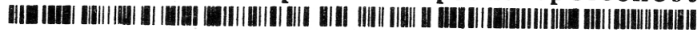


Československá spektroskopická společnost



Bulletin

Čs. spektroskopická spol.
K NEDRŽAVSKA
Přirůstk. č. 483

41

1983

B u l l e t i n

Číslo 41

prosinec 1983

Z obsahu 41.čísla Bulletinu Čs.spektroskopické společnosti

Dr.Jan Mráz

- Podíl Čs.spektroskopické společnosti při ČSAV na plnění závěrů 8.zasedání ÚV KSC k otázkám urychleného uplatnění výsledků vědy a techniky v praxi str. 3

Zprávy z hlavního výboru Společnosti

- seznam členů hlavního výboru a přehled vedoucích sekcí, odborných skupin a komisí str. 4

Udělení plakety J.M.Marci za rok 1983 Dr.J.Waňkové, CSc str. 6

Doc.Dr.L.Eckertová, CSc

- Elektronová spektroskopie povrchů (stručný obsah přednášky) str. 7

Doc.Dr.Ing.Z.Ksandr, CSc

- 23.CSI a 10.ICAS (zpráva pro čtenáře Bulletinu) str. 29

Ing.J.Moravec, CSc

- XVI.evropský kongres molekulové spektroskopie (zpráva pro čtenáře Bulletinu) str. 33

Původní sdělení

Ing.J.Dempír, CSc

- Hodnoty maximálních relativních směrodatných odchylek sériových analytických stanovení str. 35
- Význam vzorkovací konstanty při stopové analýze str. 41

Podíl Československé spektroskopické společnosti při ČSAV na plnění závěrů 8. zasedání ÚV KSČ k otázkám urychleného uplatňování výsledků vědy a techniky v praxi

RNDr. Jan M r á z

Náročné úkoly a podmínky hospodářského rozvoje v osmdesátých a devadesátých letech vyžadují mnohem rozhodněji využívat vědu a technický pokrok jako základní činitele intenzifikace, trvalého růstu produktivity práce, a tím i uspokojování potřeb lidu. Komunistická strana Československa věnuje proto řešení těchto otázek mimořádnou pozornost.

Ve dnech 15. až 16. června 1983 projednal ÚV KSČ na svém 8. zasedání zprávu předsednictva ÚV KSČ, přednesenou členem předsednictva a tajemníkem ÚV KSČ Milošem Jakešem k urychlenému uplatňování výsledků vědy a techniky v praxi. Dále posoudil realizaci závěrů XVI. sjezdu KSČ v oblasti vědeckotechnického rozvoje, zejména jak zlepšit dosavadní formy a metody jeho řízení, aby odpovídaly potřebám rozvoje naší společnosti.

8. plénum konstatovalo, že strana vytýčila jak v oblasti hospodářského a sociálního rozvoje, tak i vědy a techniky správné cíle a úkoly. Jejich realizace vedla k dalšímu rozvoji čs. ekonomiky a celé naší společnosti. Zvýšené úsilí stranických, státních a společenských orgánů a organizací přispělo k dosažení řady pozitivních výsledků na úseku vědy a techniky. Přesto se stále nedaří v žádoucí míře uplatňovat vědeckotechnický pokrok jako hlavní faktor intenzifikace národního hospodářství.

Klíčovým problémem je nedostatečné a pomalé uplatňování výsledků vědeckotechnického rozvoje v praxi. Inovace výrobků a výrobních programů, celé výroby a jejich technologií v našich podnicích a výrobních hospodářských jednotkách zaostává za potřebami našeho hospodářského rozvoje. Jedna z hlavních příčin tohoto nepříznivého stavu spočívá v tom, že se vědeckotechnický rozvoj dosud nestal osou plánování a řízení, že zápas o široké a důsledné uplatňování výsledků vědeckotechnického rozvoje dosud není základním obsahem veškeré řídicí, plánovací a organizační práce, že trvá řada nedostatků v investování. V těchto oblastech přežívají extenzivní přístupy. Současný mechanismus řízení nevytváří dostatečný tlak na inovaci výrobků a zvyšování technické úrovně výroby, a tím i na celkový růst efektivnosti.

Zabezpečení rychlého uplatnění výsledků vědy a techniky v praxi se neobejde bez koncentrace kapacit výzkumné a vývojové základny, usměrňování a plného využití tvůrčí iniciativy pracujících a rychlejšího uplatňování poznatků naší i světové vědy a techniky.

Jedním z důležitých úkolů je i iniciativní uplatňování progresivních forem spolupráce vědy s výrobou, zejména vytváření tvůrčích kolektivů, složených z pracovníků vědy, výzkumu a výroby. Přitom je třeba dbát, aby do těchto kolektivů pronikly nejnovější poznatky vědy a techniky z oblastí, které jsou zítřkem vědeckotechnického pokroku.

Svou úlohu při zabezpečování závěrů 8. zasedání ÚV KSČ musí sehrát i Československá spektroskopická společnost při ČSAV. Má k tomu nejen řadu vhodných předpokladů, ale také značné zkušenosti právě z urychleného přenášení vědeckotechnických poznatků do praxe. Ve svém kolektivu sdružuje přední vědecké pracovníky spolu s odborníky výrobních závodů a podniků. Tento bezprostřední kontakt zaručuje nejen vysokou efektivnost i rychlost pro předávání nových informací, ale vytváří současně velmi dobré předpoklady pro jejich praktické využití.

Při realizaci závěrů 8. zasedání ÚV KSČ v podmínkách Československé spektroskopické společnosti při ČSAV půjde zejména o:

- spoluúčast na přípravě podkladů a zpracování dlouhodobých prognóz rozvoje spektroskopie a spektrochemických analytických metod; zvláštní pozornost přitom věnovat otázkám možností vývoje a výroby přístrojové techniky v podmínkách ČSSR a RVHP;
- pomoc při zajišťování mezinárodní vědeckotechnické spolupráce v oblasti spektroskopie a spektrochemické analýzy při řešení konkrétních úkolů vědeckotechnického rozvoje;
- podíl spektroskopické společnosti při výchově a vzdělávání nových odborníků a to jak vlastními akcemi, tak spoluprací při zajišťování výuky na odborných školách;
- přípravu podkladů k navrhování úkolů do státního plánu základního výzkumu a posuzování předpokládaných záměrů;
- vytváření podmínek k urychlování řešení úkolů zařazených v plánech technického rozvoje koordinací spolupráce mezi jednotlivými pracovišti;
- urychlené rozšiřování výsledků výzkumných úkolů a organizování pomoci při realizaci výsledků v praxi;
- pomoc při vytváření předpokladů pro budování sdružených pracovišť vybavených unikátní nebo nákladnou technikou.

Uvedené záměry budou předsednictvem hlavního výboru za spolupráce jednotlivých sekcí a odborných skupin rozpracovány do souboru konkrétních a jmenovitých opatření. Tento materiál se pak stane základem pro plánování a organizování veškeré činnosti společnosti v tomto roce i v příštích letech. Půjde o to, abychom koncepčně, cílevědomě a důsledně zabezpečovali naplňování cílů politiky Komunistické strany Československa v celé práci Československé spektroskopické společnosti při ČSAV.

Dne 15. prosince 1983 se v dopoledních hodinách konala 36. schůze hlavního výboru Čs. spektroskopické společnosti, kde byla projednána zpráva o činnosti předsednictva, stav členské základny, byla vyhodnocena soutěž mladých spektroskopiků za rok 1983, byla přednesena zpráva o přípravě 7.čs. spektroskopické konference a 8. CANAS a byla dojednána příprava volebního valného shromáždění.

Volební valné shromáždění Čs. spektroskopické společnosti se pak konalo od 14 h v kinosále Národního technického muzea v Praze 7. Po zahájení a volbě volební komise byla přednesena zpráva o odborné činnosti Společnosti, zpráva o přípravě 7. čs. spektroskopické konference a 8. CANAS, zpráva o 23. CSI, zpráva o hospodaření Společnosti a zpráva revizní komise. Přednesené zprávy byly shromážděním přijaty a odstoupujícímu hlavnímu výboru Společnosti bylo uděleno absolutorium. Slavnostním bodem programu bylo předání plakety Jana Marce Marci z Kronlandu RNDr. Jaroslavě Waňkové, CSC; k tomu přinášíme dále stručný výtah se zdůvodněním návrhu.

V odborné části shromáždění vyslechli přítomní velmi zajímavou přednášku Doc. L. Eckertové "Elektronová spektroskopie povrchů", jejíž stručný obsah je rovněž uveden dále. Pro provedení voleb oznámila volební komise výsledky. Členové, navržení podle kandidátky, byli zvoleni převážnou většinou hlasů.

Nově zvolení členové hlavního výboru se po skončení shromáždění sešli ke krátké schůzi, z níž vzešlo obsazení funkcí.

V průběhu shromáždění bylo vysloveno uznání odstoupujícímu předsedovi Společnosti RNDr. Josefu Kubovi, CSC, který řídil práci hlavního výboru od roku 1969, významně se podílel na koncepci práce Společnosti, velkou měrou přispěl k růstu její aktivity i k upevnění jejího postavení v mezinárodním měřítku.

S e z n a m členů hlavního výboru Čs. spektroskopické společnosti při ČSAV

předseda: RNDr. Jan Mráz
 I. místopředseda: prof. Ing. Eduard Pliško, DrSc
 II. místopředseda: RNDr. Alena Špačková, CSC
 vědecký tajemník: RNDr. Ivan Rubeška, CSC
 hospodář: Ing. Zdeněk Kosina, CSC
 revizní komise: Ing. Světlá Křišťoufková
 Ing. Vladimír Streško, CSC
 RNDr. Miroslav Holík, CSC
 organizační tajemník: Ing. Petr Trška, CSC
 referent pro zahr. styky: doc. Dr. Ing. Zbyněk Ksandr, CSC
 referent pro komise: Ing. Ivo Šlár
 redaktor: RNDr. Milan Fara, CSC

předseda sekce optické atomové spektroskopie: RNDr. Václav Sychra, CSC
 předseda sekce molekulové spektroskopie: Ing. Jaromír Moravec, CSC
 předseda sekce speciálních spektroskopických metod: Ing. Václav Hulínský, CSC

členové výboru: Ing. Zdeněk Čížek, CSC
 Ing. Karol Flórián, CSC
 RNDr. Milan Horák, CSC
 Ing. Václav Chlan, CSC
 prof. Ing. Mikuláš Matherny, DrSc
 RNDr. Bedřich Moldan, CSC
 RNDr. Josef Musil
 Ing. Ján Šustek, CSC

Vědeckého tajemníka zastupuje Dr. Václav Sychra, CSC

Přehled vedoucích sekcí, odborných skupin a komisí Čs. spektroskopické společnosti:

Sekce optické atomové spektroskopie	Václav Sychra
zástupce	Josef Musil
OS nevodivých materiálů	Jana Kubová
OS spektroskopie kovů	Karol Flórián
OS AAS	Oldřiška Staňková
OS laserové mikroanalýzy	Dana Koliňová
OS automatické spektrometrie	Ivan Novotný
Sekce molekulové spektroskopie	Vladimíra Jánošíková
zástupce	Karel Kuboň
OS vibrační spektroskopie	Jaromír Moravec
OS spektroskopie VR	Milena Závětová
OS elektronové spektroskopie	Bohuslav Strauch
OS magnetické rezonanční sp.	Štefan Urban
OS spektroskopie pevného stavu	Miloš Nepraš
Sekce speciálních spektroskopických metod	Jaro Komenda
zástupce	Milena Závětová
OS rtg spektrometrie	Václav Hulínský
OS lokální elektronové mikroanal	Miloslav Vobecký
OS hmotové spektrometrie	Jaroslava Waňková
OS instr. radioanal. metod	Václav Hulínský
OS Mössbauerovy spektroskopie	Miroslav Ryska
OS elektronové a iontové sp.	Miloslav Vobecký
	Jozef Sitek
	Ludmila Eckertová

komise přístrojová
komise názvoslovná

komise školská
komise referenč. materiálů
komise spektr.metod monitorování
životního prostředí

Karel Volka
Josef Musil
Miloslav Pisárčík
Jiří Karhan
Ivan Obrušník

Bedřich Moldan

Výtah z návrhu udělení "Plakety Jana Marka Marci z Kronlandu" za rok 1983
RNDr. Jaroslavě Waňkové, CSc.

