí a směrnici kalibrační křivky
- c) zdokonalení a racionalizace metodiky z hlediska obsluhy
- d) ekonomická efektivnost zařízení a jeho provozu.

Jiří T o m a n , Geologický průzkum, n.p. Ostrava, závod Brno : Výber pracovních podmínek pro simultánní multi-elementární spektrometrickou analýzu složitějších, zvláště geologických vzorků pomocí indukčně vázaného plazmatu (ICP).

Instrumentace pro ICP v emisním uspořádání, která se začala v minulých 2 letech v laboratořích v ČSSR používat, umožňuje často v poměrně širokém rozmezí nastavovat řadu parametrů, které podstatným způsobem ovlivňují analytické vlastnosti systému. Vzhledem k tomu, že se jednotlivé systémy ICP od sebe často značně liší (frekvencí a typem generátorů, příkonem do výboje, geometrií uspořádání "hořáků" (plazmových hlavic) a pracovní cívky, průtoky a druhem používaných plynů, možností výběru pozorovací výšky, způsobem zobrazení zdroje do spektrometru, přípravou analyzovaného aerosolu a jeho transportem), je třeba pracovní podmínky volit vždy podle určitého systému ICP, způsobu měření spektrálních intenzit a v neposlední řadě podle charakteru analyzovaných vzorků.

Přístup k volbě pracovních podmínek je zásadně závislý na způsobu měření intenzit spektrálních čar.

Stanovení jednotlivého elementu umožňuje volit prakticky optimální podmínky podle charakteru určitého prvku a jeho analytické spektrální čáry s přihlédnutím k předpokládaným rušivým vlivům.

Automatické sekvenční multielementární analyzátoři umožňují zpravidla optimalizovat pro jednotlivé prvky výšku měření v plasmatu, při čemž ostatní parametry jsou zachovány konstantní.

Simultánní multielementární analýza vyžaduje pro stanovení zvolené skupiny prvků samozřejmě volbu jediné kombinace parametrů aparatury, což představuje vždy kompromisní

řešení. Možnosti tohoto řešení jsou ukázány na základě studia vlivu měnitelných úrovní základních instrumentálních faktorů ICP: příkonu, pozorovací výšky a průtoku plynů, zejména injektorového Ar. Stručně jsou shrnuty v literatuře dosud uváděné a používané postupy.

Možnosti výběru těchto podmínek postupným měřením úrovně jednoho ze sledovaných faktorů jsou uvedeny na přístrojovém uspořádání GPO Brno 50 MHz⁽¹⁾ ICP se simultánním vícekanálovým automatickým spektrometrem osazeným převážně atomovými čarami prvků je ukázán výrazný vliv zvláště příkonu do plasmatu a průtoku injektorového Ar. Na skupině prvků: Cu, Co, Ni, Ga, In, Zn, Cd a Pb je ukázáno odlišné chování Zn a Cd jako prvků s vyššími ionizačními a čar s vyššími excitačními potenciály proti chování prvků ostatních.

Pro analýzu složitějších materiálů s proměnným složením matrice (na př. geologických materiálů) je mimořádně důležité vyšetřit zejména rušivé vlivy. Proto byly pro uvedenou skupinu prvků na konstantní úrovni příkonu (1,4 kW) sledovány interferenční vlivy jak spektrální, tak matriční a jejich významnost v závislosti na proměnném průtoku injektorového Ar, příp. pozorovací výšky. Jsou ukázány významné rušivé vlivy rozptylu záření čar Ca a Mg a jejich změny v závislosti na geometrii použitého uspořádání plazmové hlavy - pracovní cívky.

Ze sledovaných matrix efektů byla vedle vlivu snadno ionisovatelných prvků sledována dosud nejvýznamnější pozorovaná matriční interference Ti na stanovované prvky při proměnném průtoku injektorového Ar a pozorovací výšce. (V tomto případě je však možno matrix efekt považovat pro stanovení stopových prvků za méně významný než vliv rozptýleného světla nebo koincidence čar, které jsou však obvyklé i při použití jiných budících zdrojů). Význačnou vlastností ICP je široký dynamický rozsah měřených intenzit a koncentrací, nízké pozadí a dobrá reprodukovatelnost ($V < 3\%$) a proto také výraznější vliv rozptylu světla intenzivního záření citlivých čar základních složek vzorku, zvl. kovů alkalických a vzácných zemin. Určité potíže při aplikaci ICP činí dosud neznalost relativních intenzit čar různých prvků a jejich změny v závislosti na experimentálních podmínkách, což znesnadňuje volbu vhodných analytických čar, zvl. při použití spektrometrů s fixně justovanými analytickými kanály.

Rozhodujícím faktorem pro úspěšnou aplikaci ICP v emisním uspořádání při analýze zvl. složitějších vzorků je možnost udržet konstantní úroveň kritických instrumentálních parametrů, přípravy a transportu aerosolu, průtoku injektorového plynu a příkonu do výboje. Vzhledem k tomu, že udržování konstantní dlouhodobé funkce zmlžovače stejně jako průtoku plynů (důležitá lineární rychlost proudění) je obtížné, jsou hledány cesty k jednoduchému monitorování funkce celého systému k posouzení spolehlivosti získaných analytických výsledků. Některé tyto možnosti jsou krátce diskutovány.

Jan J a n ě a , katedra fyzikální elektroniky
Přírodovědecké fakulty UJEP, Brno : Emisní spektroskopie
stopových materiálů v proudu plynu využívající přenosu
energie metastabilů (MTES - Metastable Transfer Emission
Spectroscopy).

Metoda MTES spočívá v injektování tzv. aktivního dusíku (tj. dusíku nabuzeného do metastabilního stavu) k proudu plynu, obsahujícímu stopové prvky. Excitační energie je předávána od dusíkových molekul, nabuzených do metastabilního stavu při srážkách s atomy stopových prvků. Poněvadž doba života atomových excitovaných stavů je velmi krátká, může být každý atom excitován několikrát během pobytu v zorném poli optického přístroje. Poněvadž MTES vyžaduje detekci v plynné fázi, je hlavním problémem příprava vzorků (resp. uvedení vzorku do plynné fáze). MTES se nejlépe aplikuje v modré a blízké UV části spektra. K detekci v podstatě stačí jedna emisní čára, vybírá se zpravidla taková, která má největší odstup od pozadí. Nosným plynem, který se sebou nese stopové prvky, je nejčastěji Ar nebo N_2 , který se smíchává s aktivním dusíkem. Měřenou spektrální čáru je nutno kalibrovat, k čemuž se používá buď nějaký kalibrační standard nebo je použita jednoduchá kalibrace pomocí atomové absorpce. Zdrojem aktivního dusíku je mikrovlnný výboj, buzený v rezonátoru, při výkonu asi 100 W na frekvenci 2450 MHz. Výboj je buzen při tlaku 1 - 5 Torr. Aktivní dusík je injektován do proudu nosného plynu se vzorkem, který protéká širší křemennou trubicí (\varnothing 9 cm, délka 50 cm). Detekce vybraných spektrálních čar se provádí monochromátorem s foto násobičem bez použití fokusační optiky. U pevných vzorků bylo dosaženo hraniční detekovatelné koncentrace 10^4 atomů/cm³.

U plynných vzorků, jako např. GeH_4 , byla detekována koncentrace 7×10^7 molekul na cm³. Metodou MTES byla zatím detekována asi polovina prvků z periodického systému, dá se očekávat zvýšení na 2/3 prvků včetně některých nestabilních prvků.

Literatura:

- G.S.Hurst, M.H.Nayfeh and J.P.Young, Appl.Phys.Lett. 30, 229 (1977).
J.A.Gelbwachs, C.F.Klein and J.E.Wessel, Appl.Phys.Lett. 30, 489 (1977).
D.H.Stedman, J.A.Meyer and D.W.Setser, J. Chem. Phys. 48, 4320 (1968).
W.R.Brennan and G.B.Kistiakowski, J. Chem. Phys. 44, 1695, (1966).
J.Janča, Nagah El Kattan, A.Tálský: XIIIth. Conf. on Phen. in Ionized Gases, Berlin 1977, Contributed papers, Part I, str. 129.
G.A.Capelle and D.G.Sutton, Rev. Sci. Instrum., 49, 1125 (1978).

Václav T r u n e ě k , katedra fyzikální elektro-
niky Přírodovědecké fakulty UJEP, Brno : Jednopolové a kapa-
citivně vázané bezelektrodové vysokofrekvenční výboje jako zdro-
je spekter.

O použití jednopolových vysokofrekvenčních (dále vf) výbojů jako zdrojů spekter v emisní spektrální analýze bylo referováno na semináři v Modré-Pieskoch 1974 (viz Bulletin Čs.spektroskopické spol. 20 1975, 12). V návaznosti na tento referát je třeba upozornit na některé výhody pochodného výboje při jeho aplikaci při excitaci atomů za účelem spektrální analýzy.

Pochodný výboj umožňuje rychle rozlišit překrývající se spektrální čáry s rozličným budicím potenciálem. Když zobrazíme na šterbinu spektrografu část pochodného výboje s elektrodovou ploškou, dostaneme dvě rozličná spektra: spektrum elektrodové plošky a spektrum plamenné části tohoto výboje nad elektrodovou ploškou. V elektrodové plošce je silné elektrické pole, proto tato část spektra je bohatší na spektrální čáry a obsahuje čáry s vyšším budicím potenciálem. V plameni výboje nad elektrodovou ploškou je termické buzení a proto jsou zde excitovány pouze čáry s nižším budicím potenciálem. To umožňuje rozlišit spektrální čáry s téměř stejnou vlnovou délkou (jež se překrývají).

Karbidizace některých prvků na uhlíkové elektrodě obloukového výboje ztěžuje jejich analýzu. Uhlíková elektroda pochodného výboje je poměrně chladná; emise elektronů zde nastává elektrickým polem podle Fowler-Nordheimovy rovnice, karbidizace prvků je proto na uhlíkové elektrodě pochodného výboje velmi omezena a tím se zvyšuje jejich prokazatelnost v emisním spektru.

Tak na př. byla ve spektrálním uhlíku prokázána ve spektru elektrodové plošky přítomnost Mg a Fe, ač ve spektru obloukového ani jiskrového výboje nebyla zjištěna. Ve srovnání s těmito výboji se ve spektru elektrodové plošky pochodného výboje objevilo více spektrálních čar Ca.

Vf bezelektrodový kapacitivně vázaný výboj buzený v oblasti radiofrekvenčních kmitočtů byl doposud získán ve válcové trubicí, kterou obepínaly dvě navzájem oddělené kovové elektrody, na něž bylo přivedeno vf napětí (viz Zjagincev et al: Žuruch teoretičeskoi fiziki 45 1975, 278 a 657). V takové geometrické konfiguraci se výbojovým prostorem uzavírají pouze rozptýlené elektrické siločáry a proto výboj tvoří úzké kontrahované provazce, které jsou velmi nestabilní a ztěžují mohou být použity ve spektrální analýze.

Homogenní tok elektrických siločar má geometrické uspořádání sestavené ze dvou kovových rovinných elektrod, které leží rovnoběžně proti sobě. Na rovinném povrchu každé této elektrody leží dielektrická deska; tím je vymezen výbojový prostor.

Přivedeme-li na kovové elektrody napětí asi 2x200 V při frekvenci 24 MHz můžeme zapálit ve výbojovém prostoru kapacitivně vázaný vf výboj ve vzduchu při atmosfe-

rickém tlaku. Výbojový sloupec má délku asi 5 mm a délku 8 mm; zvýšením napětí lze tyto rozměry zvětšit (viz V. Truneček: V konf.čs.fyz. Košice 1977 str. 486).

Tento výboj je naprosto stabilní a poskytuje možnosti použití ve spektrální analýze; v mnohém ohledu lze jej srovnat s indukčně vázaným bezelektrodoým výbojem.

Vítězslav R e t t, Ivan H l a v á č e k,
 POLDI SONP - Kladno: Indukčně vázané plazma - optická emisní spektrometrie. Použití pro analýzu ocelí a slitin Nimonic

Přístroj: Sekvenční kvantometr ARL 33000 LA, bez počítače. Frekvence 27,12 MHz, činný výkon 1250 W stabilizovaný, Faselův hořák Ar/Ar, pneumatický koncentrický rozprašovač Meinhard, integrační čas zvolen 10 sec, reciproká disperze 0,695 nm/mm v 1. řádu.

Vyřazením peristaltické pumpy se zlepšila reprodukovatelnost a zkrátila se doba ustálení signálu ze 40 sec na 20 sec. Odběr vzorku se upravil na 1.9 ml vody/min. použitím nasávací kapiláry o průměru 0.6 mm a délky 35 cm.

Ze tří průtoků argonu má největší vliv na intenzitu čar rozprašovací průtok. V okolí doporučené hodnoty byly zjištěny tři typy závislosti: intenzita čáry stoupá se stoupajícím průtokem argonu (atomové čáry na pozorovací výšce 26) nebo klesá, případně vykazuje maximum (iontové čáry). Typ této závislosti se mění s pozorovací výškou. Intenzity čar klesají na vyšších pozorovacích výškách s jedinou výjimkou u wolframu. Pro atomové čáry se však doporučují vyšší pozorovací výšky kvůli nižšímu signálu pozadí, pro iontové čáry nižší výšky s vyšší teplotou plasmatu a proto vyšší citlivostí.

Příznivý vliv referentního prvku ruthenia na reprodukovatelnost některých čar je vysvětlen podobným průběhem závislosti intenzity čáry referentního a analyzovaného prvku na rozprašovacím průtoku argonu v okolí zvoleného průtoku. U iontových čar lze dosáhnout větší shody těchto závislostí zvýšením pozorovací výšky, není-li na závalu snížení citlivosti. Relativní směrodatná odchylka měření se snížila asi na 0,2% (v příznivých případech) oproti asi 1% bez referentního prvku.