Odborná činnost RNDr. Jaroslavy Waňkové, CSc. je zaměřena na oblast rentgenové spektrální a difrakční analýzy. Po studiu chemie na matematicko-fyzikální fakultě Karlovy univerzity nastoupila v roce 1954 do Výzkumného ústavu anorganické chemie v Ústí nad Labem, kde působí dosud. V počátcích její vědecko-výzkumné činnosti se zabývala, pod vedením členky korespondentky ČSAV Adély Kochanovské, studiem změn krystalové mřížky kysličníku titaničitého v důsledku mechanické deformace. Obhajobou výsledků této práce získala vědeckou hodnost kandidátky chemických věd. Hlavní oblastí její odborné působnosti je anorganická chemie a především technologie elektrolýzy pigmentů a hnojiv. Její práce z uvedených oblastí jsou obsaženy v desítkách původních sdělení, výzkumných zpráv, přednáškách a knižních publikacích. Řada těchto výsledků se významně uplatnila v průmyslové výrobě. Proto za činnost v oboru rentgenové spektroskopie a zvláště za její aplikace v průmyslové praxi získala v roce 1980 "Krajskou cenu ČSVTS v technické tvůrčí práci" a v roce 1981 resortní vyznamenání "Nejlepší pracovník VHI Chemopetrol". Řadu let působí jako konsultantka pro přístrojové a metodické otázky rentgenové spektrální analýzy. Pracuje v komisi RVHP "Přístroje pro rentgenovou strukturní a rentgenovou spektrální analýzu" a pomáhala zakládat řadu rentgenových laboratoří chemických závodů v Záluží, Přerově aj.

Zasloužila se o vytvoření organizační základny oboru, od roku 1962 v rámci odborné skupiny ČSVTS "Studium struktury materiálu ionizačním zářením". V roce 1969 z pověření Čs. spektroskopické společnosti při ČSAV založila odbornou skupinu rentgenové spektrální analýzy, kterou vede dosud. O jejích organizačních schopnostech a aktivitě svědčí uspořádání řady pracovních setkání a seminářů, pěti postgraduálních kurzů, včetně vydání script. Kromě toho se podílela i na práci mimo odbornou skupinu, např. přednášela na kurzu "Praktická spektrometrie" a aktivně pracovala v organizačním i programovém výboru XX. CSI. Za její práci ve Společnosti jí bylo v roce 1975 uděleno "Čestné uznání za vynikající odbornou práci a dlouholeté úsilí při organizaci československé spektroskopie".

/Návrh z pověření hlavního výboru vypracoval Ing. M. Vobecký, CSc./

Poznámka redakce:

Redakce Bulletinu se připojuje k řadě gratulantů a přeje Dr. Waňkové mnoho úspěchů v další práci.

L. Eckertová

Elektronová spektroskopie povrchů

/Stručný obsah referátu na valném shromáždění Čs. spektroskopické společnosti
15.12.1983/.

Různé druhy elektronové spektroskopie povrchů užívají jako signál vystupující z pevné látky elektrony buzené různými primárními činidly: kvanty elektromagnetického záření, primárními elektrony, ionty nebo silným elektrickým polem. Vystupující elektrony se buď analyzují podle energií při konstantní energii primárního činidla, nebo se měří náhlé změny jejich výtěžku při proměnné primární energii, které se objeví vždy, když tato energie dosáhne určité kritické hodnoty /tzv. prahové spektroskopie/.

Vystupující elektrony nesou informaci buď o energetické hladině, ze které startovaly, a o příslušné hustotě stavů nebo o energetických ztrátách, které utrpěly v nepružných interakcích, tj. o rozdílu dvou energetických hladin ve zkoumané látce. Aby ovšem tuto informaci skutečně nesly, nesmějí před výstupem z povrchu prodělat žádnou další nepružnou srážku. Z toho vyplývá, že informace pochází z hloubky rovné zhruba střední volné dráze elektronů pro nepružnou interakci, tj. pro elektrony s energií řádově desítek až stovek eV z hloubky pouze několika málo atomových vrstev /tj. z "povrchu"/. Takových elektronů je ovšem velmi málo v porovnání s ostatními elektrony, které žádnou charakteristickou informaci nenesou /tzv. elektrony zpětné difuze a právě sekundární elektrony/. Užitečný signál je ve všech případech nutno registrovat pomocí speciálních elektronických metod dovolujících zaznamenat nepatrný signál na velmi silném pozadí a zvýšit odstup signálu od šumu. Vzhledem k "povrchovosti" metod je nutno pracovat s povrchy atomárně čistými, tj. v prostředí ultravysokého vakua /tlak $\leq 10^{-7}$ Pa/.

Byly postupně probrány nejdůležitější elektronové spektroskopické metody - ultrafialová a rentgenovská fotoelektronová spektroskopie /UPS, XPS neboli ESCA/, spektroskopie energetických ztrát /ELS/, Augerova spektroskopie /AES/. U každé z nich bylo uvedeno, na jakých fyzikálních principech je založena a jaké může poskytnout informace, tj. kde jsou její nejdůležitější aplikace. Podobně byla probrána i skupina prahových spektroskopí /APS - Appearance Potential Spectroscopy/, kde byla kromě fyzikálních principů krátce naznačena i experimentální metodika včetně nově u nás vyvinutých metodik LEAPS a HEAPS /tj. prahové spektroskopie využívajících pomalých resp. rychlých elektronů/.

Na závěr bylo ukázáno, že komplexní informace o povrchu je možno získat jen kombinací několika metod.

SEKCE OPTICKÉ ATOMOVÉ SPEKTROSKOPIE

27. pracovní schůze sekce

Ve dnech 12. a 13. září 1983 se konala v areálu pionýrského tábora AZNP Mladá Boleslav v Sloupu v Čechách 27. pracovní schůze sekce, na níž předseda sekce Dr Mráz přednesl významný příspěvek o úkolech čs. spektroskopie z hlediska plnění závěrů 8. zasedání ÚV KSČ k otázkám urychleného uplatňování výsledků vědy a techniky v praxi. Jelikož má tento příspěvek všeobecnou platnost, požádala redakční rada Bulletinu autora, aby příspěvek zpracoval jako úvod k tomuto číslu. Na příspěvek Dr Mráze navazovala neformální diskuze účastníků, z níž vyplynuly podnětné návrhy k zlepšení práce jednotlivých odborných skupin. /Některé diskuzní příspěvky byly dále projednávány na 8. pracovním semináři OS AAS, který na schůzi sekce těsně navazoval; odborná skupina AAS je ve Společnosti nejpočetnější a má dobré zkušenosti např. s plněním úkolu výchovy a vzdělávání nových odborníků/.

Uvádíme resumé dvou odborných příspěvků, zabývajících se současným stavem a perspektivou automatické spektrometrie a laserové emisní analýzy /resumé dalších příspěvků do uzávěrky čísla nebyla k dispozici/.

K. Kuboň, VZÚ NHRG, Ostrava, Z. Svatoš, Motorlet ZSŠ, Praha: Současný stav, rozvoj a perspektivy automatické spektrometrie.

Automatizace analytických instrumentálních metod během posledních 10 - 15 let se v hutnictví soustředila na spektrometrické metody, optické emisní, absorpční a fluorescenční a stejně tak na rentgen-fluorescenční metody a metody hmotnostní spektrometrie. Mnohé články v odborných časopisech, referáty na vědeckých konferencích hodnotí význam automatizace analytické kontroly z několika hledisek: a/ technické hledisko, b/ ekonomické hledisko, c/ sociální hledisko, d/ ekologické hledisko.

Celkové hodnocení je pak v návratnosti investičních nákladů a to je 2 - 3 roky.

Světové firmy se konkurenčně předhánějí v modernizaci přístrojů spočívající v nových konstrukčních prvcích a elektronisaci, v manipulatorech a robotech pro odběr a úpravu vzorků, v automatických podávacích vzorků do analytického přístroje, v mikroprocesorech a v ovládacích a sdělovacích technikách.

Velká pozornost je stále věnována vlastnímu přístroji, menší však problematice vzorkování. Většina vzorků vyžaduje dvě i více operací při přípravě nebo úpravě. Požadavek začít u vzorkování vyplývá z toho, že ročně se podle odhadu prodá ve světě přístrojů za dvě miliardy dolarů a tento progres stimuluje potřebu nové technologie úpravy vzorku.

Další otázky zasluhující zásadní pozornost:

- 1/ Chyby systému projevující se ve spolehlivosti výsledku.
- 2/ Servis, údržba a obsluha přístrojů.
- 3/ Metrologické otázky - postavení instrumentální analýzy na standardních referenčních materiálech binárních až polynárních /syntetických/ a vypracování fundamentálních programů pro kalibraci přístrojů.
- 4/ Matematicko-statistické hodnotící testy přístrojů, analytických výsledků a dlouhodobé stability laboratoře.

V. Ján o š í k o v á, VÚ Vítkovice: Současný stav a perspektivy laserové emisní analýzy.

Charakteristika současného stavu a vývojových směrů v oblasti laserové mikroanalýzy je dána především jejím zařazením mezi jiné analytické metody s využitím laserů, které vyplývají z přehledu v tab. I.

O analytickém uplatnění laserové emisní analýzy rozhoduje rovněž její postavení mezi jinými mikroanalytickými postupy a jinými metodami lokální analýzy, vyplývající z tab. II a III.

Tab. I - viz strana 11

Tab. II - Charakteristika mikroanalytických metod z hlediska meze důkazu

metoda	abs. mez důkazu g
optická emisní spektrometrie	10 ⁻¹⁰
atomová absorpční spektrometrie	10 ⁻¹¹
emisní spektrometrie ICP	10 ⁻¹²
laserová mikroanalýza	10 ⁻¹³
hmotová spektrometrie	10 ⁻¹³
neutronová aktivační analýza	10 ⁻¹³
radioizotopová analýza	10 ⁻¹⁸

Tab. III - Charakteristika metod lokální analýzy

metoda	rozlišovací schopnost		stanovované prvky
	min. průměr	min. síla vrstvy	
LMA laserová mikroanalýza	20 μm	cca 20 μm	od Z = 3
EMA elektronová mikroanalýza SEM + EDA	1-5 μm	1-3 μm	Z = 5-92
rastrovací elektronová mikroskopie + energiově dispersní analýza			
IMMA iontová mikroanalýza	1-2 μm	cca 50 Å	Z = 1-92

Specifické uplatnění emisní laserové analýzy je dnes spíše dáno specifickými vlastnostmi laserového buzení, které umožňuje:

1. analýzu elektricky vodivých i nevodivých vzorků bez zvláštní úpravy a analýzu vzorků velkých rozměrů /např. analýza 0,2 kg vzorků meteoritů a rozdělení prvků v jejich obalu, spojovací hmotě i jádru/,
2. neselektivní odpaření analyzovaných látek /krátká expozice 10^4 s umožňuje současnou analýzu těkavých i netěkavých látek/,
3. analýzu nízkotajících kovů i kovů v roztaveném stavu,
4. při vyloučení sekundárního zdroje /u dostatečně výkonných obřích impulzů/ vyloučení emise pomocných elektrod ,
5. snížení vlivu struktury vzorku a interelementárních vlivů na spektrální emisi,
6. rychlou seriovou kontrolu materiálů a přípravu srovnávacích vzorků odpovídající kvality.

V posledních letech byly v oboru emisní laserové spektroskopie provedeny některé instrumentální a metodické úpravy, a to jak u budícího systému, tak u spektrálního přístroje. Na sestavu IMA-10, která je ve spektrálních laboratořích ČSSR nejvíce rozšířena, se vztahuje několik příkladů těchto úprav:

1. Ke zdokonalení budícího systému IMA-10 byla zkonstruována a je k tomuto analyzátoru dodávána komůrka pro excitaci vzorku v kontrolované atmosféře.
2. Použití laseru k neselektivnímu zplynění pevných látek je atraktivní alternativou multielementární spektrální analýzy geologických materiálů, minerálů i ocelí. Proto byl tento budící systém na některých pracovištích spojen s analýzou indukčně vázané plazmy.
3. K instrumentálním úpravám mikroanalyzátoru IMA-10 z posledních let patří ještě úprava, umožňující současně měření atomové emise i absorpce spektrálních čar.

8. pracovní seminář o využití AAS ve výzkumu a výrobě

V těsné návaznosti na 27. pracovní schůzi sekce optické atomové spektroskopie se ve dnech 14. a 15. září 1983 uskutečnil v areálu pionýrského tábora AZNP "Jiskřička" v Sloupu v Čechách 8. seminář OS AAS. Jeho zaměření na využití AAS ve výzkumu a výrobě odpovídal i program semináře, zahrnující souhrnné referáty k aktuálním otázkám rozvoje AAS a ICP i příspěvky /orální a poster/ o jednotlivých konkrétních analytických aplikacích: kontrola jakosti chemických výrobků a surovin, analýza rud, kovů a metalurgických produktů, analýza geologických materiálů, analýza biologických produktů, analýza geologických materiálů, analýza biologických materiálů a analýza vod a vzorků z oblasti ochrany životního prostředí.

V rámci semináře se uskutečnila i diskuze "Aplikace výsledků 8. zasedání ÚV KSC v rozvoji metod optické atomové spektroskopie". Z diskuze vyplynulo na jedné straně konstatování určitého poklesu počtu původních spektroskopických prací s teoretickým zaměřením v posledních letech, na druhé straně ale byl zdůrazněn význam přínosu vývojových a konstrukčních prací /např. wolframový atomizátor WETA, Hg-monitor z pracoviště VŠCHT a VUHU-Most/ a vzrůst aplikačních prací velmi dobré úrovně zejména v AAS. Nesporným přínosem v práci skupiny bylo i opakování kurzu AAS.