Matriční interference jsou poměrně malé (asi do 10%), ale nelze je opomíjet. Velkou pozornost je třeba věnovat aditivním interferencím, které často silně znehodnocují nízké meze stanovitelnosti v čistých roztocích nebo v jednoduchých maticích. Nalezené aditivní interference a předpisy pro stanovení Cu, Al, Ce, La, Y, Zr, Mn, Ti, Cr, W, Nb, Mo, V, Co a Ni v ocelích a slitinách Nimonic byly udány. Rozpouští se 0,5 g vzorku ve směsi HCl + HNO₃, při stanovení Cr, Mo, W, Nb, V se karbidy rozloží odkouřením s H₂SO₄ + H₂PO₄ a roztok se filtruje po doplnění na 100 ml. Relativní směrodatné odchylky stanovení bez referentního prvku jsou

asi 2%, s referentním prvkem kolem 0,5%.

Stanovení stopových obsahů (pod 0,01%) Zn, Sb, P, Pb, Cd, Co, Ta a Sn na čarách pevně zvolených v přístroji by vyžadovalo oddělení od matrice vzhledem k aditivním interferencím matričních prvků.

ICP je citlivější než AAS pro stanovení Nb, W, Zr, Ce, La, Y, B a přesnější pro stanovení vysokých obsahů prvků v oceli a slitinách Nimonic. Je vhodným doplňkem obvyklého vybavení hutnických laboratoří, t.j. optických a rentgenových kvantometrů, AAS aj.

Milada P e l i k á n o v á, Ivan R u b e š k a,
 Ústřední ústav geologický. Praha: Zkušenosti s aplikací skanujícího jednonábového spektrometru s plazmovým zdrojem (ICP) při analýze geologických vzorků

V přednášce byly shrnuty poznatky získané při sestavování přístroje s radiofrekvenčním indukčně vázaným plazmatem ICP v laboratoři Ústředního ústavu geologického a první zkušenosti s analýzou podzemních vod a geologických vzorků.

Pro zjištění optimálních podmínek stanovení B, Si, Mo, Co a Ni byly diskutovány závislosti čistého signálu (S), pozadí (B) a jejich poměru (S/B) na příkonu, průtocích aerosolového a plazmového plynu a na výšce měření. V analytických aplikacích byl analyzován křemík v povrchových vodách, zbytková kyselina křemičitá ve vzorcích silikátových hornin a bor ve vzorcích minerálních vod.

Ve všech případech se ukázala nutnost provádět korekci změřeného signálu na pozadí na základě extrapolace po obou stranách měřené čáry. Při stanovení zbytkové kyseliny křemičitá vzrostlo pozadí u některých vzorků až o 80% nad pozadí srovnávacích vzorků. Zvýšení bylo pozorováno zejména u bazických hornin s vysokým obsahem Ca, Mg a Fe. Pozadí u jednotlivých minerálních vod vyvolané přítomnými solmi bylo až trojnásobné ve srovnání s pozadím srovnávacích vzorků.

ICP výboj jako zdroj s vysokou vyzařovanou energií umožňuje použít přístrojů s vysokou rozlišovací schopností, což zlepšuje poměr signálu k šumu. To je jedna z hlavních příčin nízké důkazuschopnosti (0,1 µg/ml) zařízení v našem uspořádání s hranolovým monochromátorem SPM-2 fy Zeiss Jena. Vliv matrice na směrnici kalibrační přímky v ICP je obvykle pod 10% a lze jej snadno modelovat. Naproti tomu podle našich zkušeností mikrovlnné plazma vykazuje vlivem doprovodných prvků podstatně větší variace směrnice než ICP a je tedy pro analýzu vzorků neznámého složení méně vhodné.

Jiří T o m a n , Geologický průzkum n.p.Ostrava,
závod Brno : Požadavky na instrumentaci indukčně váženého
plazmatu (ICP) z hlediska dosavadních poznatků a zkušeností

Diskuse požadavků kladených analytickou prací na ICP systém se opírá jednak o literární údaje a zčásti o vlastní zkušenosti se standardním spektrometrickým systémem, který byl pro ICP v emisním uspořádání adaptován.

Systém ICP a jeho vlastnosti jsou hodnoceny po jednotlivých základních blocích automatických i manuálních spektrometrických uspořádání:

1) Tvorba signálu

- a) možnosti analýzy: pevných látek
kapalin a
plynů z hlediska vzorkování.

Diskuse se týká možností a omezení analýzy vzorků různých fází z hlediska současně dostupné instrumentace a omezení plynoucích z charakteru vzorku a vzorkování. Podrobněji jsou probrány možnosti přípravy aerosolu z kapalin a roztoků, zvl. vodných a poukázáno na současný stav, kdy tato část systému je dominujícím zdrojem fluktuací krátkodobých i dlouhodobých (driftu).

- b) Hořák s pracovní cívkou (plasmová hlavice) - jejich geometrické uspořádání a průtoky plynů určují jejich použitelnost v analytické praxi. Význam symetrie a kritické parametry ovlivňují vznik pseudomatrix efektů.

- c) Vlastnosti vysokofrekvenčních generátorů nejsou dosud otázkou uzavřenou. Ukazuje se, že v případech optimalizace geometrie hořáku/cívky a vlastností generátoru vede zpravidla k překvapivě srovnatelným výsledkům u plasmat Ar i Ar/N₂. Rozhodujícím faktorem je příkon do výboje a jeho stabilizace.

- d) Přívod plynů do hořáku a zmlžovačů a jejich regulace je dalším kritickým místem instrumentace.

- 2) Převod signálu do spektrální aparatury (zobrazovací optika) musí respektovat charakter ICP, zejména jeho výraznou prostorovou nehomogenitu. Z toho plyne jednak nutnost optimalizovat pozorovací výšku v plasmatu (axiální nehomogenitu), ale také požadavek umožnit pozorování vždy stejného umístěného objemu i v příčném směru (radiální nehomogenitu). Jako nejvýhodnější se jeví zobrazení do dispersního členu.

3) Spektrometrický systém.

Jeho volba je ovlivněna charakterem analytických prací.

- a) Dispersní systémy měl být přizpůsoben specifickým vlastnostem zdroje ICP. Rozlišení 0,01 - 0,02 nm je zpravidla postačující s ohledem na charakter emitovaného záření. Nejvážnějším problémem v tomto bloku je rozptyl záření intenzivních linií některých prvků, které často vystupují

v reálných vzorcích jako hlavní složky nebo se jejich koncentrace může v jednotlivých vzorcích podstatně měnit. Možnost potlačení rozptylu je v úpravě spektrometru a ve vhodné volbě ohybové mřížky. Vzhledem k příspěvku matrix elementů na změny reálného pozadí (které je jistě výrazně ovlivňováno parametry zdroje) a nemožnosti zcela odstranit heterochromní vlivy je zejména pro stanovení stopových koncentrací požadováno zařízení umožňující reálnou simultánní korekci na pozadí přímým měřením.

b) Detekční systém:

- 1) vícekanálové spektrometry s klasickým uspořádáním štěrbin, sekvenční i simultánní, uplatňují se spíše v analýzách kontrolních u materiálů a úloh stejného charakteru. Flexibilita systému je omezená i s přídavným kompromisním řešením s přídavným monochromátorem nebo volně nastavitelným detektorem. Je třeba řešit otázky rozptylu světla i v sekundární optice (fotoelektrické kameře). Je možno použít jiných detekčních systémů, zvl. lineárního uspořádání fotodiod.

- 2) Fotografická detekce se sice vyznačuje dostatečnou flexibilitou, ale má řadu dalších nedostatků, které jsou stručně diskutovány (omezení rozsahu vlnových délek, reprodukovatelnost kvantitativního měření, omezený dynamický rozsah).

- 3) Jednokanálové spektrometry poskytují požadovanou flexibilitu na úkor kapacity měření a ani v případě možnosti programového řízení nemohou nahradit simultánní multielementární analýzu, která je od ICP systémů většinou požadována.

4) Měření intenzit spektrálních čar

je obvyklejší formou integrace pro zvolenou dobu. Jsou diskutovány některé otázky optimalizace tohoto kroku s ohledem na specifické vlastnosti zdroje ICP a jeho fluktuací. Požadavek širokého dynamického rozsahu měřicí aparatury a jeho využitelnost v praktických příkladech analýz omezená možnostmi rozkladu vzorků a přípravy roztoků.

5) Zpracování naměřených intenzit

a jejich převod na koncentrace je zpravidla otázkou počítačového systému, kde v případech on-line uspořádání umožňuje počítač ještě plnit úlohu řídicího centra celého systému. Diskutována je otázka významnosti tohoto bloku systému na současném stupni vývoje metodik.

Závěrem je konstatováno, že nejslabším článkem instrumentace je vzorkování (příprava a transport aerosolu) a jeho reprodukovatelnost v závislosti na složení vzorku a dalších faktorech. Dalším slabým článkem je vlastní spektrometr a jeho vlastnosti, zvl. úroveň rozptýleného světla. Instrumentace pro ICP je v současné době v prudkém rozvoji a pravděpodobně se ještě zrychlí zavedením většího počtu levnějších jednokanálových přístrojů, které umožní shromáždit dostatečně množství potřebných informací z různých oblastí aplikace ICP.

Odborná skupina atomové absorpční a plamenové spektroskopie

5. seminář AAS byl uspořádán ve spolupráci se závodní pobočkou SVTS n.p. Chemko Strážské v rekreačním středisku v Červenom Kláštore ve dnech 18.-22.9.1978.

Seminář připravil a řídil Dr. Ivan Rubeška, CSc

Byly předneseny přednášky :

Anna Š m r h o v á , Výzkumné ústavy Vítkovic, n.p., Ostrava : Automatické zpracování dat AAS analýzy oxidických vměstků z ocelí s užitím dálkopisného systému TR-1 Perkin - Elmer a kalkulátoru HP 9830 A

Zapojení dálkopisného systému TR-1 k AA-spektrometru Perkin-Elmer, model 306, dává možnost zaznamenávat změřené hodnoty koncentrace prvků v kódu ASCII na děrnou pásku a tím i základní předpoklad pro automatické vyhodnocování analytických údajů pomocí počítače. K uplatnění došlo při seriové AAS analýze oxidických vměstků, extrahovaných z ocelí, vyžadující zdlouhavé výpočty, nezbytné k vyjádření všech potřebných informací o množství a chemickém složení jednotlivých oxidických složek a o bilanci kyslíku ve vztahu k jeho celkovému obsahu v oceli.

Byl sestaven optimální program analýzy oxidicky vázaných prvků v pořadí Si, Cr, Mn, Fe, Al a Ti se zřetelem na automatické zhodnocení výsledků. Pro systém TR-1 byla připravena programová děrná páska ke snímání vstupních a průvodních záznamů analytika a měřených hodnot koncentrace a absorbance z analyzátoru.

K vyhodnocení analytických dat na stolním kalkulátoru Hewlett-Packard 9830 A s rozšířenou pamětí cca 6000 slov byl sestaven program pro čtení děrné pásky a vlastní výpočtový program. Výsledky provedených výpočtů jsou tištěny formou tabulek, které lze použít i jako atest. Celkový výpočet pro jednu serií 10 vzorků a tři slepých zkoušek včetně snímání dat z děrné pásky TR-1 trvá 20 minut.

Využití dálkopisného systému TR-1 k AAS analýze oxidických vměstků výrazně přispělo k zefektivnění odborné analytické práce.

Bohumil Ž i t ě n a n s k ý , Čs. metrologický ústav, Bratislava : Niektoré poznatky zo zavedenia systému AA - 375 Varian - Techtron

V decembri minulého roku vo fyzikálne chemických laboratóriách ČSMU bola uvedená do chodu základná zostava dvojlúčového prístroja AA-375 t.j. prístroj, ktorý obsahoval automatickú reguláciu plynov, automatickú korekciu pozadia a grafitovú kvetu CRA-90.

Za tu diskutovaných podmienok a ešte napojením automatického meniča vzoriek ASD-53 sa uvažovaná zostava stáva zatiaľ unikátnym, vysokocitlivým, stabilným a presným inštrumentálnym zariadením, schopným plniť rad metrologických úloh, hlavne pri atestovaní CSRM ako i RM jednotlivých v členských štátoch RVHP.

Josef V o s t a t e k , Geologický průzkum Ostrava, závod Rýmařov : Práce a zkušenosti s přístrojem SCINTREX

Scintrex je jednoúčelný přístroj pro stanovení malých množství rtuti v pevných vzorcích a púdním vzduchu. Je založený na principu atomové absorpční spektrofotometrie. Používali jsme podél HGG 3, který je vyráběn v přenosném provedení, takže je vhodný jak pro používání v laboratoři, tak i v terénu.

Z každého vzorku horniny, běžným způsobem homogenizované navážíme 2 krát 20 mg do speciální zkumavky a tentýž den stanovujeme obsah rtuti přístrojem SCINTREX. Totéž opakujeme druhý den se stejnými vzorky. Tímto postupem získáme čtyři výsledky, ze kterých vypočteme průměrnou hodnotu.

Vzorek zahříváme ve zkumavce nad plynovým plamenem po dobu 2 min. Potom připojíme zkumavku hadičkou ke vzorkové kyvetě v přístroji a ruční vývěvou velmi pomalu nasajeme plyný obsah zkumavky do vzorkové kyvety. Na voltmetru odečteme největší výchylku, jejím násobením empirickým faktorem dostaneme koncentraci Hg.

Při dodržení správného postupu práce s přístrojem jsou výsledky stanovení velmi dobré. Přesto chci zdůraznit, že považujeme tuto metodiku stanovení obsahu rtuti za semi- kvantitativní.