Tab. I - Analytické metody s využitím laserů

metoda parametry	emisní spekt. analýza	hmotová spektrometrie	AAS laser. atomizace	AAS laser. zdroj
mez stanovitelnosti	10^{-5} %	10^{-7} %	10^{-6} % / 10^{-12} g /	10^2 atomů
energ. charakt. laseru	10^{10} W/cm ² / do 100 J /	10^{10} W/cm ² / do 100 J /	10^{10} W/cm ² / do 100 J /	10^{10} W/cm ² / do 100 J /
analýz. látky např.	tuhé rudy, minerály, slitiny, biol. materiály	tuhé slitiny, polo- slitiny, vodiče	tuhé slitiny, horniny	plyny, páry znečištění vzduchu
úprava vzorku	-	-	-	±
zařízení /příklad/	IMA 10 Korall 1 Laser Micropobe	LAMMA	IMA-10+adapt. exper. zařízení	exper. zařízení analyzátor vrstev atmosféry

Semináře se zúčastnilo přes 70 pracovníků z výzkumných i provozních laboratoří, kteří vytvořili tradičně družnou atmosféru, příznivou pro výměnu jak zkušeností, tak i pomůcek a náhradních dílů.

Dále přinášíme resumé některých příspěvků.

A. P l š k o , E. D r a g ú ň o v á , Výzkumný a vývojový ústav sklárský, Trenčín: Stanovenie B₂O₃ v sklách AES s ICP buzením.

Vypracovala sa metóda stanovenia oxidu boritého v sklách, v koncentračnom rozsahu 6 - 14%. Metóda bola vypracovaná pre prístroj fy ARL typ 33 000 LA-ICP. Použila sa spektrálna čiara bóru 249,67 nm. Optimalizovali sa podmienky pre získanie vhodnej veľkosti a čo najmenej smerodajnej odchýlky meraného signálu. Sledovali sa spektrálne interferencie a ovplyvňovania, ktoré môžu nastať v zdroji budenia alebo pri rozprašovaní od prvkov Fe, Zn, Ca, Al, Ba, Mg, Pb, Na a K. V ďalšom sa hodnotil vplyv matrixu, ktorý vznikne pri rozklade skla uhličitanom sódnym. Zistilo sa, že matrix zhorší presnosť stanovenia, ktorá potom je jedno relatívne percento pri obsahu desať percent oxidu boritého.

J. K o r e č k o v á , J. M u s i l , ÚÚG, Praha: Analýza koncentráty a oxidů vzácných zemín metodou atomové absorpční spektrometrie.

Aplikace AAS při stanovení materiálů obsahujících prvky vzácných zemín představuje dva okruhy problémů - stanovení obecných nečistot a doprovodných prvků na jedné straně a stanovení jednotlivých prvků vzácných zemín na straně druhé.

Pro stanovení obecných nečistot byla vypracována metoda stanovení 11 prvků / Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, Pb, Sr, Zn / v koncentracích a znečištěných oxidech prvků vzácných zemín a byly zjištěny možnosti AAS při stanovení jejich stopových obsahů.

Stanovení prvků vzácných zemín metodou AAS se vyznačuje poměrně nízkou citlivostí a značnými rušivými vlivy. Orientační studie ukazuje, že každý z prvků vzácných zemín je rušen přítomností ostatních. U Pr a La byla nalezena přesvědčivá korelace mezi zvýšením signálu a součtovou koncentrací ostatních prvků vzácných zemín. Vzhledem k neúplnému prostudování rušivých vlivů byla navržena modelová kalibrace pro stanovení La, Pr, Eu a Y, jejichž obsah odpovídal složení v reálných vzorcích. Roztoky obsahovaly Cs k potlačení ionizace.

Ověření správnosti výsledků bylo provedeno jednak technikou přidávků a jednak analýzou uměle připraveného vzorku.

Vzhledem k nízké citlivosti není metoda AAS nejhodnější ke stanovení prvků vzácných zemín, což se projevilo v relativně nízké přesnosti výsledků. Za současného stavu lze aplikaci AAS pro sériové analýzy neznámých směsí považovat za orientační stanovení s intervalem spolehlivosti kolem ± 8 %rel.

J. K o ŝ u š n í k o v á , J. U l m a n n , VÚHŽ, Dobruška: Využití kovového atomizátoru WETA-80 ke stanovení Ba v oceli.

Byla vypracována metoda AAS pro stanovení 10^{-4} - $2 \cdot 10^{-3}$ % Ba v oceli s využitím wolframového atomizátoru WETA-80, na němž při využití rychlosti ohřevu 10 K.ms^{-1} byla dosažena citlivost $1,0 \text{ pg/1\%}$ absorpce.

Zvláštní pozornost bylo třeba věnovat čistotě chemikálií. Byl sledo-

ván vliv kyselin na stanovení Ba a interference Ca a Al. Byl uveden rozklad vzorku a způsob vyhodnocování. Součástí příspěvku byl podrobný metalografický rozbor wolframových plíšků, který sledoval objasnění příčin snížení životnosti tohoto materiálu. Bylo potvrzeno, že dochází ke vzniku mikrotrhlin, které pak mají za následek zhoršení reprodukovatelnosti a citlivosti.

Bohumil Ž i t ň a n s k ý , Československý metrologický ústav, Bratislava: Úloha referenčního materiálu v AAS.

Československý referenční materiál je v zmysle novelizovanej vyhlášky č. 26 Úradu pre normalizovanie a meranie zo 14.1.1983 miera v podobe látky alebo materiálu o presne určenom obsahu jednej alebo viacerých zložiek, ktorá je úradne overená ÚNM.

RM v AAS hrajú mimoriadnu úlohu v zabezpečovaní metrologického poriadku jednotnosti a správnosti merania, k eliminácii mnohých interferenčných javov a k overovaniu správnej činnosti zložitých a veľmi variabilných systémov AAS. Ekonomičnosť tvorby RM pre AAS vyžaduje na seminári predloženom dotazníku vytypovať najvhodnejšie a najfrekvencovanejšie ako i najpotrebnejšie druhy RM, ktoré iba jednoduchým spôsobom umožňovali prípravu referenčných roztokov pre konštrukciu kalibračnej krivky, ktoré by umožňovali správne korelácie a zhodnosť dosiahnutých výsledkov v rôznych laboratóriách a systémoch AAS.

Milan M á t l , Viktor K a n i c k ý , Dalibor K o l č a v a , Geologický průzkum, Zlaté Hory - Brno: Aplikace spektroskopických metod v atmochemii.

Na příkladu rozboru výsledků atmochemického průzkumu lokality Horní Město /Nízký Jeseník/ byly prezentovány vlastnosti této metody /B. Krčmář/, která se může v budoucnosti stát významnou složkou geochemického vyhledávání skrytých rudních ložisek. S výjimkou fluoru byly všechny prvky v půdním plynu /absorbace přes HNO₃, KOH/ a ve sněhové pokrývce stanovovány spektroskopickými metodami: Zn, Cu, Pb, Ni metodou AAS, Hg metodou studených par, Ba, B, Fe, Li, Al metodou ICP. Z indikovaných prvků je zvláště významné stanovení Ba, které je příspěvkem k určení genese kovových prvků v půdním vzduchu.

I. L a n g , Ústav geologie a geotechniky ČSAV, Praha: Organokovové sloučeniny z uhlí.

V souvislosti s případným katalytickým vlivem na samovznícení hnědých uhlí je věnována pozornost organokovovým sloučeninám. Různá uhlí jsou extrahována tetrahydrofuranem a extrakt je chromatograficky separován na silikagelu postupnou elucí řadou rozpouštědel s rostoucí polaritou. Extrakt a frakce jsou charakterizovány kombinací metod atomové a molekulární spektroskopie.

15. schôdza OS spektr. nevodivých materiálov

"Nové poznatky o procese budenia nevodivých materiálov"

Bratislava, 11.10.1983

Úvodné slová predniesla RNDr. J. Kubová, ktorá privítala na tomto zasadnutí významných odborníkov v oblasti spektroskopie nevodivých materiálov a to Prof. R. Rautschke, DrSc z Univerzity M. Luthera v Halle /NDR/ a Prof. Dr. B. Pavloviča z Univerzity v Beograde /Juhoslávie/.

V úvodnom referáte Prof. Ing. E. Plško, DrSc. oboznámil poslucháčov s programom 23. CSI v Amsterdame so zameraním na trendy rozvoja optickej atómovej spektroskopie v porovnaní s inými oblasťami. Informoval o účasti čl. delegácie, ako aj o zasadnutí národných delegátov.

Prof. Dr. R. Rautschke DrSc. a Prof. Dr. B. Pavlovič patria k významným odborníkom v medzinárodnom meradle v oblasti atómovej spektroskopie. Ich práca, ako aj spolupráca s čl. spektroskopickou spoločnosťou sú dlhé roky uznávané medzi našimi odborníkmi.

Z našich pracovníkov predniesli odborné referáty Ing. K. Flórián, CSc. a RNDr. J. Medveď, CSc.

Ku predneseným referátom sa rozvinula vecná diskusia zameraná na možnosti uplatnenia nových teoretických i metodických poznatkov v praktickej aplikácii spektrochemickej analýzy nevodivých materiálov.

Boško P a v l o v i č , Tehnološko-metalurški fakultet u Beogradu, Jugoslavija: The Application of the External Magnetic Field on the DC Arc for the Spectrochemical Analysis of Powdered Samples.

In order to stabilize the dc arc discharge, many techniques and devices were developed. Among them, the external magnetic fields were used not only for the purpose of arc stabilization but also for increasing the uniformity of the conditions of excitation and emission. In the lecture were mainly discussed the contributions of Yugoslav spectrochemists to the application of external homogeneous, inhomogeneous and rotating magnetic fields on the dc arc used as an excitation source for the spectrochemical analysis of powdered samples. There was concluded that magnetic fields stabilize electrical, thermal and optical properties of the arc and have the favourable influence on the volatilization and evaporation of sample. The influence of the external magnetic fields on the amplification of spectral line intensities is so much more stronger as the lower is the ionization potential of the investigated element. The spectral line intensity amplifying effect depends on the arc plasma zone from which the radiation is emitted. In general, the application of the external magnetic field on the dc arc is of such significance that it can be applied in the practical spectroanalysis of powdered samples.

R. R a u t s c h k e , Univerzita M. Luthera, Halle, NDR: Atomizácia ťažko-prchavých prvkov v atómovej spektroskopii.

Úvodom prednášky bola rozvedená problematika súvisiaca so spektrochemickým analyzovaním ťažko-prchavých prvkov, pričom bolo poukázané na význam zisťovania ich obsahov. V súvislosti so zlepšením dôkazuschopnosti ťažko-prchavých prvkov sa zdôraznila úloha výskumu termodynamických reakcií

prebiehajúcich v krátere elektródy pred vyparením vzorky, ako aj na možnosť priebehu reakcií a ustalovania ich rovnováh vo výbojovom priestore. Z metodického hľadiska sa venovala pozornosť možnostiam využitia termodynamických výpočtov rovnovážneho zloženia plazmy pri rôznych teplotách vychádzajúc z prítomnosti možných zložiek. Bola prezentovaná originálna metóda sledovania prítomnosti voľných atómov v plazme s využitím oddelenej elektrotermickej atomizácie a absorpčného merania.

Uvedené teoretické i metodické prístupy boli bohaté doložené výsledkami experimentálneho sledovania chovania sa ťažkoprchavých prvkov v procese budenia ich atómových spektier vedúcimi ku ozrejmieniu prebiehajúcich chemických reakcií a na základe získaných poznatkov ku zlepšeniu základných parametrov ich spektrochemického stanovenia.

Karol F l ó r i á n , Katedra chémie Hutníckej fakulty VŠT, Košice: Vplyv spôsobu prípravy kalibračných vzoriek na vieryhodnosť analytickej kalibrácie pri spektrografii práškových nevodivých materiálov.

Na konkrétnom prípade stanovenia vedľajších prvkov /Al, Cu, Fe, Si/ u sintrovanej magnézie sa ilustrovalo, že použitím troch skupín kalibračných vzoriek /štandard.ref.mat., synteticky pripravené a pri 1000 K sintrované vzorky, synteticky pripravené vzorky/ sa získavajú odlišné priebehy kalibračných funkcií. Použitím rôznych spektrochemických prídavkov /LiF, Li₂CO₃/ sa vylúčila možnosť vplyvu matrixefektu a zistilo sa, že príčinou malej vieryhodnosti kalibrácie je v prvom rade nízka spoľahlivosť koncentračných údajov u ŠRM - prírodných etalónov magnézie.

Druhou diskutovanou problematikou bol spôsob prípravy kalibračných vzoriek pre mnohprvkovú stopovú spektrografickú analýzu. Porovnali sa dva spôsoby prípravy kalibračných vzoriek zmiešavaním spektrálne čistých chemikálií:

- postup vytvárania kalibračných vzoriek postupným zriedovaním základnej vzorky grafitovým práškom tak, že súhrnná koncentrácia stopových prvkov neustále klesá;
- postup vytvárania kalibračných vzoriek zmiešavaním zo spektrálne čistých chemikálií tak, aby súhrnná koncentrácia stopových prvkov bola viac-menej konštantná vo všetkých kalibračných vzorkách.

Na konkrétnych prípadoch modelových experimentov bolo ukázané, že kalibračné funkcie konštruované za použitia oboch skupín kalibračných vzoriek vykazovali v niektorých prípadoch výrazne odlišné priebehy a to aj za použitia odlišných spektrochemických prídavkov /Li₂CO₃, Li₂B₄O₇, CuCl/.

Ján M e d v e ď , GŮ SAV, Bratislava, Eduard P l š k o , GŮ UK, Bratislava: Informácia o spoľahlivosti spektrochemickej analýzy stopových prvkov v karbonátových štand. referenčných materiáloch.

V predloženom referáte autori uviedli výsledky dlhodobého sledovania spoľahlivosti spektrochemického stanovenia stopových prvkov v karbonátových horninových štandardných referenčných materiáloch ZGI KH /vápenec/, GFS-401 /vápenec/, IU-EA-LLL 1 /vápenec/, NBS-1b /slienitý vápenec/, NBS-88a /dolomitický vápenec/, GFS-400 /dolomit/, IU-EA-ADT /dolomit/ a MK /magnezit/. Stanovenia jednotlivých stopových prvkov v sledovaných štandardných referenčných materiáloch boli vykonané počas rutínových analýz geologických materiálov v časovom období od r.1973 do r. 1983 za použitia rôznych syntetických kalibračných štandardov a spektrochemických prísad s porovnávaciami

prvkami taktiež pripravených vo vyššie uvedenom časovom období. Získané analytické údaje boli štatisticky spracované a porovnané s hodnotami dosiahnutými inými autormi. Na základe predloženého štúdia zistila sa vysoká časová stabilita výsledkov dosiahnutých na našom pracovisku.

Pracovní schůze OS automatické spektrometrie

Dne 13.10.1983 se v Ostravě uskutečnila pracovní schůze OS automatické spektrometrie s hlavním tématickým zaměřením "Systém analytické kontroly na ocelárně NHKG". Celkem 60 účastníků vyslechlo mimo 4 hlavní referáty, jejichž stručná resumé dále přinášíme, i přednášku prof. Pavloviče z Jugoslávie "Spektrometrická analýza litiny na automatických vakuových spektrometrech". Na závěr schůze se uskutečnila exkurze do laboratoří analytické kontroly na ocelárně.

Karel K u b o ň , VZÚ NHKG, Ostrava: Automatizovaný systém analytické kontroly ocelárny.

Ocelárna je základem každého hutního podniku a proto je prvořadý zájem zabezpečit rychlou a spolehlivou analytickou kontrolu technologie na ocelářských pecích. Vybudování samostatné stanice analyzátorů si vyžádalo optimální přístrojové vybavení - kombinaci emisního optického spektrometru s rentgenfluorescenčním spektrometrem a s analyzátozem uhlíku a síry. Pro odběr vzorků, jejich dopravu a úpravu bylo nutno vypracovat novou technologii, taktéž zpracování vlastních analytických programů a programování minipočítačů si vyžádalo nové přístupy k zabezpečení požadované rychlosti a spolehlivosti výsledků spektrometrických analýz oceli /předzkoušek/, surového železa /mísice/ a strusek /předzkoušek/.

Celkový ekonomický efekt je značný při zkrácení doby čekání na výsledek analýzy: U předzkoušek oceli z 10 min. na 3,5 min. a u sur.železa a strusek z 13 min. na 6 min. Návratnost investičních nákladů je vysoká, v podmínkách ocelárny jen úspora 1 minuty na každé tavně přináší snížení výrobních nákladů o 7 mil. Kčs.

Karel R y š k a , Horst R o h o v s k ý , VZÚ NHKG, Ostrava: Odběr předzkoušek oceli, surového železa a strusek.

V úvodu přednášky je uveden stav vzorkování před zahájením provozu kvantometrické stanice na ocelárně, vyhodnoceno je množství vad, zkoušek a důvody proč k vadám u řezaných zkoušek docházelo. Vyhodnoceny jsou výhody a nutnost sjednocené odběru předzkoušek oceli pomocí nového typu kokilek, který vzešel ze zlepšovacích návrhů. V závěru přednášky je uvedena celková doba trvání předzkoušek oceli před a po najetí detašované kvantometrické stanice a zdůrazněna nutnost dobré spolupráce pracovníků kvantometrické stanice s osádkami ocelářských pecí.

Ludvík Š v a r d a l a , Pavel M a l u c h a , VZÚ NHKG, Ostrava: Emisní spektrometr Polyvac E 963 v systému kontroly ocelárny.

Přednáška o automatickém spektrometru Polyvac E 963 od firmy Hilger Analytical je zaměřena na stručný popis jednotlivých hlavních částí přístroje s uvedením základních provozních parametrů, na způsob programování a řízení spektrometru prostřednictvím minipočítače PDP 8 A. Závěr přednášky je věnován shrnutí poznatků a zkušeností, nabytých ve ztížených podmínkách kvantometrické stanice na ocelárně NHKG.

Zdeněk E r s e p k e , VZÚ NHKG, Ostrava: Rentgenový fluorescenční spektrometr Telsec TXRF.

Bylo přehledně popsáno uspořádání rentgenového fluorescenčního spektrometru TXRF a poukázáno na rozdíly v porovnání se současnými spektrometry ARL 72000. Buzení je prakticky rovnocenné, je použita tatáž rentgenová lampa s Rh antikatódou, u ARL je však navíc ještě přídatné chlazení, kromě obvyklého chlazení anody a pláště. Hlavní rozdíl v optice, TXRF používá výlučně rovinných krystalů v Sollerově uspořádání. To značí nižší selektivitu i světelnost. Tato je však z části kompenzována většími rozměry krystalů. Značný rozdíl je v rozsáhlém použití průtokových impulzů pro všechny lehké prvky, což má za následek, že přístroj nemůže pracovat bez plynu /Ar/CH₄/ jehož čistota má kritický vliv na signál a jeho stabilitu /požadavek na obsah všech nečistot pod 1 ppm/. Naproti tomu u ARL to platí pouze pro případ prvků F a Na. Malá operační paměť neumožňuje vícenásobnou regresi. Pro jednoduchý program ocelárny NHKG však tento relativně levný a méně objemný spektrometr plně postačuje.

Boško P a v l o v i ć , Tehnološko-metalurški fakultet u Beogradu: Jet Electrode in the Analysis of Iron and its Alloys on the Automated Vacuum Spectrometers.

During the recent years a number of new techniques and modifications were introduced in emission spectrometric analysis of different ferro-materials since the conventional spark discharges were incapable of exciting the spectra of certain types of ferro-alloys. In the lecture were discussed: the problems concerning the spectrometric analysis of cast irons, the procedures of surface microhomogenization with the spark of definite characteristics, the application of the glow discharge in the spectrometric analysis of white, grey and nodular irons, and at last, the characteristics and application of the argon jet electrode in the analysis on the automated vacuum spectrometers. Comparing the results of chemical and spectrometric analysis of different samples of white and grey cast irons, as well as taking into account other analytical characteristics of argon jet electrode, it could be concluded that the jet electrode indicate a satisfactory analytical performance. It is to be hoped that beside the application of argon jet electrode in the analysis of cast irons, it would be a valuable contribution to the spectrometric analysis of other ferro-alloy materials.

SEKCE MOLEKULOVÉ SPEKTROSKOPIE

OS spektroskopie pevného stavu

27. pracovní schůze skupiny s tématem "Synchrotronové záření" se uskutečnila v Praze dne 4.8.1983 za účasti 26 odborníků. Hlavní referát přednesl sovětský host Dr E. S. Gluskin. Po jeho vystoupení následovala obsáhlá diskuze, zaměřená především na otázky rentgenové litografie.

28. pracovní schůze skupiny s tématem "Aplikace synchrotronového záření při studiu spekter polovodičů" se uskutečnila v Praze dne 7.12.1983. Na programu byla přednáška Ing. L. Pajasové "Reflexní spektra polovodičů - aplikace synchrotronového záření" a dále obsáhlá diskuze.

Dále přinášíme resumé hlavních referátů z obou schůzí:

E. S. G l u s k i n , Ústav jaderné fyziky SOAV SSSR, Novosibirsk: Synchrotronové záření a jeho využití ve fyzice pevných látek.

V přednášce byl podán přehled současných zdrojů synchrotronového záření ve světě spolu se spektrálními charakteristikami. Další část referátu byla věnována popisu konstrukce a parametrů akumulárního prstence VEPP-ZM v Novosibirsku, některým experimentům, provedeným v oboru měkkých X-paprsků a ve vakuovém ultrafialovém oboru a dále aplikacím synchrotronového záření zejména v oboru rentgenové litografie. Byl zdůrazněn význam synchrotronového záření jako unikátního prostředku pro získání prvků mikroschémát pod 0,5 m. Závěrem byly uvedeny i další aplikace synchrotronového záření, na př. v lékařství.

Účelem přednášky bylo seznámit širší okruh zájemců s možnostmi rozšíření spolupráce při využití synchrotronového záření v ÚJF v Novosibirsku.

L. P a j a s o v á , Fyzikální ústav ČSAV, Praha: Reflexní spektra polovodičů - aplikace synchrotronového záření.

Synchrotronové záření se stalo důležitým zdrojem pro spektroskopii atomů, molekul i pevných látek. Vzhledem k svým unikátním vlastnostem, jako je vysoká intenzita a spojitost spekter od infračervené oblasti až po oblast nejtvrdějších X-paprsků a vysoký stupeň lineární polarizace, umožnilo toto záření nový rozvoj většiny metod reflexní spektroskopie polovodičů ve vakuovém ultrafialovém (VUV) oboru, včetně aplikace různých modulačních a derivačních technik nedostupných až dosud v této oblasti.

Možnost výběru měření jednotlivých polarizovaných složek reflexe ve VUV oboru umožňuje i optimální výběr metody v širokém rozpětí hodnot zkoumaných optických konstant a kombinaci Kramers-Kronigovy analýzy reflexních spekter s víceúhlovými metodami, jimiž lze optické konstanty určit numerickou cestou pomocí modifikovaných Fresnelových vzorců.

Vedle zkoumání mezipásových přechodů vznikla také možnost zkoumat i přechody z hlubších hladin mělkých kórů do vodivostního pásu v polovodičích, které, vzhledem k malé šířce těchto hladin přinášejí cennou informaci o rozdělení hustoty stavů ve vodivostním pásu samotném. Široký obor spektra synchrotronového záření dává v binárních sloučeninách možnost porovnat prahové energie pro kórové přechody jak z kationtů, tak z aniontů.

Přesto, že reflexní spektra jsou většinou vztahována k objemovým vlastnostem materiálu, možnost pozorování povrchových excitonů ukazuje na to, že reflexní spektra v tomto oboru jsou také povrchově citlivá.

Synchrotronové záření poskytuje tedy reflexní spektroskopii ve vakuovém ultrafialovém oboru jedinečné možnosti a vzhledem k velkému rozšíření ≈ 10 meV z ní činí špičkovou metodu pro studium elektronové struktury a optických excitací v polovodičích, i pevných látkách vůbec.

OS elektronové spektroskopie

Dne 30.11.1983 se na VŠCHT v Pardubicích uskutečnila 12. pracovní schůze skupiny s tématem "Pokroky v organické fotochemii". Uvádíme resumé hlavního referátu Ing. J. Kopeckého, CSC.

Jan K o p e c k ý , Institut hygieny a epidemiologie, Praha: Současné trendy v rozvoji organické fotochemie.

Bouřlivý rozvoj organické fotochemie v posledním čtvrt století pronikavým způsobem ovlivnil naše představy o průběhu fotochemických reakcí. Významnou úlohu přitom sehrály elektronová spektroskopie a kvantová chemie.

Naivní Hückelova metoda může být účinným nástrojem při výkladu mechanismu některých fotochemických reakcí organických sloučenin; jak však lze demonstrovat na příkladu elektrocyklických reakcí, mohou být její závěry falešné. Značným přínosem pro rozvoj představ průběhu fotochemických reakcí byly práce Van der Lugta a Oosterhoffa, jakož i Michla a Salema, především pak zavedení představ o biradikálech /biradikaloidech/, o "nálevece" a z toho vyplývající rozdělení fotochemických reakcí na reakce diabatické a adiabatické, případně na reakce z "horkého" základního stavu. V posledních letech

byly rozvinuty metody pro výpočet potenciálových hyperploch. Na příkladě valenčních izomerací benzenu bylo demonstrováno použití topologické reakční koordináty pro výklad průběhu fotochemických reakcí. Fotochemická metoda a myšlenkový aparát organické fotochemie se staly účinným nástrojem při výkladu dějů i ve velmi vzdálených vědních oborech, např. při řešení některých biologických problémů.