Čestmír Š e d i v ý , Výzkumný ústav kovů, Panenské Břežany : Stanovení arsenu ve slitinách PbSn plamenovou AAS

Byla aplikována metoda plamenové AAS pro stanovení arsenu v olovu, cínolověných pájkách, antimonovém olovu a olověných kompozicích v rozsahu 0,001 - 2%.

Pracuje se s vysokofrekvenční výbojkou, atomizace se provádí v plameni acetylen - kysličník dusný, kde nedochází k neselektivní absorpci složek matrice. Byly vyšetřeny vlivy v úvahu přicházejících kyselin a prvků :

složka	neovlivňuje	zvyšuje absorpci	snižuje absorpci
HNO ₃	0-20 ml/100ml		
HCl		0-20 ml/100ml	
Pb	0-30 mg/ml		
Sb	0-10 mg/ml		
Cu	0-5 mg/ml	nad 5 mg/ml	
Fe	0-1 mg/ml	nad 1 mg/ml	
Cd	0-1 mg/ml	nad 1 mg/ml	
Sn	0-5 mg/ml		nad 5 mg/ml

Pro obsahy 0,01% - 2% As je možno stanovení provádět přímo po rozpuštění vzorků v kyselinách. Navážka se volí tak, aby roztoky k měření obsahovaly 0,3 - 8 mg As / 100 ml. Čisté olovo se rozpouští v kyselině dusičné, ostatní slitiny ve směsi HCl a H₂O₂. Pro obsahy pod 0,01% As je nutno provést zkoncentrování. Pro čisté olovo se osvědčil postup využívající spolusrázení s Fe(OH)₃ po oddělení Pb jako PbSO₄ nebo po jeho stínění komplexonem 3 a vytěsnění Fe³⁺ vápenatými ionty.

Z ostatních slitin olova byl arsen oddělen destilací a v destilátu koprecipitován s Fe(OH)₃.

Vypracované metody vykazují směrodatnou odchylku stanovení 2 - 3% rel. a jsou srovnatelné s odměrnými a fotometrickými metodami.

Bernard L a p š a n s k ý , Železnorudné bane n.p.
Sp. Nová Ves : Stanovenie vyšších obsahov arzenu metódou AAS

Pri použití plameňa acetylén - vzduch ukázala sa najvhodnejšia čiara 197,2 nm, pretože signál bol dostatočne stabilný a aj citlivosť pomerne dobrá 2,5 µg/ml - 1% absorpcie. Optimálne podmienky merania boli dosiahnuté na rozhraní oxidačnom - redukčnom plameni, kedy sa vytvorí predĺžená - pritom úzka primárna reakčná zóna; preto je zvlášť dôležitá, aby lúč prechádzal stredom primárnej reakčnej zóny. Ako zdroj žiarenia bola použitá bezelektrodová výbojka.

Sledovali sa rušivé vplyvy kyseliny sírovej a soľnej, z kationov Cu, Sb a Fe, ktoré sú v osnove vzoriek v najvyšších koncentráciách. Zrovnávací roztok bol o obsahu 100 ppm As.

Kalibračné roztoky boli pripravené zo základného štandardného roztoku o koncentracii arzenu 50, 75, 100, 150, 200 ppm s konštantným prídavkom 3 ml konc. H₂SO₄ a 10 ml konc. HCl na 100 ml.

Vzorky pre meranie boli vybrané z niekoľkých rôznych materiálov a to sirnikové, meďené koncentráty surové i vypražené, kondenzované úlety z termického spracovania tetraedritového koncentrátu a Cu, Pb-kamienku.

Mikuláš M a t h e r n y , katedra chémie HF VŠT, Košice, Eva R e i t z n e r o v á , Laboratorium hutníckych procesov pri HF VŠT, Košice : Stanovenie niektorých hlavných a vedľajších komponentov mediarenských trosiek AAS.

V práci sa diskutuje možnosť stanovenia Al, Cr, Fe a SiO₂ v mediarenských troskách atomovou absorpčnou spektrometriou. Z experimentálneho hľadiska sa skúšal vplyv dvoch druhov plameňa a to vzduchu a C₂H₂ ako aj N₂O a C₂H₂. V rámci prípravy metódy sa skúmali chemické interakcie matrixových a vedľajších prvkov na hodnoty absorbcii analytických prvkov. Výsledky sú spracované štatisticky na základe komplexného hodnotenia hodnôt parametrov analytických kalibračných priamok. Záverom sa porovnali analytické výsledky získané metódou

AAS a klasickou mokrou chemickou analýzou. Zistilo sa, že metóda AAS pracuje bez systematických chýb a relatívna presnosť stanovenia kolíše medzi 1 až 4 %.

Jarmila K o ť u š n í k o v á , Výzkumný ústav hutníctví železa, Dobrá : Srovnání dvou metod stanovení nízkých obsahů hliníku v ocelích atomovou absorpční spektrofotometrií.

Ke stanovení rozpustného, nerozpustného a celkového obsahu hliníku v křemíkových ocelích v koncentracích pod 0,005 % je použito dvou metod atomové absorpcie. Jedna metóda je založena na oddělení železa extrakci, zkoncentrování a stanovení v plameni acetylen - kysličník dusný. Druhá metóda využívá k dosažení vyšší citlivosti elektrotermické atomizace. Obě metódy jsou srovnány z hlediska rychlosti analýzy, množství vzorku, koncentračního rozsahu, nároků na čistotu chemikálií a vybavení laboratoře a přesnosti stanovení.

Jsou uvedeny výsledky analýz standardů vysokokřemíkové oceli BCS 317, které jsou srovnány s výsledky dříve publikovaných prací, neboť obsahy Al v těchto materiálech nejsou atestovány. Dále jsou uvedeny výsledky analýz standardu vysokokřemíkaté oceli "Trafo 1", které jsou srovnány s výsledky dosaženými v různých polských hutních laboratořích.

Pro obsahy Al pod 0,002 % Al je přesnější metóda elektrotermické atomizace, která byla doporučena pro stanovení rozpustného hliníku. Pro požadovaný rozsah 0,001 - 0,005 % a stanovení celkového obsahu hliníku je doporučena metóda extrakce s měřením v plameni.

Dana K o l i h o v á , Naďa D u d o v á ,
Dagmar K o s t k a n o v á , VŠCHT Praha : Stanovení Cu, Mn, Fe a Cr v anorganických pigmentech na bázi TiO₂ metódou AAS s elektrotermickou atomizací

Jedním z klíčových problémů analýzy anorganických pigmentů na bázi TiO₂ je rychlé a přesné stanovení Mn, Cu, Fe a Cr, neboť již velmi nízké obsahy těchto prvků, tvořících řadu barevných sloučenin, výrazně ovlivňují bělost finálního produktu - titanové běloby.

Obsahy uvedených prvků se v povrchově upraveném či neupraveném pigmentu pohybují obvykle v rozmezí 10⁻³ - 10⁻⁵ %, což vylučuje použití plamenové techniky bez předchozího nakoncentrování. Proto byla pozornost zaměřena na AAS s elektrotermickou atomizací a byla navržena metóda pro stanovení všech čtyř prvků z jediné navážky vzorku bez nutnosti oddělení titanové osnovy.

Rozklad vzorků byl prováděn v teflonové kádince koncentrovanou kyselinou fluorovodíkovou při 70-80°C. Výhodou tohoto postupu je převedení hlavní složky osnovy-titanu

na formu velmi těkavého komplexního fluoridu, který se rozloží během termického rozkladu vzorku v atomizátoru.

K měření byl použit jednopaprskový spektrometr pro atomovou absorpci firmy Perkin-Elmer 300, vybavený elektrotermickým atomizátorem typu HGA-70, jako zdroj záření sloužila víceprvková výbojka (Fe, Co, Ni, Cr, Mn, Cu) typu Intensitron.

Experimentálně bylo ověřeno, že termický rozklad analytu bez ztráty sledovaného kovu je možné provádět při stanovení mědi a železa do teploty 750 °C, manganu do 1100 °C a chromu do 1300 °C. Tyto podmínky zaručují zrušení titanové osnovy a tím i absorpčního pozadí, takže veškerá měření lze provádět bez kompenzátoru.

Výsledky byly s dobrou shodou vyhodnoceny metodou modelové kalibrační křivky (směsný roztok pro stanovení všech čtyř prvků modelovaný titanem) a metodou přídávků.

Navržená metoda dovoluje stanovit měď v anorganických pigmentech na bázi TiO_2 při obsahu vyšším než $5 \cdot 10^{-5}$ %, mangan od obsahu $1 \cdot 10^{-5}$ %, chromu od $5 \cdot 10^{-5}$ % a železo od $3 \cdot 10^{-5}$ %. Relativní směrodatná odchylka navržené metody vypočtená z 15 stanovení (pro střední hodnotu obsahu příslušného prvku) činí pro měď 6,1%, pro mangan 5,2%, pro chrom 7,2% a pro železo 6,0%.

Zdeněk S l o v á k, Výzkumný ústav čistých chemikálií n.p. Lachema, Brno : Analýza práškových materiálů v grafitové kylvetě HGA-74

Příprava vzorků pro analýzu metodami AAS, zejména jejich vhodné převedení do roztoku, patří k nejobtížnějším a nejchoulostivějším etapám rozboru. Tak např. vysoce čistý zřihnaný Al_2O_3 je nutné rozkládat tavením nebo koncentrovanými kyselinami pod tlakem. I při použití nejčistších dostupných chemikálií přesahují pak hodnoty slepých pokusů např. při stanovení Na několikrát stanovené koncentrace. Po dobrých zkušenostech s dávkováním suspenzí ionexů (XX. C.S.I., 7. I.C.A.S.) jsme se pokusili aplikovat obdobný postup při rozbořech kysličníku hlinitého.

Použitý pracovní postup je velmi jednoduchý: Do teflonového kelímku se odměří zvolené množství dest. vody (do 50 ml), vloží teflonové míchadélko a zjistí se hodnota slepého pokusu. Je-li vyhovující, přisype se k vodě navážka vzorku (do 50 mg/ml) a za neustálého míchání se suspenze nabírá běžnými mikropipetami (např. Eppendorf) a dávkuje do kvyety. Kalibrace se provádí suspenzemi Al_2O_3 se známými obsahy stanovovaných kovů.

Bylo změřeno spektrální rozložení hodnot neselektivní absorpce s maximem při cca 260 nm a vysokými hodnotami při vlnových délkách menších než 220 nm. Je-li k dispozici kvalitní kompenzátor pozadí (pracováno s přístrojem Perkin-Elmer 420 HGA-74), je pro stanovení při vlnových délkách nad 300 nm možno dávkovat až 2 mg vzorku. Doporučený postup byl použit pro stanovení Pb (284nm), Cu, Cr, Fe (372nm) a Na a byl studován vliv

materiálu kvyety (standardní kvyeta a kvyeta s pyrolytickým uhlíkem) a rychlosti průtoku inertního plynu na citlivost stanovení vodných standardů a suspenzí. Všechna stanovení byla charakterizována dobrou reprodukovatelností (okolo 3 %).

Stanovení sodíku v podstatě nezávisí na typu použité kvyety a je charakterizováno vysokou citlivostí (0,38 ng/gas). Olovo je možno stanovovat při značně zakřivené kalibrační závislosti v rozmezí 0,2 - 15 ng ($0,12 \text{ ng}^{-1}$, miniflow). Významné zvýšení citlivosti při dávkování suspenzí do pyrolytických kvyet bylo pozorováno při stanovení Cr, Fe a Cu (0,42; 0,05; 0,21 ng^{-1} , miniflow, pyrokvyeta).

Josef M a r e č e k, Chemopetrol k.ú.o., Výzkumný ústav anorganické chemie, Ústí nad Labem : Aplikace AAS při analýze přírodních fosfátů, zemědělských frít a hnojiva NPK-1 se stopovými prvky.

Príspevek poukazuje na aplikaci metodiky AAS při výzkumu nových druhů průmyslových hnojiv. Podrobněji diskutováno použití této metodiky při rozboru surovin jako zdroje fosforu - přírodních fosfátů (Na, K, Mg, Sr, Fe, Al), dále při rozboru jednoho ze zdrojů stopových prvků - agrochemické silikátové frity (Cu, Mn, Zn, Mo) a nakonec při stanovení stopových prvků v NPK hnojivu (Cu, Zn, Mn). Stanovení bylo prováděno plamenovou technikou s přístrojem Pye Unicam SP 90.

Viktor D o b a l, Ivo L a n g, Hornický ústav ČSAV, Praha, Gustav Š e b o r, VŠCHT Praha : Výpočet atomizace kovů v acetylenovém plameni-

Rovnovážné rozdělení lithia, sodíku, draslíku, hořčíku, hliníku, křemíku, titanu a zirkonu bylo studováno použitím metody minimalizace volné entalpie pro různé poměry uhlík/kyslík vstupní směsi palivo/oxidant/rozpouštědlo acetylenového plamene. Každý z těchto prvků nebo skupin má při atomizaci v podmínkách plamenové spektrometrie své specifické vlastnosti. Aplikace klasické termodynamiky poskytuje vysvětlení závislosti stupně atomizace a ionizace na pracovních podmínkách. Termodynamicky lze prokázat, že atomizační prostředí obsahuje vedle volných atomů stanovovaného prvku také další sloučeniny, zejména oxidy, karbidy a nitridy, což je závislé na složení atomizačního prostředí. Složky obsahující atom kovu mohou být přítomny v kondenzované fázi, jejíž kvalitativní a kvantitativní popis je určen pracovními podmínkami a vlastnostmi stanovovaného prvku.