SEKCE SPECIÁLNÍCH SPEKTROSKOPICKÝCH METOD

OS elektronové mikroanalýzy

Postgraduální seminář REM a EMA probíhal ve dnech 24.9.-1.10.1983 v Poljance za účasti více než 80 odborníků, včetně významných pracovníků oboru z NDR, MLR a Velké Británie. Odborná tematika byla zaměřena na aktuální otázky z oboru fyziky polovodičů a uplatnění metody EMA a REM při jejich řešení, na tvorbu obrazu v REM a jeho analogové a digitální zpracování a na využití metody Monte Carlo při analýzách tenkých vrstev a malých částic.

K semináři byl vydán sborník abstrakt přednášek.

Obsah sborníku abstrakt ze semináře REM a EMA - Poljanka 1983:

- A. Boyde: Trojrozměrná interpretace zobrazení v REM
- M. Wendt: Poměr pík/pozadí a jeho význam v kvantitativní energeticko-disperzní elektronové mikroanalýze
- A.G.S.Jánossy: Některé problémy spojené s kvantitativní elektronovou mikroanalýzou /ultra/ tenkých vzorků
- A. Roder: Kvantitativní měření povrchových potenciálů na REM BS 300
- G. Oelgart: Kvantitativní určování parametrů polovodičů metodou EBIC
- V. Hulínský: Tvorba obrazu v REM
- K. Jurek: Tvorba kontrastu v REM
- M. Pavlíček: Modelování kvantitativní elektronové mikroanalýzy metodou Monte Carlo
- I. Šiman: Obrazová analýza a její využití při studiu kovových materiálů
- K. Hlavatý: Číslíkové zpracování obrazů
- A. Langrová: Pentafosfáty vzácných zemin jako referenční materiály
- P. Tůma: Zpevňovací hmoty pro přípravu preparátů na EMA a REM
- Z. Kotrba: Chemické složení standardů

OS RIG spektrometrie

Dne 18.10.1983 se v Praze uskutečnila 23. pracovní schůze skupiny, zaměřená na zkušenosti s provozem rtg. spektrometru VRA 20 R firmy Freiburger Präzisionsmechanik. Bezmála 50 účastníků mělo příležitost vyslechnout referáty o zkušenostech s provozem přístroje i o porovnání některých výsledků získaných pomocí tohoto přístroje a dalších rtg spektrometrů používaných v ČSSR. Cenná byla i možnost kontaktu se zástupci obchodně technických služeb výrobce a zejména pak i krátká přednáška o nové variantě rtg spektrometru VRA 30.

Na zvláštní přání vedení skupiny přinášíme i podrobnější tabelované údaje v resumé přednášky Ing. Vokáče, neboť z technických důvodů nebylo možné při schůzi promítat. Věříme, že údaje využijí nejen přímí účastníci schůze.

Miloš B u r i a n , ÚVR, Praha: Rentgenový spektrometr VRA 20 R firmy Freiburger Präzisionsmechanik - zkušenosti s jeho provozem a některé dosažené výsledky.

V přednášce byl uveden podrobný popis rtg. spektrometru VRA 20 R, výrobku fy VEB Freiburger Präzisionsmechanik Freiberg z NDR. Jde o sekvenční jednonábový spektrometr, jehož chod i vyhodnocení výsledků je řízeno počítačem KSR 4100. Byl popsán postup při kvantitativní analýze pomocí uživatelského programu PCM 8K, matematický model programu a statistické hodnocení výsledků. Krátce bylo referováno i o přípravě vzorků a jejich možné formě. Autor provedl srovnání přístroje s nyní vyráběným typem VRA 30.

V další části přednášky hovořil autor o zkušenostech s provozem přístroje, jeho dosavadních zkušenostech se servisem a zatím zaznamenaných poruchách.

Na pracovišti byly dosud analyzovány následující materiály: magnezity, fluority, v současné době zpracovávána metodika pro analýzu polymetalických rud a jejich úpravenských produktů.

Na závěr byla účastníkům umožněna prohlídka rtg. spektrometrické laboratoře Ústavu pro výzkum rud.

Zdeněk V o k á č , Výzkumný ústav stavebních hmot, Brno: Porovnání výsledků dosažených při proměřování cementářských surovin na rentgenovém spektrometru VRA-20 R a několika dalších spektrometrech používaných v ČSSR.

Bylo provedeno a vyhodnoceno měření cementářských surovin na rentgenových spektrometrech VRA-20 R, MRS-3 a ARL-74000. Výsledky poskytly základní informace z hlediska možnosti využití sekvenčního přístroje VRA při uvažovaných investičních záměrech. Uvedené přístroje MRS-3 a ARL-74000 jsou simultání, v současné době používané v našich cementárnách.

Srovnání se týkalo 4 hlavních složek, t.j. SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, které jsou nezbytné pro řízení chemické skladby cementářské surovinové směsi.

Byla porovnána statistická a přístrojová odchylka δ rel. % jako krátkodobá reprodukovatelnost měření, za podmínek používaných na jednotlivých pracovištích. Výsledky jsou uvedeny v tabulce č. 1.

Hodnoty korelačních koeficientů vypočtených kalibračních závislostí jednotlivých složek, jejichž rozsahy splňující potřebné provozní podmínky, byly následující:

SiO₂ : 9,70 - 20,00 % Al₂O₃ : 3,10 - 5,75 %
Fe₂O₃ : 1,37 - 2,33 % CaO : 38,70 - 46,60 %

Výsledky jsou uvedeny v tabulce č. 2.

Výsledky stanovení provozních vzorků docílených na jednotlivých spektrometrech včetně vyčíslení rozdílů v abs. % - uvádí tabulky č. 3,4,5.

Provedená srovnávací měření poskytla výsledky, které lze z hlediska potřeb cementářského průmyslu označit jako vyhovující.

TABULKA č.1.

rtg. spektrometr	± δ rel. %			
	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃
ARL - 74000	0,06	0,18	0,07	0,16
MRS - 3	0,05	0,10	0,20	0,07
VRA - 20 R	0,20	0,32	0,55	0,53

TABULKA č.2.

rtg. spektrometr	Korelační koeficient			
	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃
ARL - 74000	0,9984	0,9940	0,9810	0,9987
MRS - 3	0,9979	0,9978	0,9770	0,9976
VRA - 20 R	0,9979	0,9994	0,9875	0,9990

TABULKA č.3. Srovnávací měření provozních vzorků
~~ty~~ Spektrometr VRA-20 R a ARL-74000.

CaO %		SiO ₂ %			Al ₂ O ₃ %			Fe ₂ O ₃ %			
ARL	VRA	Δ	ARL	VRA	Δ	ARL	VRA	Δ	ARL	VRA	Δ
43,25	43,25	-	13,93	13,94	+ 0,01	3,47	3,32	-0,15	2,07	2,05	- 0,02
43,76	43,65	-0,11	13,30	13,16	-0,14	3,48	3,45	-0,03	2,06	2,03	- 0,03
44,26	44,26	-	12,62	12,66	+ 0,04	3,27	3,27	-	1,93	1,91	- 0,02
43,04	43,04	-	14,02	13,76	- 0,26	3,96	4,05	+0,09	2,30	2,26	- 0,04
44,99	45,12	+0,13	13,27	13,29	+ 0,02	3,35	3,31	-0,04	1,26	1,28	+ 0,02
43,84	43,90	+0,06	13,91	13,89	- 0,02	3,11	3,01	-0,10	1,86	1,84	- 0,02
43,35	43,40	+0,05	14,44	14,34	- 0,10	3,65	3,62	-0,03	1,99	1,97	- 0,02
44,09	44,16	+0,07	12,95	13,06	+ 0,11	3,18	3,15	-0,03	2,22	2,19	- 0,03
43,86	43,83	-0,03	12,91	12,81	- 0,10	3,40	3,32	-0,08	2,29	2,26	- 0,03
43,83	43,82	-0,01	13,08	12,84	- 0,24	3,52	3,51	-0,01	2,24	2,19	- 0,05
		∅ 0,05			∅ 0,11			∅ 0,06			∅ 0,03

TABULKA č.4. Srovnávací měření provozních vzorků,
~~ty~~ spektrometr VRA-20 R a MRS-3

CaO %		SiO ₂ %			Al ₂ O ₃ %			Fe ₂ O ₃ %			
MRS	VRA	Δ	MRS	VRA	Δ	MRS	VRA	Δ	MRS	VRA	Δ
43,31	43,25	- 0,06	14,12	13,94	-0,18	3,49	3,32	- 0,17	2,03	2,05	+ 0,02
43,61	43,65	+ 0,04	13,07	13,16	+ 0,09	3,47	3,45	- 0,02	2,03	2,03	-
44,30	44,26	- 0,04	12,83	12,66	- 0,17	3,30	3,27	- 0,03	1,89	1,91	+0,02
43,14	43,04	- 0,10	14,03	13,76	- 0,27	3,97	4,05	+ 0,08	2,25	2,26	+ 0,01
45,04	45,12	+ 0,08	13,27	13,29	+ 0,02	3,32	3,31	- 0,01	1,27	1,28	+ 0,01
43,61	43,90	+ 0,09	14,15	13,89	- 0,26	3,12	3,01	- 0,11	1,83	1,84	+ 0,01
43,34	43,40	+ 0,06	14,02	14,34	+ 0,32	3,58	3,62	+ 0,04	1,97	1,97	-
44,05	44,16	+ 0,11	13,14	13,06	- 0,08	3,20	3,15	- 0,05	2,17	2,19	+ 0,02
43,76	43,83	+ 0,07	12,78	12,81	+ 0,03	3,36	3,32	- 0,04	2,25	2,26	+ 0,01
43,83	43,82	+ 0,01	13,06	12,84	- 0,22	3,44	3,51	+ 0,07	2,19	2,19	-
		∅ 0,06			∅ 0,16			∅ 0,06			∅ 0,01

TABULKA č. 5. Srovnávací měření provozních vzorků
růz. spektrometr ARL 74000 a MRS-3

CaO %		SiO ₂ %		Al ₂ O ₃ %		Fe ₂ O ₃ %					
ARL	MRS	ARL	MRS	ARL	MRS	ARL	MRS				
43,25	43,31	+ 0,06	13,93	14,12	+ 0,19	3,47	3,49	+ 0,02	2,07	2,03	- 0,04
43,76	43,61	- 0,14	13,30	13,07	- 0,23	3,48	3,47	- 0,01	2,06	2,03	- 0,03
44,26	44,30	+ 0,04	12,62	12,83	+ 0,21	3,27	3,30	+ 0,03	1,93	1,89	- 0,04
43,04	43,14	+ 0,10	14,02	14,03	+ 0,01	3,96	3,97	+ 0,01	2,30	2,25	- 0,05
44,99	45,04	+ 0,05	13,27	13,27	-	3,35	3,32	- 0,03	1,26	1,27	+ 0,01
43,84	43,81	- 0,03	13,91	14,15	+ 0,24	3,11	3,12	+ 0,01	1,86	1,83	- 0,03
43,35	43,34	- 0,01	14,44	14,02	- 0,42	3,65	3,58	- 0,07	1,99	1,97	- 0,02
44,09	44,05	- 0,04	12,95	13,14	+ 0,19	3,18	3,20	+ 0,02	2,22	2,17	- 0,05
43,86	43,76	- 0,10	12,91	12,78	- 0,13	3,40	3,36	- 0,04	2,29	2,25	- 0,04
43,83	43,83	-	13,08	13,06	- 0,02	3,52	3,44	- 0,08	2,24	2,19	- 0,05
± 0,06		± 0,16		± 0,03		± 0,03		± 0,03		± 0,03	

OS Mössbauerovy spektroskopie

Dne 18. listopadu 1983 se konala v Brně 16. pracovní schůze skupiny, na které mimo organizační záležitosti bylo zařazeno 5 obsáhlých referátů, shrnujících některé nejnovější poznatky v oboru. Přinášíme stručné výtahy z těchto přednášek.

Milan Seberíni, ÚFM ČSAV, Brno: Kryomagnetické zariadenie pre Mössbauerovu spektroskopiu.

Na Katedre jadrovej fyziky a techniky EF SVŠT je od r. 1976 v prevádzke kryomagnetické zariadenie na meranie Mössbauerových spektier v spojitě nastavitelnom teplotnom rozsahu od 4,2 K do 300 K s presnosťou nastavenia ± 0,1 K, pri možnosti súčasného použitia magnetického poľa orientovaného paralelne so zväzkom žiarenia, až do hodnoty 5 T. Z dôvodov dosávky chladiacich médií a návratu plynného hélia je zariadenie umiestnené v Elektrotechnickom ústave CEFV SAV.

Zariadenie pozostáva z Mössbauerovho spektrometra zostaveného z výrobkov rôznych firiem /400-kanálový analyzátor Intertechnique, pohybové zariadenie Elron Haifa/ a kryostatu firmy Oxford Instruments so zabudovaným supravodivým magnetom. Hladina tekutého hélia sa indikuje štyrmi sondami typu Allen-Bradley, výparnosť je cca 0,5 l/hod. V prípade potreby možno teplotu chladiaceho média znížiť odčerpávaním pár, pri kvapalnom dusíku do cca 66 K, pri kvapalnom heliu do 3,2 K. Využívajú sa Mössbauerove izotópy ⁵⁷Fe a ¹¹⁹Sn.