Ivan Novotný, katedra analytické chemie
Přírodovědecké fakulty UJEP, Brno : Kinetické modely pro
popis signálu z ETA

Časový průběh signálu z elektrotermických atomizátorů je určen okamžitým počtem atomů stanovovaného prvku v atomizačním prostředí. Tento počet je dán rozdílem počtu atomů do systému vstupujících (funkce vstupu $n_1(t)$) a systémem opouštějících (funkce výstupu $n_2(t)$).

$$\frac{dN}{dt} = n_1(t) - n_2(t) \quad (1)$$

Při odvozování dále uvedených modelů se předpokládalo úplné vypaření atomů a v podstatě stejný mechanismus zániku atomů.

Pro funkci výstupu je uvažována koncentrační difuze a eventuelní teplotní expansí inertního plynu. Pouze Fullerův model² uvažuje konvekci. Za těchto podmínek je funkce výstupu popsána vztahem

$$\left(\frac{dN}{dt}\right)_{\text{výstup}} = n_2(t) = -N \sum \frac{1}{T_i} \quad (2)$$

kde N je počet atomů v systému v čase t a T_i jsou časové konstanty pro jednotlivé způsoby výstupu - t.j. charakterizující difuzi, expansi, konvekci.

K popisu funkce vstupu, atomizace, slouží 3 nejdůležitější modely. První dva jsou odvozeny obdobně a liší se způsobem ohřevu grafitové květy, zatímco třetí model vyjadřuje funkci vstupu a výstupu zcela obecně.

Nejstarší model Lvova¹ vychází z předpokladu lineárního růstu teploty s časem. Pro tvar funkce vstupu dostaneme

$$n_1(t) = 2N_0 t / T_1 \quad (3)$$

kde T_1 je doba atomizace. Rovnice absorpčního píku potom nabývá tvaru

$$\frac{dN}{dt} = 2N_0 t / T_1 - N / T_2 \quad (4)$$

Řešením této rovnice pro různé časové intervaly byly získány vztahy pro případ, kdy je tvar píku určován přednostně funkcí vstupu a opak funkcí výstupu.

Značného zjednodušení lze dosáhnout uvažováním vypařování za konstantní teploty (Fuller). Počet atomů v systému je potom popsán vztahem

$$N = \frac{k_1}{k_2 - k_1} N_0 (e^{-k_1 t} - e^{-k_2 t}) \quad (5)$$

kde k_1 a k_2 jsou rychlostní konstanty funkce vstupu a výstupu. Analýzou závislosti $\log A$ vs čas pro případ pseudoisotermní atomizace bylo potvrzeno, že vypařování je reakcí prvního řádu s rychlostní konstantou arrheniovského typu.

Zcela obecný přístup k řešení problému použil de Galan³, který předpokládá, že funkce vstupu a výstupu nelze až na vyjímecné případy oddělit; obě se uplatňují na tvorbě píku současně. Výsledný tvar absorpčního píku je dán konvolucí obou funkcí a je popsán konvolučním integrálem

$$\int_0^{\infty} N dt = \left[\int_0^{\infty} n_1(t) dt \right] \left[\int_0^{\infty} n_2(t) dt \right] = N_0 T_2 \quad (6)$$

a jeho plocha je určena střední dobou setrvání T_1 a počtem nadávkovaných atomů.

Použitím techniky umožňující oddělit funkci vstupu od funkce výstupu bylo prokázáno, že funkce vstupu v částečně uzavřených atomizátorech je určena teplotou stěn s teplotní závislostí rychlostní konstanty podle vztahu

$$n_1(t) = -\frac{dN_w}{dt} = A e^{-E/RT} N_w^w \quad (7)$$

kde index w se vztahuje k povrchu atomizátoru (T_w - teplota stěn, N_w - počet atomů na povrchu atomizátoru). Funkce výstupu $n_2(t)$ odpovídá již dříve uvedenému vztahu (2). Tento zobecněný model vystihuje poměrně dobře experimentálně zjištěné skutečnosti. Pro jeho zlepšení bude nutné postihnout takové procesy jako je adsorpce a redesorpce vypařených atomů, vliv proudění inertního plynu a možné změny aktivační energie.

- 1) Lvov B.V.; J. Pure Appl. Chem. 23, 11 (1970)
- 2) Fuller C.W. : Analyst 99, 739 (1974)
- 3) W.M.G.T. van den Broek, L. de Galan : Anal.Chem. 49, 2176 (1977)

Ivan Rubeska, Jiřina Korečková,
Ústřední ústav geologický, Praha : Rušivé vlivy při stanovení
prvků AAS s elektrotermickou atomizací

Využití elektrotermických atomizátorů (ETA) v AAS, které představuje významný přínos pro mikroanalýzu, dosáhlo v posledních letech obrovského rozšíření v analytických laboratořích

Vzhledem k nedostatečným znalostem pochodů atomizace vyžadují aplikace experimentální vyzkoušení optimálního teplotního programu i všech rušivých vlivů. Na základě představení o procesech a mechanismu pochodů v ETA je navrženo třídění rušivých vlivů analogické třídění rušivých vlivů v plamenové AAS (Tab. I).

Interference v AAS

plamen	ETA
I. spektrální	spektrální
II. transportu	ztrátami ve fázi tepelného zpracování

plamen	ETA
III. vypařování kondensovaná fáze	vypařování ve fázi atomizace a) neúplné vypaření b) změnou frekvenčního faktoru c) změnou aktivační energie
IV. v plynné fázi a) disociační b) ionizační c) prostorového rozdělení	v plynné fázi a) disociační b) ionizační c) kondensací d) změnou funkce výstupu

Jednotlivé interference byly demonstrovány na příkladech z literatury. Současně byly diskutovány možné způsoby eliminace nebo snížení rušivých vlivů.

Václav Sychra, Olga Vyskočilová, Robert Hlaváč, VŠCHT, Praha, Petr Püschel, Výzkumný ústav pro hnědé uhlí, Most: Analytické zkušenosti s elektrotermickou atomizací z kovových povrchů

Hlavní výhody kovových elektrotermických atomizátorů, které vedly k jejich používání namísto komerčních grafitových, jsou: nižší příkon energie, jednodušší výroba, vyšší rychlost ohřevu, nízká emise pozadí z kovového povrchu, dlouhá životnost při práci s vysokými teplotami a hlavně zamezení tvorby termostabilních karbidů. Zanedbatelná není ani úspora deviz při stále rostoucím počtu stanovení stopových koncentrací kovových prvků.

Vlastní atomizátor se skládá ze dvou profilovaných kovových pásků tloušťky 0,1 mm, držných párem nosných měděných elektrod tak, že tvoří válcovou dutinu délky 5 mm a průměru 3,5 mm. Celý systém je umístěn v komerční hlavě atomizátoru CRA-63 firmy Varian-AG. Aby se zvýšila účinnost ochranné atmosféry inertního plynu, byl zhotoven speciální křemenný klobouček, který omezuje difuzi vzduchu ke kovovému povrchu na minimum. Jako inertní plyn byl použit argon (průtok 3 l/min), případně směs argonu s 10% obj. vodíku.

K vyhřívání kovového páskového atomizátoru byl použit komerční generátor přístroje CRA-63, jehož příkon byl snížen na 30-50% zařazením regulačního autotransformátoru.

Pro konstrukci atomizátoru byly zkoušeny různé kovy, např. platina, iridium, tantal, molybden a wolfram, s nímž byla provedena většina dalších měření.

Na páskovém wolframovém ETA bylo studováno chování některých snadno atomizovatelných prvků (Cd, Ag, Pb), dále prvků, které se atomizují při vyšších teplotách (Cu, Mg, Mn, Ni, Co) i prvků tvořících termostabilní sloučeniny (Ba, Al, V). Za zjištěných optimálních podmínek byly proměřeny kalibrační křivky, jejichž průběh je většinou obdobný jako při práci s grafitovým atomizátorem; charakteristické koncentra-

trance dosažené s wolframovým ETA délky 5 mm a komerčním grafitovým trubičkovým atomizátorem jsou rovněž srovnatelné.

Při studiu mechanismu atomizace bylo prokázáno, že se na redukci oxidu analytu nepodílí kovový povrch atomizátoru, neboť pokud není v ochranné atmosféře vodík, nedochází k redukci, ale pouze k termické disociaci. Za přítomnosti vodíku se v některých případech mění mechanismus atomizace a dochází k redukci oxidu.

Použití páskového atomizátoru s válcovou dutinou bylo s dobrými výsledky ověřeno i pro reálné vzorky, např. při stanovení barya v odpadních vodách s velkým přebytkem vápníku a zejména při stanovení hliníku vedle uranu a železa, které bylo při práci s grafitovým atomizátorem neřešitelné.

Robert Hlaváč, Václav Sychra, Dana Kolinová, Olga Vyskočilová, VŠCHT Praha: Konstrukce kovového spirálového atomizátoru a možnosti jeho použití

Při práci metodou AAS je pro vymezení absorpční dráhy vhodné lokalizovat atomovou páru měřeného prvku do určitého prostoru. Toho lze dosáhnout při využití kovového spirálového elektrotermického atomizátoru vnášením atomové páry do kvety válcového tvaru. Aby se prodloužila doba života volných atomů schopných absorbovat záření primárního zdroje, je vhodné tuto kvetu vyhřívát, ale na teplotu nižší než je teplota objevení atomizačního signálu. Velkou výhodou tohoto uspořádání je přesná lokalizace dávkovaného roztožku a poměrně dlouhá absorpční dráha bezprostředně ovlivňující citlivost stanovení.

Absorpční kveta je zhotovena z optického křemene. Spirálový atomizátor do ní zasahuje z bočního tubusu, takže celkovým tvarem připomíná písmeno T, položené v horizontální rovině. Vlastní kveta je 50 mm dlouhá s vnitřním průměrem 4 mm, permanentně vyhřívána na teplotu více než 1000°C, pomocí kantalového vinutí.

Spirálový atomizátor je tvořen čtyřmi závity drátu o průměru 0,25-0,30 mm, navíjenými tak, že vnitřní průměr závitu je zhruba 0,8 mm. Na konce atomizátoru jsou bodově přivařeny niklové trubičky tvořící vlastní nosníky. Jako zdroj proudu je možné použít buď komerční generátor pro elektrotermický atomizátor CRA-63, jehož příkon však musí být snížen na 20-30%, nebo laboratorně zkonstruovaný generátor, umožňující zpracování vzorku ve třech teplotních režimech - sušení, spalování, atomizace.

Jako materiál atomizátoru byl zkoušen wolfram, molybden a tantal, přičemž na wolframu byla provedena většina měření.

Velikost absorpčního signálu ovlivňuje řada parametrů, z nichž je geometrií absorpční kvety přesně dána

pouze délka absorpční dráhy a objem atomové páry. Z proměnných faktorů jsou nejdůležitější poloha atomizátoru vzhledem k atomizační květu, vliv průtoku nosného plynu, složení tohoto plynu (množství přidávaného vodíku), teplota květu, materiál atomizátoru a rychlost vzrůstu (i konečná hodnota) teploty atomizace.

Pro měření se spirálovým kovovým elektrotermickým atomizátorem byly vybrány prvky od velmi snadno atomizovatelných (Cd) přes středně (Ag, Cu) až k obtížně atomizovatelným (Ba). Pro všechny byly pečlivě vybrány optimální podmínky a proměřeny kalibrační křivky v rozsazích uvedených v tabulce. Pro názornost je též uvedeno srovnání s rozměrově podobným, komerčně vyráběným atomizátorem Perkin-Elmer, model HGA-76.

Prvek	Rozsah kalib. křivky (ng)	RSD (%)	W-atomizátor (pg/%abs.)	HGA-76	
				MINI (pg/%abs)	STOP (pg/%abs)
Ag	0,125-2,5	2,7 ^a	6	7	4
Ba	12,5 - 125	3	150	150	150
Cd	0,02 - 0,5	2,5	1	3	1
Cu	0,5 - 7,5	2,5	25	40	30

^a hodnoty RSD byly vypočteny z 15 stanovení koncentrací poskytlých analytický signál okolo 0,200 jednotek absorbance

Petr P ů s c h e l , Výzkumný ústav pro hnědé uhlí, Most : Elektrotermická atomizace v Mo a W atomizátorech

Příspěvek upozorňuje na přednosti elektrotermické atomizace s použitím kovových atomizátorů vyrobených z Mo a W pásků. Autor upozorňuje na velké experimentální možnosti při uspořádání ohřevu kolmo k optické ose přístroje. Ve vývoji atomizace z kovových povrchů se dále pokračuje, aby bylo např. možno využít i komerčně vyráběných automatických dávkovačů vzorků. Mo atomizátor byl použit pro stanovení Cu, Cd, Pb, Ag; W atomizátor pro stanovení Cr, V, Ni a Zn. Jsou prováděna stanovení těchto elementů ve vzorcích uhlí, popílků, poletavého prachu, důlních vod a vod srážkových.

V závěru je upozorněno na ekonomické výhody využití atomizace v kovových atomizátorech ve srovnání s devizově nákladnými grafitovými díly.

Ivan J a n o u š e k , Ústřední výzkumný ústav o.p. ŠKODA Plzeň : Extrakční koncentrování v plamenové AAS

V úvodu byly stručně diskutovány důvody ekstrakčního koncentrování v plamenové AAS, které se postupnou specializací vyvinuly v tzv. hybridní metody, tj. metody při kterých

je dělení a koncentrování těsně a neoddělitelně spjata s vlastním stanovením. Aplikace pulsního zmlžování malých objemů extraktu rozšiřuje možnosti ekstrakčního koncentrování zejména při stanovení více prvků ze společného koncentrátu.

Hlavní pozornost byla věnována zvládnutí techniky pulsního zmlžování, tj. volbě optimálních podmínek zmlžování, výběru vhodných linií a eliminací rušících vlivů plamene při zmlžování organických rozpouštědel.

Přednosti této varianty AAS byly ukázány na dvou typických příkladech praktického použití:

1. Stanovení Ag, Bi, Cd, Pb, Sb, Sn a Tl v technickém železe po ekstrakčním zkoncentrování aduktů halogenkomplexů kovů s trioktylfosfinoxidem (TOPO).
2. Nepřímé stanovení fosforu stanovením vanadu v selektivně extrahované kyselině vanadátomolybdatofosforečné.

Ukázalo se, že pulsní zmlžování organických extraktů rozšiřuje možnosti AAS v oblasti stanovení stopových koncentrací prvků. Kromě úspor extrahentů a zvýšení hygieny práce dovoluje tato modifikace použít vysokého stupně zkoncentrování a tím podstatně snížit mez stanovitelnosti.

Ota B o r e c k ý , Přírodovědecká fakulta UK, Praha : Obohacování na iontoměničích

Vsádkový separační způsob u iontoměniče Dowex 50 W x 8 umožnil jednak účinné nahromadění iontů Cu^{2+} i z velmi zředěných roztoků a jednak umožnil jejich účinné zkoncentrování při následné eluci, což se projevilo na vysoké citlivosti stanovení. Aparatura sestavená se zřetelem na bezprostřední návaznost jednotlivých operací a víceúčelové využití jejich dílčích zařízení umožnila relativně dobrou reprodukovatelnost. Je popsána řada opatření, které umožňují úspěšnou stopovou analýzu v podmínkách laboratoře, které se vyskytuje v podmínkách neodstranitelné vysoké vnější prašnosti.

Petr P ů s c h e l , Výzkumný ústav pro hnědé uhlí, Most : Využití AAS pro stanovení toxických prvků v životním prostředí SHR

Autor předkládá analytickou metodu stanovení selenu ve vzorcích uhlí, popílků a ve vodách. Při vypracování metodiky stanovení Se technikou převedení na těkavý hydrid byly sledovány: vliv absolutní dávky NaBH₄, rychlosti jeho dávkování, vliv nosného plynu (argonu či vodíku) a teploty atomizační T trubice na velikost signálu Se měřeného přístrojem Perkin-Elmer, model 303. K měření bylo použito spektrální linie 196 nm. Z celé řady sledovaných chemických interferencí jsou významné jen interference Cu^{2+} a

Ag⁺, které lze vysvětlit vznikem velmi stálých selenidů. Vyhodnocením výšky píku bylo dosaženo absolutní meze postřehu 2 ng Se s relativní směrodatnou odchylkou 7%. Při aplikaci této metodiky na stanovení Se v uhlí bylo dosaženo při obsahu Se kolem 2 µg/g po rozkladu spálením (navážky 0,4 g) v kalorimetrické bombě relativní směrodatné odchylky 15 - 30%.

V závěru byla podána informace o zjištěných výskytech sledovaných prvků selenu, arsenu a rtuti ve srážkových vodách z oblasti SHR a v námrazách odebraných v Krušných horách.

Olga Paľušová, Antonín Rippeľ,
Výskumný ústav hygieny, Bratislava : Stanovenie chromu metódou AAS v zložkách životného prostredia

Predmetom práce bolo skúmanie experimentálnych podmienok stanovenia chromu v zložkách životného prostredia AAS. Ako modelové vzorky boli vyskúšané prašný spad, hrušky, špenát, zemiaky, obilie a hotová strava. Vyskúšalo sa viacero mineralizačných postupov a to v kjeldalkách, autoklávoch firmy Perkin-Elmer a sklenených aparátúrach. Bola sledovaná výťažnosť chromu pri stanovení AAS bezplamenovou technikou, za použitia kompenzátora pozadia a metódou štandardných prídavkov.

Overila sa presnosť a citlivosť metódy stanovenia. Výťažnosť a kritériá pre presnosť metódy sú pre jednotlivé druhy materiálov uvedené v tabuľke.

Vzorka	\bar{x}	s_x ug.g ⁻¹	$s_{\bar{x}}$ ug.g ⁻¹	Variačný koef. %
Prašný spad	92,00	0,018	0,0055	2,86
Hrušky	92,20	0,218	0,0695	7,27
Špenát	93,60	0,029	0,0095	4,24
Zemiaky	87,21	0,027	0,0086	3,21
Obilie	93,50	0,043	0,0130	4,76
Hotová strava	94,04	0,084	0,0089	2,46

\bar{x} aritmetický priemer výťažnosti
 s_x smerodajná odchýlka
 $s_{\bar{x}}$ smerodajná odchýlka priemeru

Anna Šefflová, Jaromír Sponar,
Krajská hygienická stanice, Brno : Aplikace plamenové AAS při kontrole kontaminace ovzduší, pitných vod a poživatin

Počáteční sledování znečištění ovzduší jihomoravského kraje bylo zaměřeno na využití výsledků dlouhodobých informativních metod, jako je např. metoda prašného spadu, u něhož bylo zahájeno pravidelné sledování vybraných hyg. závažných prvků (Pb, Cd, Zn, Cu, Ni, Co, Fe, Mn, Cr,

Al, Ca, Mg, Na, K). Na tuto informativní sumační metodu bylo pak navázáno objektivními metodami zachycování vybraných škodlivin s následným stanovením metodou AAS, které poskytují údaje o konc. prvků v mg/m³ prosátého vzduchu (stanovení Pb a Cd v polétavém prachu zachycovaném na membránové filtry, stanovení rtuti, olova a kadmia v ovzduší zachycovaném do absorpčního roztoku). Citlivost plamenové techniky je zde limitujícím faktorem pro celkové odebrané množství vzduchu a způsob odběru.

Ve vodách jsou metodou plamenové AAS stanovovány některé ukazatele (Cd, Cr, Ag, Pb, Cu, Ba, Fe, Mn, Zn) podle požadavků novelizované ČSN 83 0611-pitná voda bez předběžného zakoncentrování vzorku.

Skála prvků sledovaných v poživatinách je v zásadě obdobná jako ve vodách, bývá rozšířena o stanovení cínu a niklu, situace je však komplikována nutným a potřebným rozložením organické matrice. V řadě případů je nutno při mineralizaci poživatin opouštět postupy podle čs. norem, zejména tam, kde jsou přidávány různé katalyzátory nebo látky podporující rovnoměrnost spalování.

Pracoviště KHS Brno je vybaveno přístrojem fy Perkin-Elmer model 306, se zapisovačem Perkin-Elmer 56 a s doplňkem pro bezplamenové stanovení rtuti. Ostatní prvky kromě rtuti jsou vzhledem k technickým možnostem stanovovány za použití plamenové atomizace. Účel analýz je namířen především na vztah k čs. normám, tj. zda vzorky obsahem kovů v podstatě odpovídají NPK definovaným normami platnými pro jednotlivé obory. Při podrobnějším sledování analytiky některých kovů se ukázalo, že v hyg. praxi se vyskytující hodnoty leží většinou v oblasti mezi mezí detekce a citlivostí přístroje. Užitím zapisovače můžeme dosáhnout až 30násobného zesílení absorbance. Nulové hodnoty nejsou udávány jako nula, ale označeny "méně než mez detekce". Za těchto podmínek je nezbytné, aby přístroj byl co nejlépe seřízen, aby byly bezpodmínečně dodržovány konstantní pracovní podmínky a prováděno ve vhodných intervalech kontrolní měření standardních roztoků.

Mikuláš Matherny, Katedra chemie Hutnické fakulty Vysoké školy technické, Košice, Gabriela Hrabovcová, Katedra hygieny a epidemiologie Lékařské fakulty University P.J.Šafárika, Košice : Matrixefekty a stanovenie niektorých stopových prvkov atomovou absorpčnou spektrometriou v minerálnych a studničných vodách

V práci sa diskutujú podmienky stanovenia molybdénu, medi a mangánu atomovou absorpčnou spektrometriou. V prípade molybdénu sa podrobne študovali matrixefekty, a to vplyv kationov Fe²⁺, Hg²⁺, Pb²⁺, Zn²⁺, K⁺, NH₄⁺, ako aj anionov Br⁻, F⁻, J⁻, NO₂⁻. Matrixefekt sa sledoval na priebehu analytických kalibračných priamok v rozpätí koncentrácií 20 µg.ml⁻¹ do 0,1 µg.ml⁻¹. Interferujúce ióny

vo všetkých prípadoch znižovali smernicu analytickej kalibračnej priamky. Vypracovaná metóda sa použila pre hodnotenie najvýznamnejších minerálnych pramenov východného Slovenska, ako aj na hodnotenie studničných vod, riečnych tokov a odpadových vod.

František B e k , Stavební geologie, Praha :
Možnosti stanovení berylia ve vodách pomocí HGA-74

Podle obsahu v přírodních vodách je berylium typickým příkladem stopového prvku. V mořské vodě je průměrný obsah Be 0,00055 $\mu\text{g/l}$, ve sladkých vodách 0,002 $\mu\text{g/l}$, přičemž maximální obsahy ve vodách nezrudněných oblastí dosahují hodnoty 0,1 $\mu\text{g/l}$. Nejvyšší popsání obsahy berylia v minerálních vodách západočeské oblasti dosahují hodnoty ca 400 $\mu\text{g/l}$. Vyšší obsahy berylia v povrchových vodách indikují zrudnění dané oblasti granity nebo průmyslové kontaminace (např. u srážkových vod).

Přímé stanovení těchto obsahů umožňuje použití ETA - v našem případě HGA-74 Perkin-Elmer. Z křivky tepelného zpracování vzorku vyplývá, že optimální teplota zpracování je 1000 - 1200 °C. Z hlediska složení matrice vzorků vod byl sledován vliv Na, K, Mg, Ca, Fe, Al, Si, Cl⁻, SO₄²⁻, NO₃⁻, PO₄³⁻. Ukázalo se, že pozitivní rušivý vliv vykazují vyšší koncentrace Al, Si, K a Mg a snížení absorbance je způsobeno Na, Ca, SO₄²⁻. Z uvedeného vyplývá, že je zvláště v případě mineralizovaných vod zapotřebí použít modelové srovnávací roztoky, které obsahují Na, Ca, Mg a SO₄²⁻ v průměrných mineralizacích sledovaných vod. Dosažená citlivost absorpčního stanovení berylia pomocí HGA-74 činí 6.10 $\mu\text{g/l}$ při dávkování 20 μl . Použitá teplota atomizace je 2700 °C. V případě vyšších obsahů berylia byl u grafitové květy pozorován "paměťový efekt", který je prokazatelně veile obsahu berylia závislý také na "stáří" - resp. poremnosti povrchu květy. Tento vliv lze u standardní grafitové květy těžko odstranit a pro další exaktní měření lze doporučit výměnu květy. Navržený pracovní postup byl proveden na vzorcích minerálních vod z Karlových Varů, výsledky naměřené metodou kalibrační křivky a standardních přídávků byly porovnány též s dostupnými literárními údaji. Byla nalezena dobrá shoda výsledků.

Zdislava K ö l l n e r o v á , Výzkumné ústavy rostlinné výroby, Praha : Zkušenosti se stanovením olova v rostlinném materiálu plamenovou atomovou absorpční spektrofotometrií

Plamenovou atomovou absorpční spektrofotometrií byl stanoven obsah olova v rostlinách zasažených spadem z kovnutí a v rostlinách pěstovaných na půdě s vyšším obsahem olova. Stanovení bylo prováděno na přístroji Southern

Analytical typ A 3000 při vlnové délce 283,3 nm.

Koncentrace olova ve vzorcích rostlin zmineralizovaných zahříváním s kyselinou dusičnou a chloristou byla zjišťována metodou kalibrační křivky. S ohledem na možnost vzniku nespecifické absorpce byly kromě čistých standardů připraveny též modelové standardy obsahující Ca, Mg, K, Na, Fe, Zn a P, jejichž složení odpovídalo průměrnému obsahu těchto prvků v rostlinách. Kalibrační křivky získané jak z čistých, tak z modelových standardů byly však totožné. Tímto způsobem bylo v rostlinách nalezeno 20 - 260 ppm olova.

U většiny vzorků byla pro nízký obsah olova prováděna jeho extrakce do organické fáze dietyldithiokarbamem sodným. Jako rozpouštědlo byl vyzkoušen ethylacetát, butylacetát, chloroform, xylén, isobutylalkohol a methylisobutylketon, který byl pak používán v další práci. Při extrakci byly opět porovnávány čisté i modelové standardy. Přitom byl též vyzkoušen vliv železa, které se v rostlinách vyskytuje obvykle v koncentraci do 0,1% a které se dietyldithiokarbamem rovněž extrahuje, ale v daných podmínkách se jeho vliv neprojevil. Z čistých i modelových standardů byly získány lineární kalibrační křivky, avšak pro čisté standardy byla citlivost 2 - 2,5x nižší. Dále byly používány modelové standardy v rozmezí 0 - 5 ppm olova a u části vzorků byla tato metoda srovnána s metodou standardních přídávků, přičemž byly získány prakticky stejné výsledky. Pomocí extrakce bylo v rostlinách nalezeno 6 - 20 ppm olova, u některých vzorků olovo nebylo zjištěno. Nejmenší stanovitelná koncentrace olova v roztoku při 1% absorbanci při měření v methylisobutylketonu byla 0,1 - 0,2 ppm, což po přepočtení odpovídá obsahu v rostlinách 1 - 2 ppm.

Jiří D ě d i n a , Fysiologický ústav ČSAV,
Praha : Citlivost a správnost stanovení selenu metodou generace hydridů

Úvodem je popsáno stanovení stopových koncentrací selenu v biologických materiálech. Stanovení se skládá ze dvou samostatných kroků: z mineralizace biologického materiálu a z vlastního stanovení selenu v mineralizátech metodou generace hydridů.

Ke stanovení selenu v mineralizátech je použito redukce selenu ve vzorku H₂Se borohydridem v prostředí HCl. Uvolňující se H₂Se průběžně odchází k atomizaci v bohatém H₂ - O₂ plameni vedeném v nevyhříváném křemenné květe. Dosažená citlivost je 5 x 10⁻³ A/ng Se, reprodukovatelnost 20 ng Se je 3 - 8% (RSD). Absolutní mez postřehu je 80 pg Se, relativní mez postřehu je 10 pg Se/ml.