T. Zemčík, Ústav fyzikální metalurgie ČSAV, Brno, A. Cimbalová, Ústav geologie a geotechniky ČSAV, Praha: Identifikace horninotvorných fází měsíčního regolitu.

Ukazuje se, že pečlivě vybrané malé částice lunárního regolitu jsou dobrou reprezentací jednotlivých horninotvorných minerálů Měsíce, včetně skelné fáze. Mössbauerova spektroskopie ⁵⁷Fe dává jak identifikaci jednotlivých fází z hyperjenných parametrů spekter, tak distribuci železa mezi tyto fáze, resp. krystalografické polohy. Již dříve jsme ukázali vhodnost i použitelnost mössbauerovských experimentů na malých částicích lunárního regolitu. Zde jsou prezentovány výsledky na kolekci nemagnetických horninotvorných minerálů z regolitu LUNY-16,20 a 24, a to jak pro fáze krystalické /silikáty - pyroxeny a olivín, směsné oxidy - ilmenit a spinel/, tak amorfni /sklo vulkanické a impaktní/.

O. Schneeweiss, S. Havlíček, ÚFM ČSAV, Brno: Použití Mössbauerovy spektroskopie konverzních elektronů ve studiu povrchů kovových materiálů.

Mössbauerova spektroskopie podává řadu cenných informací o fázovém složení, krystalografické, elektronové a magnetické struktuře kovových materiálů. Volbou typu detekovaného záření je možné studovat povrchové vrstvy vzorků v různých hloubkách. Pomocí rezonance na γ záření sledujeme materiál v hloubkách ~10⁻⁵ m pod povrchem. Při využití konverzních elektronů vznikajících při přechodu jádra z vybuzeného do základního stavu jsou získané údaje z hloubek do 10⁻⁷ m.

Mössbauerova spektroskopie konverzních elektronů /CBMS/ našla široké uplatnění při studiu koroze, produktů implantace a radiálního poškození materiálů. Zajímavé výsledky ukazuje srovnání mössbauerovských spekter naměřených pomocí γ a elektronů na vzorcích kovových materiálů, zejména pak změny povrchu v důsledku tepelného zpracování.

F. G á b r i š , J. S i t e k , Elektrotechnická fakulta SVŠT, Bratislava: Niektoré vlastnosti amorfných kovových zliatin pri nízkych teplotách a vo vonkajšom magnetickom poli.

V snahe uzavrieť súbor meraní mössbauerových spektier amorfných kovových zliatin typu Fe₈₃B₁₇ /1/ a Fe₄₀Ni₄₀B₂₀ /2/ v závislosti od teploty, merali sme uvedené materiály pri nízkych teplotách v oblasti 4,2K. Zároveň sme v oboch prípadoch odmerali série spektier v závislosti na vonkajšom magnetickom poli s indukciou od 0 do 5T, pričom vektor intenzity poľa bol kolmý na rovinu vzorky a rovnobežný so smerom γ žiarenia. S rastom intenzity vonkajšieho mag. poľa pri vzorke /1/ sme zaznamenali pokles intenzity strednej hodnoty vnútorného mag. poľa H_{eff} o 3 MA⁻¹, teda zdá sa, že nukleárne a atomárne momenty Fe majú opačné orientácie. Naproti tomu u vzorky /2/ sme v celom rozsahu zaznamenali zmenu iba v rámci chyby merania.

Pri oboch vzorkách sa s rastom intenzity vonkajšieho poľa rozširuje i distribúcia vnútorného poľa P/H/. V závislosti od rastu H_{ext} sme zaznamenali dva efekty:

V malých poliach /do 0,2 T/ má smer ľahkého magnetovania tendenciu ukladať sa do roviny pásika kolmo na smer vektora intenzity H_{ext} , čo možno vysvetliť existenciou demagnetizačného poľa vo vzorke.

Vo väčších poliach postupne klesá intenzita spektrálnych čiar odpovedajúcich $\Delta m = 0$ /I₂ a I₅/ pričom pri hodnote $B_{ext} \approx 5T$ /1/ resp. $B_{ext} \approx 2T$ /2/ čiary úplne zanikajú, teda spisové orientácie domén sa usporiadajú v smere vonkajšieho magnetického poľa.

Y. K r e i s l e r o v á , T. Z e m č í k , Ústav fyzikální metalurgie ČSAV, Brno: Aplikace metody distribuce hyperjemných polí pro interpretaci spekter Ni₃Fe /¹¹⁹Sn/.

Série mössbauerovských spekter postupně izotermicky žíhané slitiny Ni₃Fe /¹¹⁹Sn/ byla zpracována za předpokladu spojitě distribuce hyperjemných polí s tvarem distribuční funkce jako superpozice gaussovských křivek. Vyhovující přesnosti fitu bylo dosaženo dvěma gaussovskými distribucemi, jejichž parametry se měnily se zpracováním vzorku. V neuspořádaném stavu měla složka s nižší střední hodnotou - 10,3 MA/m - úzkou distribuci, zatímco s vyšší střední hodnotou - 33,8 MA/m - širokou distribuci. V uspořádaném stavu tomu bylo naopak a současně došlo ke zvýšení hyperjemných polí obou složek /48,9 a 66,6 MA/m/. Tyto výsledky byly porovnány s teoretickým modelem založeným na předpokladu lineární závislosti hyperjemného pole jak na počtu atomů Fe v nejbližším okolí Sn, tak na počtu nejbližších Fe atomů v jedné z podmřížek uspořádané struktury. Pravděpodobnosti obsazení jednotlivých poloh v závislosti na parametru uspořádání byly dány binomickým rozdělením. Kvalitativním porovnáním spojitě a diskrétní distribuce bylo dosaženo dobré shody a zjištěno, že na velikost hyperjemného pole na jádře Sn má určující vliv počet nejbližších Fe atomů ve vybrané podmřížce.

23. CSI a 10. ICAS

Ve dnech 26.6. až 1.7.1983 se v Amsterdamu konalo 23. Colloquium Spectroscopicum Internationale a 10. Mezinárodní konference o atomové spektroskopii /ICAS/. Z ČSSR se tohoto významného setkání odborníků spektroskopických disciplín zúčastnila mj. skupina pracovníků prostřednictvím tématického zájezdu Čedoku. Ačkoliv se Čs. spektroskopická společnost snažila o zpřístupnění tématického zájezdu větší skupině zájemců, limitující podmínky Čedoku a konečně i osobní náklady neumožnily původní záměr Společnosti realizovat. I tak ale byla Čs. spektroskopie na konferencích dobře zastoupena a získané informace a dovezené podklady jistě naleznou uplatnění na setkáních jednotlivých odborných skupin. O 23. CSI bylo již např. podrobně referováno v září 1983 na 27. pracovní schůzi sekce optické spektroskopie. Redakční rada Bulletinu požádala jednoho z účastníků zájezdu Doc. K s a n d r a o vypracování referátu pro naše čtenáře. Je pochopitelné, že zpráva nemůže být vyčerpávající, proto nabízí sekretariát Společnosti těm zájemcům, kteří o některou disciplínu budou mít hlubší zájem, zprostředkování kontaktu s přímým účastníkem zájezdu, který má podle svého pracovního zaměření k dané problematice nejbližší.

Zbyněk K s a n d r , VŠCHT, Praha: Tématický zájezd na 23. CSI /Colloquium Spectroscopicum Internationale/ konané ve dnech 25.6.-3.7.83 v Amsterdamu.

Hlavním cílem zájezdu byla aktivní účast na 23. CSI, která je vrcholnou vědeckou událostí v oblasti spektroskopických metod. Letošního 23. CSI se zúčastnilo asi 650 odborníků z celého světa. Odezněly 4 plenární přednášky, 18 vyzvaných přednášek /à 40 min./ a v orálních sekcích celkem 57 referátů. Převážná většina příspěvků /asi 350/ byla prezentována formou posterů ve 43 sekcích.

Vědecký program 23. CSI byl obecně zaměřen převážně na atomovou spektrometrii, což bylo patrně ovlivněno odborným zájmem předsedy organizačního výboru Leo de Galana. Plenární přednášky přednesli prof. Alkemade, Guillot, Fuwa a Van Loon, vesměs zástupci atomové spektrometrie. Většina vyzvaných přednášek se také týkala různých oborů atomové spektrometrie, zejména metod atomové absorpční spektrometrie s využitím elektrotermických atomizátorů /AAS-ETA/, atomové emisní spektrometrie s indukčně vázaným plasmatem /ICP-AES/, korekce vlivu pozadí využitím Zeemanova efektu v AAS ve spojení s ETA, pokroky v hydridové technice při stanovení stopových koncentrací toxických prvků, zejména arsenu a selenu, využitím "platform-techniky" na odstranění rušivých vlivů při práci s ETA a dalších. Kongresu se zúčastnily i takové kapacity jako prof. B. V. Ivov, který je nazýván otcem elektrotermických atomizátorů. Přednesl přednášku o vývoji ETA od jejich počátků až po dnešek, nazvanou "Twenty-five years furnace AAS", neboť na r. 1983 připadlo právě 25. výročí jeho první publikace. Z oboru AAS byly z VŠCHT prezentovány dva poster. O oba, jak příspěvek konstrukčního zaměření "The first commercial tungsten furnace electrothermal atomizer for AAS" /R. Hlaváč/, tak i druhý zaměřený na analytické využití wolframového atomizátoru WETA 82 "Some new developments in tungsten furnace atomic absorption spectroscopy" /D. Kolihová/, byl značný zájem. Protože byl o pří-

stroj /WETA 82/ zájem mezi odborníky z různých zemí, dá se předpokládat i jeho prodej do zahraničí.

Pro odborníky zabývající se atomovou spektrometrií bylo na CSI mnoho příspěvků, které pomohly rozšířit a prohloubit jejich znalosti současných trendů světového vývoje. Vysocí je třeba hodnotit i diskuse na závěr posterových sekcí, které byly řízeny předsedou sekce - většinou významným odborníkem v dané specializaci. Například diskuse o kovových atomizátorech se tak protáhla, že její účastníci zmeškali začátek oficiálního přivítání přemátora města Amsterdamu. Rovněž v úterý byla diskuse o hydridových technikách a o využití laserů v atomové fluorescenci velmi bohatá.

V oblasti molekulové spektroskopie - prakticky ve všech vlnových rozsazích - byla účast aktivních účastníků nepoměrně menší než v oblasti atomové spektroskopie. To byl znatelný rozdíl proti XX. CSI, které pořádala ČSSS ve spolupráci s VŠCHT Praha v r. 1977 v Praze.

Tato skutečnost se odrazila jak v počtu posterů tak i v zájmu účastníků. Proto bylo naší snahou upozornit na tuto negativní skutečnost prostřednictvím národních delegátů /Prof. Plško, Dr. Špačková/ na jejich zasedání s připomínkou, aby příští koloquia byla koncipována ve všech oblastech spektroskopie rovnoměrně.

Speciální spektroskopické metody, tj. rtg emisní analýza /RFA/, rtg mikroanalýza /EMA/, hmotnostní spektrometrie, analýza povrchů, instrumentální radioanalytické metody a Mössbauerova spektroskopie, byly na kongresu zastoupeny značně nerovnoměrně. Rtg emisní spektroskopie byla věnována největší pozornost a to jednou vyzvanou přednáškou J. N. Kikkeerta, výzkumného pracovníka firmy Philips, na téma Fluorescenční analýza X-paprsky anno 1983 věnovaná použití RFA k analytickým účelům především zavedení následné automatizace pro rutinní analýzy a velké citlivosti řádu 10^{-3} . Dále odeznělo pět ústních sdělení, z nichž zajímavé byly zejména referát J. V. Gilfritcha z US Naval Research na téma Použití spojitěho polarizovaného synchrotronního rtg záření o intenzitě o několik řádů vyšší než z běžných zdrojů, což vede k vysoké citlivosti a nízkému šumu a tím umožňuje analýzy velmi malých množství. Použitím synchrotronního záření se zabývají v současné době čtyři laboratoře a to v USA, Japonsku, NSR a Anglii. Firemní přednáška ARL se týkala zlepšení sekvenční analýzy použitím dokonalého mikroprocesoru pro řízení funkce goniometru. Z řady posterových symposií bylo pět posterů věnováno problematice fyzikálních základů RFA a studiu chemické vazby, osm posterů metodologii instrumentace a různým aplikacím. Zde byl také prezentován příspěvek člena zájezdu P. Roubíčka z Čs. lupkových a uhelných závodů na téma Užití metody Monte Carlo pro výpočet absorpce RFA, který měl dobrý ohlas. Dále zaujaly postery na téma Zlepšení energeticko-disperzní analýzy, Radionuklidová RFA vybraných prvků a Srovnání experimentálních a vypočtených korekčních koeficientů. Další posterové symposium na téma metodologie a aplikace II obsahovalo 11 posterů z nichž nejzajímavější byla téma RFA určení rtuti, methyl-rtuti a fenyl-rtuti ve vodě překoncentrované pomocí pěnového polyuretanu, Rychlá RFA silikátů a kovových prášků použitím tenkých vrstev od Z. Ersepkeho z NHRG Ostrava a Určení obsahu síry v uhlí pomocí RFA a Určení stopových prvků v uhlí a úletech. Rtg mikroanalýza byla na 23. CSI také poměrně hojně zastoupena. Vyslechli jsme vyzvanou přednášku J. D. Browna z Ontarijské university v Kanadě na téma " Nové přístupy ke kvantitativní rtg mikroanalýze tenkých filmů a povrchů". Analýza využívá znalosti rozdělovací emisní funkce a měření relativní intenzity na objemovém standardu na tenké vrstvě.