Pozornost je věnována vlivu parametrů generace hydridů a vlivu parametrů jeho atomizace na citlivost a správnost stanovení Se v mineralizátech.

Citlivost je dána třemi faktory: účinností pře-

vedení Se v mineralizátu na H_2Se , způsobem vedení H_2Se k atomizaci a účinností atomizace. Experimenty se vzorky značenými radioaktivním izotopem ^{75}Se prokázaly v rozporu s literárními údaji, že Se ve vzorku lze prakticky kvantitativně převést na H_2Se (účinnost 98±1%) a že ke kvantitativní redukci dochází v širokém koncentračním rozmezí HCl ve vzorku (1 N - 11 N).

Pro posouzení vlivu zbylých dvou faktorů na citlivost stanovení byly odvozeny vztahy popisující závislost citlivosti na způsobu vedení H_2Se k atomizaci a na účinnosti atomizace. Pomocí těchto vztahů byly dílem z vlastních experimentů a dílem z literárních údajů zjištěny účinnosti atomizace H_2Se v nejčastěji používaných atomizátorech. Nejvyšší účinnost vykazuje bohatý $H_2 - O_2$ plamen vedený v nevyhřívané křemenné kyvetě. Z odvozených vztahů rovněž vyplývá, že z hlediska dosažení maximální citlivosti je pro vedení H_2Se k atomizaci nejvýhodnější kolekce hydridu vymrazováním. Takto by mělo být možné, stanovit koncentrace pod 1 pg Se/ml vzorku.

Rušivé vlivy nebyly při stanovení Se v mineralizátech pozorovány; u jiných matric je lze poměrně snadno eliminovat. Výhodou popsané metody je jednoduchost, rychlost a vysoká citlivost, která může být v případě potřeby ještě výrazně zvýšena.

Josef P i k h a r t , Naděžda B u r e š o v á ,
Výzkumný ústav organických syntéz, Pardubice - Rybitví :
Stanovení rtuti v organických látkách.

Stanovení rtuti na našem pracovišti přichází ve značně širokém koncentračním rozsahu od desítek procent až po desítky ppm. Provozní vzorky barvářských polotovarů i barviv jsou znečištěny celou řadou stopových prvků, jako Hg, Pb, Ag, Bi, Cu, As, Sb, Sn a pod. Isolace rtuti z tohoto prostředí je velice obtížná. Rtuť je takřka vždy v těchto látkách obsažena jako komplexně vázaná, iontová a kovová. Analyzované vzorky vždy obsahují značné a proměnlivé množství alkalických solí. Iontové vázaná rtuť se nechá v malých koncentracích uvolnit z reakčního prostředí hydridovými metodami. Komplexně vázaná rtuť se však touto cestou nestanoví. Úplná mineralizace organické matrice je podmínkou pro stanovení celkové rtuti. Při mineralizaci organické látky v otevřeném systému je nebezpečí ztratit rtuť. Vyvinuli jsme mineralizační aparaturu a pracovní postup vedoucí k úplné a bezztrátové mineralizaci organických látek pro stanovení rtuti. Podle našeho názoru bude možno aparaturu i pracovní postup použít též pro stanovení arsenu, selenu a dalších snadno tékavých prvků. Na aparatuře je možno zpracovat pevné i kapalné vzorky. Mineralizáty bude možno po vhodné úpravě použít i pro hydridové metody stanovení rtuti.

Vysoké obsahy rtuti jsme stanovili přímo v mine-

ralisátech změřením atomové absorpce rtuti v acetylen - vzduchovém plamenu. Nízké obsahy jsme stanovili atomizací v grafitové kyvetě po extrakci komplexů DDC neb APDC do CCl_4 neb do MIBK.

Veškeré práce byly provedeny na přístroji Perkin Elmer 306 se standardním hořákem nebo s grafitovou kyvetou HGA 74.

Vladimír S t r e š k o , Geologický ústav Přírodovědecké fakulty UK, Bratislava, Olga Č e r n e ě o v á ,
Inžiniersko-geologický a hydrogeologický prieskum, Žilina :
Možnosti stanovenia zlata v geologických materiáloch atomovou absorpčnou spektrometriou

O výskyte zlata, jeho distribúci a obsahoch v geologických materiáloch je známých pomerne málo údajov. Jedna z príčin spočíva v nedostatku vhodných analytických metód, ktoré umožňujú získať dostatočne rýchlo a pomerne jednoducho spoľahlivé výsledky. V posledných rokoch bolo publikovaných väčšie množstvo teoretických a aplikačných prác o stanovení zlata pomocou atomovej absorpčnej spektrometrie a to jednak za použitia plamenovej a jednak za použitia elektrotermickej atomizácie. V niektorých otázkach sa názory autorov rozchádzajú, pričom uvádzané analytické postupy, na rozdiel od stanovenia iných prvkov, sú komplikovanejšie, zdĺhavejšie a vyznačujú sa vzájomnou odlišnosťou čo sa týka veľkosti návažky, úpravy vzorky, uvádzania zlata do roztoku, nabohatenie a vlastnej metódy stanovenia. Každý z týchto úkonov môže do značnej miery ovplyvniť parametre dosahovaných výsledkov. Preto, po zhodnotení doteraz zverejnených prác boli použité niektoré vhodné kombinácie pracovných postupov.

Rozklad analyzovaných vzoriek bol robený dvomi spôsobmi. Na oddelenie zlata, so súčasným nabohatením, bola využitá extrakcia bromo a chloro-komplexu do MIBK a komplexná zlúčenina zlata s dibutylsulfidom do toluénu. Vzhľadom na nízke obsahy zlata, vlastné stanovenie bolo robené atomovou absorpčnou spektrometriou s elektrotermickou atomizáciou. Presnosť získaných výsledkov bola sledovaná na vzorkách pyritov s porovnaním výsledkov dosiahnutých jednotlivými postupmi.

Odborná skupina automatické spektrometrie v hutnictví

uspořádala ve dnech 23. - 27. října 1978 v Ostravě-Hrabůvce (v hotelovém domě Vítek) již po šesté týdenní kurz automatické spektrometrie pro začátečníky. Zúčastnilo se jej 50 pracovníků z hutních a strojírenských laboratoří, z výzkumných ústavů a geologických pracovišť.

Teoretické přednášky spojené s praktickým cvičením v kvantometrických stanicích Trineckých železáren VŘSR a NHKG daly základ pro další práci na automatických spektrometrech optických, vakuově-optických a rentgenových.

Odborná skupina spektroskopie nevodivých materiálů

11. pracovní schůze se konala dne 15.11.1978 v Brně na téma "Podmínky optimálního výběru metodiky a přístroje při analýze nevodivých materiálů".

Schůzi připravila a řídila Dr. Jana Kubová.

Byly předneseny přednášky:

Milan M á t l, Geologický průzkum Ostrava, závod Zlaté Hory : Použití dvojitého oblouku pro skupinové stanovení lehce těkavých prvků při geochemické prospekci

Jsou popsány výsledky pokusů s použitím kelímkové elektrody a dvojitého oblouku ke stanovení skupiny lehce těkavých prvků v geologických materiálech. V sulfidickém prostředí těkají prvky v přibližném pořadí Te, (Tl, Pb), W, Mo, As, (Sb, Ge, Bi, Cd), Sn, Zn, (In, Ag). Lze mít za prokázané, že je možné najít takové kompromisní podmínky, aby geochemicky zajímavější prvky této skupiny byly stanoveny z jedné expozice, zatímco další prvky slouží jako referentní.

Pro praktické účely je vypracována řada technických zlepšení, z nichž podstatné jsou:

- vliv osnovy vzorku a vliv kolísání teploty oblouku jsou do značné míry eliminovány přidávkou přebytku uhličitánu sodného
- nepříznivé vlivy fyzikálních dějů v elektrodě jsou odstraněny používáním výlisku vzorku s vertikálním kanálem
- přídavek uhlíku (slouží zároveň jako dispergující činidlo a lisovací pojídlo) spolu s vysokou proudovou hustotou (~15-18 A) umožňuje relativně rychlé vypaření těkavých prvků
- vhodné uchycení kelímkové elektrody umožňuje snadné použití relativně vysokých proudů
- vhodnou volbou expozice a předexpozice se sníží spojitě a hlavně molekulární pozadí (SiO)

Výhody takto aplikované metody dvojitého oblouku v sulfidickém prostředí jsou:

- Spektrum je velmi čisté, dochází jen k malému počtu koincidencí (na př. As. Cd) a tak je možné používat i spektrografy se střední dispersí
- Mez detekce je obecně velmi nízká
- U většiny prvků existuje široká možnost výběru analytických linií pro různé koncentrační rozsahy

Statistické parametry pro stanovení indikačních prvků polymetalického zrudnění (kompromisní podmínky s důrazem na Pb):

Stanovovaný prvek	Srovnávací prvek	Mez detekce (ppm)	Přesnost (rel.směr.odch.)	Počet stanovení
Pb	Tl	~ 0,2	0,1	416
As	bez + Ge/2	2	0,14	442
Sb	Ge	0,3	0,18	120
Cd	Ge	0,05	0,19	436
	Ge	0,12	~ 0,14	30
Bi	Ge	0,05	0,14	414
Sn	Ge	~ 0,1	0,15	120
Zn	bez + Ge/2	~ 0,5	0,13	426
Ag	In	0,006	0,17	120
W	bez	8	~ 0,2	30
Mo	bez	1,5	~ 0,25	30

Natalia P l i e š o v s k á, katedra chemie Hutníckej fakulty VŠT, Košice : Štúdium procesu vyparovania hlavných prvkov monominerálov

Cieľom tejto práce bolo preštudovať proces vyparovania hlavných prvkov Al, Ca, Fe, Mg, Si monominerálnych vzoriek, ktoré sú typické pre niektoré fázové komponenty slinutej magnézie.

Pokusy sa uskutočňovali metódou emisnej spektrálnej analýzy a vyparovací proces sa hodnotil klasickou metódou vyparovacích kriviek ($I = f / t /$) a Plškom zavedenou metódou integrálnych vzťahových kriviek $[(\sum I_{\lambda}) \rightarrow f(\sum I_{R})]$. Spektra sa fotografovali s použitím Hartmanovej T-clony spektrografu¹. Výpočet intenzít spektrálnych čiar, resp. hodnôt integrálnych intenzít sa uskutočňoval s pomocou programu ECC/priep-F-77². Bolo zistené, že priebeh vyparovacích kriviek ovplyvňuje povlak, ktorý vzniká na protielektrode a z ktorého dochádza k difúzií príslušného prvku späť do plazmy v priebehu expozičnej doby. Rýchlosť vyparovania príslušného prvku do plazmy je závislá na chemickom a mineralogickom zložení daného minerála.

Literatúra

- Plško E., Chem. zvesti 18, 830 (1964)
- Flórián K., Chem. zvesti 28, 306 (1974)
- Flórián K., Nепublikované údaje

Světлана K r i š t o u f k o v á , Vysoká škola zemědělská, Praha : Některé poznatky ze stanovení stopových prvků v biologických materiálech

Byla uvedena metoda na stanovení některých stopových prvků v materiálech rostlinného a živočišného původu.

U rostlinných materiálů byl popsán odběr vzorků, příprava k analýze, mineralizace vzorků a vlastní stanovení. Podrobně byla popsána metodika na stanovení B, Mo, Co v popelu rostlinného materiálu emisní spektrální analýzou na sovětském mřížkovém spektrografu DFS - 8 s buzením obloukem stejnosměrného proudu. Cu a Zn byly stanovovány atomovou absorpční spektrometrií po převedení popela do roztoku, Mn rentgenovou fluorescenční analýzou z původního vzorku. Správnost těchto metod byla kontrolována analýzou dvou rostlinných standardů RVHP (kukuřice - list, vojtěška - zelená zralost).

Živočišné materiály : bylo stanovována Fe, Cu, Cr a Pb ve svalcích, játrech a ledvinách kuřat, kterým do krmných směsí byly přidávány kaly z městských čistíren. Stanovení bylo provedeno emisní spektrální analýzou po předchozí mineralizaci vzorků.

SEKCE MOLEKULOVÉ SPEKTROSKOPIE

16.pracovní schůze se konala dne 7.listopadu 1978 v Ústavu makromolekulární chemie ČSAV v Praze. Schůzi připravil a řídil Ing. Jaromír Moravec, CSc.

Byly předneseny přednášky :

Tomislav Š i m e č e k , Fyzikální ústav ČSAV,
Praha : Heterostrukturní polovodičové lasery

Polovodičové lasery zaznamenaly v období posledních 5 - 10 let bouřlivý rozvoj zejména v souvislosti s rozvojem techniky epitaxního růstu ternárních i vícetělných polovodičových sloučenin. Zvládnutí této technologie dovoluje přípravu heterostrukturních laserů, kde aktivní oblast je obklopena nejčastěji z obou protilehlých stran materiálem s větší šířkou zakázaného pásu a pokud možno i s menším indexem lomu. Je vysvětlen význam takovéto konstrukce k omezení oblasti rekombinace, a snížení ztrát, zejména v případě buzení polovodičů ve spektrální oblasti mazipásových přechodů. Jsou uvedena všechna základní specifika, která zásadně odlišují polovodičové lasery od ostatních laserů zejména možnost přímého buzení pomocí injekce nosičů na přechodu p-n, vysoká vnitřní účinnost tohoto procesu $\sim 97\%$ i malá setrvačnost $\lesssim 10^{-8}$ s, značná šířka spektrální čáry dovolující spojitě přeladění i principiální možnost přípravy tuhých roztoků v aktivní oblasti dovolující tak pokrýt spojitě celý obor vlnových délek od blízkého UV do dalekého IČ.