Další metoda je založena na měření relativní intenzity tenké vrstvy vzhledem k podložce a třetí metoda používá měření relativních intenzit v závislosti na energii primárních elektronů. Další příspěvky z oboru rtg mikroanalýzy se objevily na posterovém symposiu Kontaminace atmosféry, kde byl publikován poster Rtg mikroanalýza a laserová hmotnostní mikroanalýza mořských aerosolů, který přesvědčivě demonstroval užitečnost kombinace obou spektrálních metod na týž objekt zkoumání. Podobného charakteru byl i poster autorů Hulínský, Šlár: Zhodnocení metalurgie svárových spojů atomovou emisní spektroskopií a rtg mikroanalýzou, který byl publikován v symposiu Kovové a průmyslové materiály II. V symposiu Kovové a průmyslové materiály I byl uveřejněn poster autorů Švejcara a kol. Redistribuce prvků při temperování Cr-Ni ocelí. V symposiu Biologických klinických, farmaceutických a zemědělských aplikací byl uveřejněn zajímavý poster Příprava biologických standartů pro konstrukci kalibračních křivek v rentgen-spektrální analýze. Na symposiu věnovanému aplikacím, metodice a instrumentaci X-záření byl zajímavý poster věnován Měření biologických vzorků protonovou mikrosoudou a podobný poster byl věnován Použití protonové mikrosoudy při výzkumu rakoviny plic.

Hmotnostní spektrometrie:

Hmotnostní spektrometrie organických látek a organických molekul nebyla na 23. CSI vůbec prezentována. Vyzvaná přednáška na téma Pokroky a budoucnost hmotnostní spektrometrie pro anorganickou analýzu, kterou přednesl F. Adams z university Antverpy, Belgie, byla věnována ionizačním metodám pro pevné skupenství, iontovému bombardování, indukčně vázané plazmě, doutnavému výboji a pulsním laserům. Zvláštní význam je přisuzován hmotnostní spektroskopii anorganických sloučenin při řešení problémů čistoty ovzduší a analytické chemii velmi čistých průmyslově důležitých materiálů. Hmotnostní spektroskopii bylo též věnováno samostatné posterové symposium, kde bylo prezentováno 9 posterů věnovaných problematice analýz za použití výše zmíněných ionizačních metod.

Spektroskopie povrchu:

Vyzvaná přednáška prof. Benninghova z Vestfálské university v Münsteru na téma Použitelnost různých spektroskopických technik pro mikro a povrchovou analýzu podala přehled o excitačních procesech, laterálním a hloubkovém rozlišení, citlivosti a selektivitě dosavadních metod. Dále byly probrány aplikační možnosti a perspektivní směry analýzy povrchů a tenkých filmů. Posterové symposium Analýza povrchů a hmotnostní spektrometrie obsahovalo tři postery na téma Analýza složení tenkých vrstev technikami spektrometrie rtg záření buzeného nízkenergetickými elektrony /LEELXS/, Zlepšení spektroskopie pro povrchové analýzy a Kvantitativní analýza oxidických vrstev. Další posterové symposium Analýza povrchů obsahovalo 9 posterů věnovaných aplikaci různých spektrálních metod na studium povrchu anorganických a biologických preparátů.

Instrumentální radioanalytické metody nebyly na 23. CSI zastoupeny a z oboru Mössbauerovy spektroskopie byla přednesena jediná přednáška Železo v asbestu.

Hlavním cílem zájezdu bylo získání informací o současném stavu a perspektivních směrech speciálních spektroskopických metod. Bylo zjištěno, že vývoj těchto metod, zejména v oblasti analýzy povrchů, hmotnostní spektroskopie a mikroanalýzy je zaměřen především na zdokonalování instrumentálního

vybavení, nasazení mikroprocesorů a využívání nekonvenčních zdrojů buzení. V oblasti aplikační jsou tyto metody v širokém měřítku využity pro analýzu v oblasti čistoty ovzduší, vod a energetických zdrojů, dále v oblasti fyziky a technologie tenkých vrstev a vysoce čistých materiálů.

Ochlas na příspěvky čs. účastníků byl velmi dobrý a byla navázána řada kontaktů se zástupci jak kapitalistických, tak socialistických zemí. Řada účastníků byla pozvána na 7. Čs. spektroskopickou konferenci v Českých Budějovicích v červnu 1984 a pozvání bylo vše přijato.

V rámci 23. CSI byla uspořádána v areálu Congresscentrum RAI výstava přístrojů. Jejím úkolem bylo seznámit účastníky symposia s nejnovějšími výrobky v oboru spektroskopie a přidružených měřících technik. Této výstavě se zúčastnilo celkem 25 firem z kapitalistických států, socialistické státy zde nebyly zastoupeny.

V oboru infračervené a Ramanovy spektroskopie vystavovaly své přístroje firmy:

PHILIPS-UNICAM model PU 9510, který pracuje v oblasti 4000-200 cm^{-1} , s vysokým rozlišením, automatickou kontrolou a "data" stanicí.

NICOLET INSTRUMENTAL - BENELUX - typ 5DX, 60SX, 3600C, všechny s Fourierovou transformací. Model 3600C pracuje až do 225 cm^{-1} , ostatní dva jen do 400 cm^{-1} .

BIO-RAD LABORATORIES, DIGILAB - model FTS-15 s Fourierovou transformací. Přístroj má možnost kombinací různých zdrojů a detektorů měřit od 10000 do 10 cm^{-1} , je v něm zabudována analytická kontrola a program na polymery.

Známi výrobci infračervených spektrofotometrů, PERKIN-ELMER a BECKMAN v tomto oboru nevystavovali; Ramanovy spektrofotometry nebyly zastoupeny vůbec.

V oboru UV - VIS spektroskopie vystavoval firma PERKIN-ELMER, NEDERLAND model LAMBDA 5 pro oblast UV-VIS s programováním pro vícesložkové analýzy. Podobné přístroje vystavovaly i firmy VARIAN, PHILIPS /typ PU8800 a PU8600/ a BECKMAN-NEDERLAND.

Firma HEWLETT-PACKARD spektrofotometr s diodovým uspořádáním HP8451A. Prospekty výše uvedených přístrojů jsou uloženy v laboratoři IČ spektroskopie VŠCHT.

V oboru X-paprskových spektrofotometrů vystavovaly firmy: INTERCHMIJ BV, PHILIPS-UNICAM, KEVEX-INTERNATIONAL CO a SIEMENS.

Přístroje a doplňky pro atomovou absorpční spektroskopii vystavovaly firmy:

VARIAN - model AA975 a grafitovou celu GTA-95, PHILIPS-UNICAM - model PU9000 s "data" stanicí PU9007, HILGER ANALYTICAL, SHIMADZU EUROPA GMBH. Většina přístrojů byla vystavena již v Praze v prosinci 1982. Z novinek vzbudila největší pozornost kyveta ZEEMAN/5000 firmy PERKIN-ELMER NEDERLAND s magnetickou korekcí pozadí, která odstraňuje rušivý vliv balastního záření, zejména při práci v org. prostředí. Prospekty z tohoto oboru jsou uloženy v laboratoři atomové absorpční spektroskopie na VŠCHT.

Z atomové emisní spektroskopie vystavovala firma PHILIPS nový typ PU8020, vhodný zvláště pro analýzy hliníkových slitin. Z ostatních firem byla zastoupeny BAUSCH + LOMB ARL /kvantometry/, SIEMENS /Spektrummat 1000/ a RSV PRÄZISIONSMESSGERÄTE.

Ostatní firmy vystavovaly pouze některé doplňky a přídavná zařízení. Firma EG + G INSTRUMENT S - laserové zdroje, HEWLETT-PACKARD - detektor pro hmotovou spektrometrii. Firma TAM-DOSIER-SYSTEM vystavovala dávkovače,

INSTRUMENTATION LABORATORY - příslušenství k AAS. Firma HEYDEN vystavovala "data" stanici, která porovná změřené spektrum s uloženými Sadtlerovými standardními spektry během 3 sec. Firma RINGSDORFF-WERKE vystavovala uhlíky pro emisní spektroskopii a firma ISA/JOBIN-YVON mřížky a monochromátory.

V rámci 23. CSI byla uspořádána současně i výstava odborné literatury. Nejvíce zastoupena zde byla nakladatelství Elsevier, Springer, North-Holland Publishing Company a John Willey and Sons se svými nejnovějšími publikacemi. K di pospici byly katalogy publikací odborné literatury za rok 1983. Dovezené katalogy jsou uloženy v laboratoři IČ spektroskopie VŠCHT.

Jaromír M o r a v e c , ÚJV, Řež: XVI. evropský kongres molekulové spektroskopie.

Ve dnech 11.9.-16.9.1983 se konal v Sofii XVI. evropský kongres molekulové spektroskopie. Kongres organizovala Národní spektroskopická komise při Bulharské akademii věd a Státní komise pro vědu a technický pokrok a probíhal v Národním paláci kultury L. Živkovové.

Na programu bylo 26 plenárních přednášek, 10 vyžádaných přednášek, 74 orálních prezentací původních prací a 406 posterů. Skutečnost dosáhla asi 80% původně přihlášených prací a kongresu se zúčastnilo cca 440 účastníků z 36 zemí /z toho 6 z ČSSR/. Organizace kongresu byla na vysoké úrovni a pořadatelům se podařilo zajistit pro některé přednášky vysoce renomované odborníky; úvodní plenární přednášku celého kongresu měl např. jeden ze zakladatelů molekulové spektroskopie, G. Herzberg z Kanady /Spectra of triatomic hydrogen and of the anion radical/. V dalších plenárních přednáškách odezněla témata jako "Non-radiative transitions in molecules and solids" /S.G. Christov, BLR/, "Computer based molecular spectroscopy: Reality and Prospects" /L.A.Gribov, SSSR/, "Transferability of IR intensity parameters" /W.M.A.Smit, Holandsko/, "Vibrational lifetimes and vibrational energy transfer of polyatomic molecules in liquids" /W. Kaiser, NSR/, "Non-linear coherent Raman spectroscopy" /W. Kiefer, NSR/, "IR intensities and solvent effects" /J.Morcillo, Španělsko/, "Matrix isolation vibrational spectroscopy as a tool for studying conformational isomerism" /A.J.Barnes, Anglie/, "Photochemistry and spectroscopy at low temperatures" /J.J. Turner, Anglie/, "Investigations employing high sensitivity spectrometers with particular emphasis on the IR spectrum of solid H" /K.N.Rao, USA/, "IR and Raman study of the fast internal motions of non-rigid molecules in condensed state: Method of selective deuteration" /J. Lascombe, Francie/, "IR high temperature emission and transmission spectra of aluminium chloride and related species" /P. Klaeboe, Norsko/ a další.

Největší část odborné činnosti kongresu se soustředila do diskusí při výstavách posterů. Byly rozděleny do následujících tématických skupin: Spektra a elektronová struktura excitovaných stavů; nový vývoj ve spektroskopických technikách; spektroskopie povrchu; molekulární dynamika a přenos energie; molekulární struktura; spektroskopie s vysokým rozlišením; anorganické sloučeniny a kovové komplexy; spektroskopie pevného stavu; průmyslové aplikace; polymery; maticová spektroskopie; laserové spektroskopie včetně nelineárních jevů a multifotonových efektů; přínos počítače, zpracování a uchování spektrálních dat; biologické systémy; mezimolekulové interakce;

vibrační analýza, frekvence, intenzity a tvary pásů. V publikovaných pracích se projevil určitý odklon od výlučně teoretických orientací směrem k praktickým aplikacím a bezprostřednímu využití spektroskopických měření k produkci realizačních výstupů. Překvapil neobvykle vysoký počet prací bulharských autorů / v tomto smyslu hrála jistě významnou roli okolnost, že Bulharsko bylo hostitelskou zemí/.

V rámci kongresu vystavovaly přístrojovou techniku firmy Bruker / Analytische Messtechnik GmbH/ a Perkin-Elmer, Ltd. Informačními stánky se prezentovaly publicistické firmy Elsevier Scientific Publishing, Pergamon Press, Ltd., Springer Verlag GmbH., Akadémiai Kiadó a John Wiley a. Sons, Ltd.

Fa Bruker vystavovala FT-IR spektrometr IFS 113v s minipočítačem Aspect 2000, určený pro výzkumnou a vývojovou práci. Jeho špičkové rozlišení je $0,03 \text{ cm}^{-1}$, rozsah $10 - 4\,800 \text{ cm}^{-1}$ s možností rozšíření do viditelné oblasti, přesnost vlnočtů $< 0,01 \text{ cm}^{-1}$, fotometrická přesnost $< 0,2 \% T$, vakuum 10 mbar /možnost $< 0,5 \text{ mbar}$ /, zdroj Hg-lampa a globar /vodní chlazení/. Přístroj má 4 oddělené vakuové prostory pro zdroj, interferometr, vzorek a detektor; prostor pro vzorek je možno evakuovat samostatně.