Hlavní použití polovodičových laserů leží jistě v oblasti komunikací na optických kmitočtech, ale neobyčejná účinnost a jednoduchost těchto laserů přináší i jejich uplatnění v jiných odvětvích např. i ve spektroskopii.

Jsou probrány i nedostatky těchto laserů - zejména horší spektrální čistota a prostorová koherence - způsobená obvykle potížením a omezením vícemodového režimu ale i difrakčními jevy na výstupní apertuře. Zvláštní otázkou je pak životnost součástí zejména v případě kontinuálního provozu při pokojové teplotě.

Závěrem jsou shrnuty výsledky dosažené v ÚFPL - ČSAV při úspěšné realizaci laserů pracujících pulsně při pokojové teplotě v systému GaAlAs na vlnových délkách v oboru 0,8 - 0,9 μm .

Miloš T i t z , Výzkumný ústav organických syntéz,
Pardubice : Interakce elektromagnetického záření z hlediska klasického a kvantové mechanického

Těžištěm přednášky bylo zhodnocení vzájemného vztahu a možnosti jednotlivých disciplín klasické a kvantové fyziky při popisu interakce hmoty a záření metodami klasické elektrodynamiky vrcholící Lorentzovou elektronovou teorií (1895); semiklasickou teorií spojující kvantové mechanický popis látkového prostředí s klasickým popisem elmag. záření a úplnou kvantovou teorií interakce mnohaelektronových systémů s (kvantovým) elmag. zářivým polem.

Kvantová teorie emise a absorpce elmag. záření látkou může být diskutována pomocí dvou rozdílných metod. V obou těchto metodách předpokládáme, že systém částic je až do určitého časového okamžiku (např. $t = 0$) v určitém stacionárním stavu.

V metodě první - semiklasické teorii absorpce záření - předpokládáme, že v čase $t = 0$ se radiační pole "zapne". Prostřednictvím na čase závislé poruchové teorie lze vypočítat pravděpodobnost nalezení systému částic v čase $t = 0$ v libovolném stavu k . Tuto pravděpodobnost pak lze korelovat s absorpcí záření systémem částic. Semiklasická teorie emise záření systémem částic už tak uspokojivá není. Vysvětlení této skutečnosti není jednoduché a hlavní námitkou může být skutečnost, že tato teorie není analogická teorií absorpce. Zatímco semiklasická absorpce je odvozena pomocí kvantové mechanických metod, je proces emise záření studován prostřednictvím mechaniky klasické, přičemž nábojová distribuce v systému částic se získává z vlnové funkce.

V druhé metodě předpokládáme, že radiační pole existuje stále a že je v nějakém konkrétním stacionárním stavu. Dále se opět předpokládá, že v čase $t = 0$ je interakce mezi polem a částicemi "zapnuta". V této metodě je popis emise a absorpce záření zcela ekvivalentní a výsledek pro emisi obsahuje emisi jak spontánní, tak i stimulovanou. Je mnoho důvodů se domnívat, že tento přístup je dokonalejší než přístup semiklasický; jedinou předností semiklasického přístupu snad může být ta skutečnost, že pro pochopení určitých aspektů interakce záření s látkou není nutný kvantové teoretický popis radiačního pole.

Při studiu interakce mezi spiny částic a zářivým polem lze uvažovat jednak přechody mezi různými stavy s toutéž multiplicitou a směrem spinu - známé S-S přechody, jednak emisi a absorpci při přechodech S-T. Přechody mezi různými stavy se stejnou spinovou multiplicitou ale rozdílnými směry spinu studují metody magnetické rezonance.

Závěrem byly ukázány výhody reprezentace obsazovacích čísel (formalizmus tzv. druhého kvantování, resp. formalizmus anihilačních a kreačních operátorů) jak při popisu mnohaelektronových systémů (systémy fermionů), tak při popisu kvantového elmag. pole (systémy bozonů), jakož i při popisu jejich interakce.

Pavel E n g s t , Milan H o r á k , Vladimír Š p i r k o , Ústav fyzikální chemie a elektrochemie
J. Heyrovského, ČSAV, Praha : Infračervené molekulární superexcitace

Působením silného infračerveného laserového pole lze vibračně superexcitovat celou řadu polyatomových molekul. Dynamika vibrační excitace ostře odvisí jednak od parametrů specifikujících použitý laser (intenzita a vlnová délka záření, časové charakteristiky) jednak od parametrů specifikujících terčový systém (tlak, teplota a složení systémů; energetické a relaxační charakteristiky jak terčových molekul tak i eventuelně produktů vznikajících stimulovanou chemickou reakcí).

Vysoká selektivnost v energetické excitaci molekul (daná bezkonkurenční monochromaticností laserového záření) a eventuelně bezprecedentní rychlost excitace (polyatomová molekula může načerpat energii podminující monomolekulární reakci během jediného laserového pulsu realizujícího se v kratší době než je střední doba mezi dvěma srážkami studovaných molekul - nanosekundové a subnanosekundové režimy) dovoluje stimulovat anebo dokonce programově řídit nové typy chemických procesů.

Mezi aplikačně nejvýznamnější procesy bezkolísáního typu (tedy realizovatelné pomocí pulsního laseru) patří zejména isotopicky selektivní disociace a ionizace molekul (separace isotopů) a selektivní isomerizace složitých molekul.

Vibrační superexcitaci je možno také provádět pomocí kontinuálních výkonových laserů. V takovém uspořádání sice dominují kolísání efekty (a tudíž se ztrácí ostrá selektivnost v energetické excitaci), nicméně, i v tomto uspořádání lze volit podmínky experimentu tak, že lze stále docílit signifikantní stupen excitační selektivity. Z aplikačního hlediska to tedy znamená, že i v tomto uspořádání lze stimulovat např. "klasicky" nerealizovatelné chemické reakce.

Odborná skupina spektroskopie s vysokým rozlišením

Ústav fyzikální chemie a elektrochemie J. Heyrovského ČSAV ve spolupráci s Československou spektroskopickou společností uspořádal V. mezinárodní seminář o infračervené spektroskopii vysokého rozlišení ve dnech 18. - 22. 9. 1978 v Liblicích.

Semináře se zúčastnilo 93 účastníků ze 16 zemí (Bulharsko 2, ČSSR 12, NDR 4, Maďarsko 7, Polsko 1, SSSR 12, Kanada 3, Dánsko 1, Finsko 3, Francie 17, NSR 15, Japonsko 1, Norsko 2, Anglie 5, USA 7, Švýcarsko 1). Byl zaměřen zejména na vysokou a ultravysokou infračervenou spektroskopii používající laserových diodových a Fourierovských spektrometrů, teorii a analýzu vibračně rotačních spekter molekul a použití mikrovlnné a submilimetrové techniky ke studiu vibračně rotačních efektů.

Seminář měl vysokou odbornou i společenskou úroveň. Některé přednášky byly takového charakteru, že patřily i z hlediska zásadních pokroků lidského poznávání přírody k tomu nejlepšímu, co lze v současné době i na nejlepších mezinárodních konferencích prezentovat. Platí to zejména o přednášce prof. G. Winnewissera (Max-Planck-Institut für Radioastronomie, Bonn) s názvem "High Resolution Interstellar Molecular Spectroscopy" i o některých jiných (prof. Rao, USA, dr. Krupnov, SSSR, prof. Ozier, Kanada).

Odborná skupina magnetické rezonanční spektroskopie

uspořádala spolu s VŠCHT Praha ve dnech 3.-5. října 1978 v rekreačním středisku k.p. Spolana v Chlumu u Třeboně 2. Symposium o nukleární magnetické resonanci. Garantem symposia byla VŠCHT Praha. Zúčastnilo se jej celkem 68 odborníků z devíti států - z ČSSR, SSSR (6), BLR (1), NDR (8), MLR (1), PLR (5), NSR (1), Belgie (2) a Francie (1).

Odborný program symposia sestával z šesti plenárních přednášek a 32 původních sdělení. Byl rozvržen do pěti jednacích půldní a byl zaměřen na NMR spektroskopii vysokého rozlišení. Velká část sdělení se zabývala nejmodernějšími metodami NMR. Podnětná a do značné míry zásluhou zvaných hostů i velmi živá byla diskuse, která se rozvinula prakticky ke všem přednáškám.

V rámci symposia byly uskutečněny i dvě diskuse. První z nich, vedená dr. Schramlem z ÚTZCHT, byla věnovaná návrhu české nomenklatury nukleární magnetické resonance. Tematem druhé diskuse, řízené prof. Martinem z Francie, byla problematika výuky NMR na vysokých školách.

Naprostá většina referátů byla přednesena v angličtině, i když jednací řečí byla i ruština a němčina. Účastníci

dostali abstrakty jednotlivých referátů.

V rámci společenského programu byla uskutečněna exkurze do místního závodu Český křišťál a výlet do Jindřichova Hradce.

Odborná skupina spektroskopie pevného stavu

13. pracovní schůze se konala dne 14.12.1978 v Ústavu fyziky pevných látek ČSAV v Praze.

Schůzi připravila a řídila Dr. Milena Závětová, CSc

Byly předneseny přednášky :

Vladimír V o r l í č e k , Ústav fyziky pevných látek ČSAV, Praha : Magnetooptické metody studia polovodičů

Po krátké rekapitulaci přínosu optických metod ke studiu parametrů pásové struktury polovodičů byla podána fenomenologická teorie základních magnetooptických jevů; to jest Faradayova a Voigtova jevu, magnetoabsorpce a magnetoreflexe. Bylo upozorněno na výhody, jež vznikají vhodnou volbou magnetooptických metod při studiu jevů spojených s absorpcí na volných nositelích (vyloučení nutnosti transportních měření, potlačení polaronového efektu). Obecné závěry byly doloženy výsledky různých autorů získaných na InSb a HgTe. - Dále byly diskutovány možnosti experimentů v oblasti vlastní absorpce, zvláště v okolí absorpční hrany. Hlavní pozornost byla věnována magnetoabsorpci a Faradayově rotaci. Podrobněji bylo pojednáno o problematice měření Faradayovy rotace v propustné oblasti. Bylo upozorněno na potřebu kombinovat měření Faradayovy rotace s dalšími metodami (Faradayova elipticita, magnetoabsorpce). Analýza metod byla doplněna výsledky měření na Ge a některých sloučeninách typu $A^m B^n$, vybraných z literatury.

Milan Z v á r a , Fyzikální ústav Karlovy univerzity, Praha : Magnetooptika polovodičů s komplexní pásovou strukturou

Na příkladu Ge bylo demonstrováno, jak podrobné studium reálné komplexní struktury valenčního pásu umožnilo dokonalejší interpretaci experimentálních výsledků magnetooptických jevů. Obecné řešení energetických hladin degenerovaných pásů v magnetickém poli podal Luttinger (1).

Čtyřnásobná degenerace v bodě Γ vede v magnetickém poli ke čtyřem systémům Landauových hladin, které pro větší kvantová čísla konvergují k limitě odpovídající systému lehkých a těžkých děr. Polohy hladin jsou určeny všemi parametry, charakterizujícími valenční pás, a jejich vzdálenosti nejsou ekvidistantní. Uvedené teoretické spektrum odpovídá scilační struktuře, zjištěné v magnetoabsorpci, mezipásově Faradayově rotaci a elipticitě, oscilační fotovodivosti, fotoelektromagnetickému jevu apod. a dovoluje na základě experimentu vyhodnotit pásové parametry materiálu.

Základní význam pro interpretaci má dále studium elektrostatické coulombovské interakce mezi elektronem a dírkou, vedoucí k vytvoření excitonu. Ve slabém magnetickém poli dochází ke štěpení diskretních hladin excitonu podle průmětu orbitálního momentu do směru pole. V silném poli se ke každé Landauově hladině přimyká serie dubletních hladin, přičemž maximum síly oscilátoru leží v místě základní diskretní hladiny, nikoliv v místě Landauovy hladiny.

(1) J. M. Luttinger: Phys. Rev. 102, 1030 (1956)

SEKCE SPECIÁLNÍCH SPEKTROSKOPICKÝCH METOD

Odborná skupina lokální elektronové mikroanalýzy

2.letní škola o elektronové mikroanalýze a rastrovací elektronové mikroskopii byla uspořádána ve dnech 24. - 30. září 1978 v Nízkých Tatrách.

Byly předneseny přednášky :

Karel J u r e k , Geologický ústav ČSAV, Praha:
Fyzikální základy EMA

Karel J u r e k , Geologický ústav ČSAV, Praha :
Statistika

Zdeněk K o t r b a , Ústřední ústav geologický,
Praha : Chyby analýz kvantitativní rentgenové mikroanalýzy

Mojmír P a v l í ě k , Ústav jaderných paliv,
Praha - Zbraslav: Korekční metoda v kvantitativní elektronové mikroanalýze.

Václav H u l í n s k ý , katedra silikátů Vysoké
školy chemicko-technologické, Praha: Polovodičové spektrometry (energetický disperzní).

Karel J u r e k , Geologický ústav ČSAV, Praha :
Vyhodnocení spektra získaného polovodičovým detektorem

Jiří H o v o r k a , Státní výzkumný ústav mate-
riálu, Praha : Elektronová difrakce v REM (Pseudo-Kikuchiho metoda)

Václav H u l í n s k ý , katedra silikátů Vysoké
školy chemicko-technologické, Praha: Tvorba obrazu v EMA a REM

Milan V o l š i n s k ý , Tesla Brno n.p., Brno :
Konceptní pojetí a některé konstrukční zajímavosti rastrovacích elektronových mikroskopů Tesla BS 300 a BS 350

František H n i l i c a , Státní výzkumný ústav materiálu, Praha : Základy stereometrie pomocí REM

Vratislav H o r á l e k , Státní výzkumný ústav pro stavbu strojů, Praha - Běchovice: Základní stereologické modely

Ivan N e d b a l , katedra jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT, Praha : Základy fraktografie s použitím rádkovacího elektronového mikroskopu

Vladimír L a i c h t e r , Tesla Výzkumný ústav pro sdělovací techniku, Praha, Jan Š e v č í k , Tesla Rožnov n.p., Rožnov pod Radhoštěm : Využití elektronového svazku v mikroelektronice

Jiří D r a h o k o u p i l , Fyzikální ústav ČSAV, Praha : Rentgenová spektra atomů ve vazbě

Radim R y b k a , Ústřední ústav geologický, Praha : Automatizace rentgenové mikroanalýzy počítačem

Ivan Š i m a n , Výzkumný ústav ČKD, Praha : Rtg mikroanalýzátor JCSA-50 A řízený počítačem

Odborná skupina spektroskopie povrchů

1. pracovní schůze, která byla ustavující schůzí skupiny, se konala dne 18. října 1978 v Národním technickém muzeu v Praze. Vedoucím odborné skupiny byl zvolen Dr. Dušan Štulík z Ústředního výzkumného a zkušebního ústavu o.p. Škoda, Plzeň.

Byly předneseny přednášky :

Dušan Š t u l í k , Ústřední výzkumný a zkušební ústav o.p. Škoda, Plzeň : Současný rozsah aplikací metod spektroskopie povrchů ve vědě a technice

V současné době existuje přes 80 technik, které pomáhají hledat odpověď na základní otázky se kterými se setkáváme při studiu povrchů:

- a) jaké částice se uplatňují v povrchové vrstvě
- b) jaká je struktura povrchu
- c) jaká je distribuce náboje v povrchové vrstvě.

Pro studium chemického složení povrchů se používá řada postupů, ze kterých nejdůležitější a všestranně použitelné jsou

AES (Augerova elektronová spektroskopie), ESCA (elektronová spektroskopie pro chemickou analýzu), SIMS (hmotová spektrometrie sekundárních iontů) a ISS (spektroskopie odrazu nízkenergetických iontů).

Tyto metody jsou vhodné pro kvalitativní analýzy povrchu a přímo nebo nepřímo umožňují studovat hloubkové rozložení prvků v blízkosti povrchu.

AES a SIMS umožňují mikroanalýzu a mapování povrchu "v barvě zvoleného prvku". Předností techniky ESCA je citlivost ke změnám chemických vazeb a SIMS umožňuje i studium izotopického složení povrchu.

Jednotlivé metody nebo jejich kombinace se široce uplatňují v základním i aplikovaném výzkumu. Řada doposud realizovaných aplikací ukazuje rozsáhlé možnosti uplatnění metod povrchové spektroskopie:

Kovové materiály - oxidace, koroze, pasivace, segregace, difusní a precipitační pochody, otěr, tribologie, povrchové reakce, mechanické a chemické úpravy povrchu.

Polovodičové materiály a elektronika - oxidace, povrchová kontaminace, implantace, napařování a napařování tenkých vrstev, epitaxe, povrch kontaktů a katod.

Silikáty - povrchové úpravy, koroze a metalýza skla, segregace pochody v keramických materiálech, analýza a datování hornin, oxidace rud.

Katalýza - adsorpční a desorpční pochody, povrchové reakce, chemická vazba na povrchu, inhibice.

Speciální aplikace - životní prostředí, archeologie, umění, lékařství.

Josef Š u b a , Ústřední výzkumný a zkušební ústav o.p. Škoda, Plzeň : Přehled komerčních zařízení pro spektroskopii povrchů

Řada světových firem zařadila do svého programu výrobu přístrojů pro studium povrchů. V současnosti je možno koupit celou řadu přístrojů od jednoduchých jednoduše až k složitým systémům, které kombinací několika povrchových technik umožňují komplexní charakterizaci povrchu. Moderní přístroje umožňují dokonalou přípravu a zpracování vzorku "in situ" (oxidaci, redukci, chlazení, ohřev, lámání, štípání, napařování aj.), řízení spektrometru a zpracování dat pomocí počítače.

Přehled zařízení a výrobců:

AES mikrosonda (SAM) - Perkin-Elmer PEI, Varian (USA), VG (GB), Riber (Fr.), Jeol (Jap.)
AES - Perkin-Elmer PEI a Varian (USA), VG (GB), Riber (Fr.), Leybold-Heraeus (BRD)

- SIMS mikrosonda - ARL (USA), Hitachi (Jap)
 SIMS iontový mikroskop - Cameca (Fr)
 SIMS - Perkin-Elmer PEI (USA), VG (GB), Riber (Fr), Extra-nuclear lab. (USA), Leybold-Heraeus (BRD), 3 M (USA), Balzers (Lich.), ARL (USA), Commonwealth (USA), Atomica (BRD)
 ESCA - Kratos (GB), VG (GB), Perkin-Elmer PEI (USA), McPherson (USA), Hewlett-Packard (USA), DuPont (USA), Leybold-Heraeus (BRD)
 ISS - 3 m (USA)
 RBS - General Ionex Corp. (USA)

V budoucnu je možno očekávat další zlepšení výkonnosti přístrojů, zejména v oblasti zvýšení povrchového rozlišení při mikroanalýze, zvýšení rozlišovací schopnosti spektrometrů, automatizace měřicího a vyhodnocovacího cyklu. Další zvýšení informační hodnoty výsledků jednotlivých povrchových metod je možno dosáhnout kvantifikací povrchové analýzy a hloubkových profilů, která je předmětem intenzivního studia řady předních pracovišť.

Martin S e t v á k , Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT, Praha : Projektovaný systém pro analýzu povrchů zpětným odrazem vysokoenergetických iontů

Analytické metody založené na interakci energetických iontů řádu 0,1 až 1 MeV našly v posledních letech široké uplatnění v řadě vědních oborů. Zpětný odraz iontů našel široké uplatnění zejména v oboru polovodičů, kde umožnil nedestruktivní způsob měření hloubkových profilů příměsí, jejich kvantitativní zastoupení a polohu v krystalové mřížce. V oboru tenkých vrstev umožnila tato metoda studium difuzních procesů na styku s podložkou a na styku tenkých vrstev. Do zavedení metody zpětného rozptylu informace o difuzi tenkých vrstev neexistovaly.

Rozvoj iontové implantace a tím i rozvoj velmi vysoké integrace elektronických obvodů je závislý na zavedení a zvládnutí této analytické metody, která si získala přední místo mezi všemi metodami analýzy tenkých povrchových vrstev pevných látek.

Jaderné reakce buzené ionty umožnily sledování kvantitativního zastoupení lehkých prvků na těžkém pozadí, např. H a He v oceli do hloubek μm . Analýza vodíku v materiálech je velmi důležitá, protože vodík může difundovat do některých kovů i při pokojové teplotě a je dobře známý efekt křehnutí oceli následkem obsahu H. Do nedávna neexistovala analytická metoda stanovení koncentračního profilu H v materiálech.

Porozita kovů a uhlíku v jaderné energetice, porozita oxidů v oboru polovodičů se dají analyzovat užitím těchto metod.

Využitím rentgenové fluorescence buzené ionty se získají další informace o složení pevných látek a zahuštěných prostředí. Tato metoda našla uplatnění zejména v důlním průmyslu, při sledování životního prostředí a při studiu složení poréznych katalyzátorů.

V ČSSR tyto metody dostupné dosud nebyly, s dokončením výstavby Matematicko-fyzikálního učiliště v Praze 8 se připravuje i výstavba laboratoře pro tyto analýzy využitím urychlovače iontů typu Van de Graaff a zařízení pro iontovou implantaci, které je v provozu již řadu let na katedře elektroniky fakulty jaderné a fyzikálně inženýrské ČVUT v Praze. V současné době se provádí stavební úpravy laboratoře, provádí se výpočet trasy iontů od urychlovače k terčové komoře a zajišťuje se materiál pro výstavbu trasy.

Odborná skupina rentgenové spektrometrie

18.pracovní schůze se konala dne 14.12.1978 v n.p. Safina Vestec.
 Schůzi připravil a řídil Ing.Perko

Tato schůze odborné skupiny bylo společným zasedáním výrobců a uživatelů kelímků a odlévacích misek ze speciální slitiny Pt-Au a Pt-Au-Rh, kterých se užívá v RFA pro přípravu vzorku tavicími metodami.

Současný stav v ČSSR je takový, že tyto kelímky a misky jsou k používaným tavicím přístrojům fy Philips, Schoeps a Herman-Moritz zajišťovány z dovozu z KS států.

Ze společného zasedání vyplynulo, že Safina zahrne do svého plánu pro r 1979-80 výzkumný úkol "Výzkum a výroba speciálních slitin Pt-Au-Rh", aby bylo možno pro další leta eliminovat dovoz tohoto speciálního nářadí. Vzhledem k tomu, že požadavky na tyto slitiny a tvar kelímků a misek jsou u různých uživatelů různé a možnosti Safiny n.p. jsou omezené, byla učiněna dohoda, že jako první typ slitiny bude vyrobena slitina Pt + 5% Au, která je technologicky schůdnější a v další etapě teprve slitina Pt + 5%Au + 10%Rh.

Tvar kelímků byl zvolen podle požadavků NHKG, který je největším odběratelem tohoto nádobí, s parametry:
 průměr dna kelímku - 30 mm, průměr horního otvoru kelímku - 40 mm, výška kelímku - 30 mm;
 tloušťka plechu dna 0,60 - 0,65 mm
 tloušťka plechu stěn 0,45 - 0,55 mm
 tvar konický.

Další požadavky na speciální tvary kelímků pro jiné tavicí pece budou uspokojovány postupně.

Pro tvar odlévacích misek byly přijaty 2 varianty, které budou řešeny současně :

1) Kruhává odlévací miska - parametry:

průměr dna - 35 mm
průměr horního otvoru - 38 mm
průměr misky s osazením - 50 mm
hloubka misky 3,5 mm

2) Kruhává odlévací misky s parametry:

průměr dna - 30 mm
průměr horního otvoru - 33 mm
průměr misky s osazením - 53 mm
hloubka misky - 6 mm

Pro rok 1979 - 80 bude Safina n.p. schvalovat a potvrzovat požadavky na dovoz tohoto nářadí všem žadatelům; po tomto termínu žádá všechny uživatele, aby si včas naplánovali odběr kelímků i misek u n.p. Safina na základě vyplněných návrhových listů. Tyto návrhové listy slouží současně n.p. Safina jako odhad potřeby tohoto nářadí pro příští roky.

Veškeré podrobnější informace v tomto směru poskytne zájemcům ing. Ferko, Safina n.p. Vestec, 252 42 Jesenice u Prahy, tel. 49 42 81.

Odborná skupina hmotové spektrometrie

8. pracovní schůze se konala 15. listopadu 1978 ve Výzkumném ústavu pro farmacii a biochemii v Praze. Schůzi připravil a řídil Dr. Miroslav Ryska, CSc.

Náplní schůzky byla panelová diskuse o současném stavu přístrojového vybavení v oblasti hmotové spektrometrie v Československu.

ZPRÁVY

V souvislosti se stále narůstajícím zájmem o různé školicí akce projednalo předsednictvo hlavního výboru Společnosti zásady pro přípravu a organizaci kurzů, pořádaných odbornými skupinami ČSSS. Aby byla ve všech případech zajištěna vyhovující organizační i odborná a pedagogická forma těchto akcí, byly dohodnuty jednotné zásady, kterými se organizátoři v budoucnu mají řídit. Stručný obsah těchto zásad je shrnut v následujících bodech :

1. Typy kurzů : Kurzy pro začátečníky - měly by být opakovány zhruba po 3 až 5 letech. Speciální kurzy - určené zejména k prohloubení a rozšíření vědomostí v úzkých oblastech; mají být konány podle potřeby jednotlivých skupin. Kurzy s doplnkovou tematikou - aplikace matematických metod, výpočtové techniky, teorie informace, inovační procesy a pod. Kurzy, určené i pro zájemce mimo okruh ČSSS - mohou být pořádány ve spolupráci s jinou organizací.
2. Délka kurzů : minimální 3 dny, maximální 5 dnů. Kurzy, rozdělené do více částí by měly být ukončeny vždy během jednoho roku. Preferovány jsou pravidelně opakované akce.
3. Organizace kurzů : Nové akce je nutno plánovat dva roky předem, opakované stačí zahrnout do plánu práce skupiny. Nově plánovaný kurz bude posouzen oponenty, určenými předsednictvem HV. Určení oponentů posoudí též osnovu kurzu a volbu přednášejících. Pro každý kurz je nezbytné připravit skriptu.
4. Formální záležitosti : Kurz má být řízen alespoň tříčlennou skupinou odborníků. Doporučujeme, aby mezi nimi byl i pracovník vysoké školy - pedagog. Předsednictvo hlavního výboru určí pro každý kurz jednoho "instruktora", který se kurzu zúčastní a podá o jeho průběhu samostatnou zprávu. Zprávu o kurzu podá školské komisi HV též organizátor akce spolu s anonymním hodnocením se strany účastníků. Tato zpráva musí být podána spolu s úplným finančním vyúčtováním nejpozději měsíc po skončení kurzu.

Prosíme všechny členy Společnosti, kteří se zabývají přípravou školicích akcí, aby tyto zásady dodržovali. Podrobněji se s nimi mohou seznámit u předsedy školské komise Dr. M. Horáka, CSc.

ZPRÁVY

Vydává Československá spektroskopická společnost při ČSAV
se sídlem ve Výzkumném ústavu ČKD v Praze 9, Na Harfě 7
Za ČSSS zodpovídá Dr. B. Moldan, CSc.
Redakce M. Večerková. Redakční uzávěrka prosinec 1978
Pouze pro vnitřní potřebu.