Fa Bruker dále nabízela FT-IR spektrometr IFS 85 s minipočítačem Aspect 2000 pro rutinní a výzkumné práce. Rozlišení $0,5 \text{ cm}^{-1}$, rozsah $400 - 4\,800 \text{ cm}^{-1}$ /možnost rozšíření do 220 cm^{-1} /, přesnost vlnočtů $\pm 0,01 \text{ cm}^{-1}$, fotometrická přesnost $0,1 \% T$, zdroj je proudově stabilizovaný a vodou chlazený globar, automatický měnič vzorků.

Ve výrobním programu fy Bruker jsou dále FT-IR spektrometry IFS 110 a laciný IFS 45 pro rutinní práci s automatickým měničem vzorků pro tablety, filmy, suspence, kapaliny a plyny. Firma dodává též minipočítače Aspect 1000, Aspect 2000 a Aspect 3000.

Firma Perkin-Elmer vystavovala fluorescenční spektrometr LS-3, dále spektrometr pro ultrafialovou a viditelnou oblast Lambda 5 s datasytémem 3600 a infračervený spektrometr PE 782 s datasytémem 68x a 78x.

Spektrometr PE 782 má rozsah $400 - 4\,000 \text{ cm}^{-1}$, thermočláňkový detektor, reprodukovatelnost vlnočtů $\pm 2-4 \text{ cm}^{-1}$ a fotometrickou přesnost $\pm 0,2 \% T$. Dodávaný datasytém je počítač, kterým mohou být řízeny všechny přístrojové funkce spektrometrů PE řady 780 včetně vícevzorkového adaptéru pro provoz bez ohledu operátora. Není třeba žádné zkušenosti operátora s počítačem, jelikož rutinní práce se zahajují jednoduchými funkčními klíči a video-display vede uživatele správným postupem. Standardní software dovoluje rozsáhlé spektrální manipulace, s mnohostrannými výpočty za účelem získání analytických výsledků přímo ze spekter pomocí metod definovaných uživatelem.

PŮVODNÍ SDĚLENÍ

Josef D e m p í r , Ústav nerostných surovin, Kutná Hora: Hodnoty maximálních relativních směrodatných odchylek sériových analytických stanovení.

Předložené sdělení uvádí seznam maximálně přípustných relativních směrodatných odchylek RSO_{sr} , které charakterizují úroveň analytické práce při provádění sériových rozborů geologických materiálů. Je uveden vztah RSO_{sr} k relativním směrodatným odchylkám výsledků, získaných při analýze referenčního vzorku hornin a nerostných surovin RSO_{an} . Dále je diskutován vztah RSO_{an} k relativní směrodatné odchylce způsobené heterogenitou referenčního vzorku RSO_{ht} . Výklad je zakončen praktickým příkladem.

1. Úvod

Při výrobě referenčních vzorků hornin a nerostných surovin /dále RV/ musí výrobce dbát na to, aby hotové RV byly dostatečně homogenní, to znamená, aby se jednotlivé části RV, brané jako navážky, navzájem nelišily významně ve svém složení. Zcela homogenní jsou však pouze roztoky nebo směsi plynů. Práškovité vzorky vykazují vždycky určitý stupeň heterogenity, kterou lze vyjádřit formou směrodatné odchylky σ_{ht} , případně RSO_{ht} . Lze ukázat, že RSO_{ht} je tím větší, čím menší množství RV bereme do práce. /1,2/ Zejména při analýze RV na obsah stopových prvků je nutno vzít k analýze určité minimální množství vzorku, aby výsledky analýz byly navzájem srovnatelné. Toto minimální množství RV bývá v atestech udáno /např. $0,1 \text{ g}$ /.

Aby mohl RV plnit svoji metrologickou funkci, musí být analyzován podstatně přesněji, než je možné při sériovém způsobu práce. Označíme-li směrodatnou odchylku sériových stanovení σ_{ar} a směrodatnou odchylku souboru analytických výsledků, z nichž se vypočtou atestované hodnoty σ_{an} , musí platit nerovnost

$$\sigma_{an} < \sigma_{sr} \quad /1/$$

Podobnou úvahou dojdeme k závěru, že σ_{ht} musí být menší než σ_{an} , tedy

$$\sigma_{ht} < \sigma_{an} \quad /2/$$

Kdyby totiž nerovnost /2/ neplatila, bylo by rozptýlení analytických výsledků v podstatné míře ovlivňováno heterogenitou SV a nebylo by možné použitím přesnějších analytických metod dosáhnout přesnějších atestovaných hodnot.

Spojíme-li nerovnosti /1/ a /2/, dostaneme:

$$\sigma_{ht} < \sigma_{an} < \sigma_{sr} \quad /3/$$

Vydělíme-li nerovnost /3/ průměrným obsahem složky \bar{x} , dostaneme pro relativní směrodatné odchylky RSO, vyjádřené v procentech, vztah:

$$RSO_{ht} < RSO_{an} < RSO_{sr} \quad /4/$$

Z nerovnosti /4/ vidíme, že relativní směrodatné odchylky sériových stanovení RSO_{sr} jsou základním údajem, z něhož vycházíme při hodnocení RSO_{an} a RSO_{ht}.

2. Hodnoty RSO_{sr} v závislosti na procentickém obsahu složek

S klesajícím obsahem složky se stává její kvantitativní stanovení stále obtížnější, což se projevuje vzrůstem hodnoty RSO_{sr} a RSO_{an}, které u stopových obsahů prvků mohou dosáhnout až několika set %. Podle metrologických zásad přijatých specialisty RVHP se však za kvantitativní považují pouze ty soubory výsledků a taková stanovení, jejichž RSO_{sr} činí maximálně 30%. Tato horní hranice RSO_{sr} určuje také horní hranici RSO_{an} a RSO_{ht}. S přihlédnutím k nerovnosti /4/ platí, že při hodnocení analytických dat a výpočtu atestovaných hodnot jsou přijatelné pouze ty soubory výsledků, jejichž RSO_{an} je menší než asi 10-15%. Podobně lze odvodit, že heterogenita RV, vyjádřena jako RSO_{ht}, musí být menší, než asi 5%. Uvedené hodnoty platí pro případ stopových prvků, pro vyšší koncentrační obsahy složek jsou příslušné hodnoty RSO_{an} a RSO_{ht} podstatně přísnější.

V dalším textu je udán návod, jak vypočítat RSO_{sr} pro 64 složek /prvků a kyslíčků/ v koncentračním rozsahu od 0,06 p.p.m. do \bar{x}_{max} . \bar{x}_{max} je pro jednotlivé složky uvedeno v posledním sloupci tabulky č.1, a značí maximální procentický obsah, kdy ještě lze použít rovnice /5/. K výpočtu RSO_{sr} je navržena rovnice 4. řádu ve tvaru $RSO_{sr} = a.p^4 + b.p^3 + c.p^2 + d.p + e$ /5/

kde a,b,c,d,e jsou koeficienty, jejichž hodnoty jsou pro každou složku uvedeny v tab. 1, $p = \log \bar{x}$ a \bar{x} je obsah složky v procentech. Koeficienty a,b,c,d,e byly vypočteny ve spolupráci s Ing. Benadou z ÚNS Kutná Hora. Podkladem pro jejich výpočty byly hodnoty RSO_{sr} uvedené v knize Ostroumovově /3/ a dále hodnoty z kontrolních analýz, provedených v čsl. laboratořích sektoru geologie. Vyjíměčně, kde nebyly k dispozici experimentální údaje, byla hodnota RSO_{sr} odhadnuta z analogie s podobnými prvky /4/.

Vysvětlivky k tab. 1:

Au 1 : jemně dispersní zlato, 0,1 mm, obsažené v sulfidických rudách

Au 2 : středně dispersní zlato, 0,5 mm, obsažené v kvarcitech

Au 3 : hrubé částice zlata, pozorovatelné okem, obsažené v kvarcitech

La : obsah Lanthanoidů

Pt : obsah platinoidů

ZŽ : ztráta žíháním

CaF₂ : Hodnoty RSO_{sr} pro CaF₂ se vypočtou z RSO_{sr} pro CaO tak, že se obsah CaF₂ pře počte na CaO

\bar{x}_{max} : Tento údaj značí procentický obsah, kdy ještě lze rovnice /5/ použít pro výpočet RSO_{sr}. Minimální procentický obsah je 0,06 p.p.m. s výjimkou H₂O⁺, kde $\bar{x}_{min} = 0,05\%$ a ztráta žíháním ZŽ, kde $\bar{x}_{min} = 0,20\%$.

Tab. 1: Hodnoty koeficientů a,b,c,d,e a \bar{x}_{max} pro výpočet relativních směrodatných odchylek sériových stanovení (Vysvětlivky uvedeny v textu)

Složka	a	b	c	d	e	\bar{x}_{max}
Ag	0,0000	+0,1892	+1,3030	-2,4510	+3,050	1,0
Al ₂ O ₃	+0,0453	+0,3949	+0,0384	-7,6130	+11,843	63
As	+0,1018	+1,1211	+2,8009	-6,3165	+4,3485	6,3
Au 1	+0,3577	+5,2875	+27,228	+50,836	+31,479	0,013
Au 2	+0,1251	+2,2382	+12,331	+18,432	+ 8,677	0,013
Au 3	+0,3897	+5,7368	+28,484	+47,955	+30,987	0,013
B ₂ O ₃	+0,0958	+0,8008	+0,5755	-8,999	+10,908	32
BaO	+0,0344	+0,2677	-0,3509	-7,1930	+14,839	50
BeO	+0,0419	+0,3262	+1,4432	-5,2849	+5,454	20
Bi	+0,0587	+0,8328	+2,8287	-4,0441	+6,420	1
Br	+0,0271	+0,4377	+1,8166	-2,7314	+7,733	1
C	+0,0795	+0,8053	+1,4677	-7,3223	+7,702	6,3
CO ₂	+0,0535	+0,5300	+0,4642	-8,1041	+10,527	63
CaO	+0,0690	+0,6086	+0,3566	-8,5319	+11,298	63
Cd	+0,1652	+1,7469	+4,5663	-4,9900	+ 4,446	3,2
Ce	+0,0133	+0,3164	+1,3401	-3,3607	+10,787	3,6
Cl	+0,0003	+0,1555	+0,8223	-4,1412	+4,878	63
Co	+0,1287	+1,5181	+4,7906	-3,5066	+2,063	3,2
Cr ₂ O ₃	-0,0123	+0,0847	+0,9452	-3,8364	+4,994	50

Tab. 1 : Pokračování

Složka	a	b	c	d	e	\bar{x}_{\max}
Ca ₂ O	+0,0441	+0,2457	-1,3462	-11,466	+9,393	4,6
Cu	+0,0149	+0,3029	+0,9913	- 5,5428	+5,995	25
F	+0,0458	+0,5130	+0,9223	- 6,5912	+9,406	6,3
FeO	+0,1022	+0,8370	+0,4222	- 9,6332	+11,720	50
Fe ₂ O ₃	+0,0408	+0,4679	+0,7430	- 7,2059	+8,362	63
Ga	-0,0583	-0,3153	-0,0481	- 5,1693	+2,424	0,4
Ge	-0,0285	-0,0731	+0,4468	- 4,9338	+2,822	0,4
H ₂ O ⁺	+0,0000	-0,0046	+1,0053	- 6,4518	+8,432	25
Hg	+0,1129	+1,4636	+5,0859	- 1,9763	+5,259	3,2
I	+0,0839	+0,3413	+1,4139	- 4,0078	+4,021	1,0
In	+0,1509	+2,0019	+7,9060	+ 4,0793	+8,560	0,4
K ₂ O	+0,0929	+0,7736	+0,4645	- 9,0077	+11,998	25
La	+0,0509	+0,4047	+0,8149	- 5,1618	+ 8,683	0,8
Σ La	-0,0063	-0,2115	-1,7807	- 8,4427	+9,417	0,1
Li ₂ O	+0,0336	+0,3713	+0,5605	-6,4812	+8,388	6,3
MgO	+ 0,0585	+0,5263	+0,3928	-7,5883	+10,337	63
Mn	+0,0281	+0,3799	+1,0029	-5,5698	+5,747	25
Mo	+0,0951	+0,9918	+2,2424	-6,6424	+4,734	6,3
Na ₂ O	+0,0830	+0,6904	+0,4053	-8,5117	+11,675	63
Nb ₂ O ₅	+0,0241	+0,2896	+0,6129	-4,8733	+ 8,773	12,6
Ni	+0,1800	+2,9339	+6,4388	-0,3486	+8,904	4,6
P ₂ O ₅	+0,0009	+0,2699	+1,4676	-4,2714	+3,293	31,6
Pb	+0,0575	+0,5565	+0,7610	-7,2080	+8,351	25,2
Pt	-0,0736	-1,0145	-6,0177	-23,700	-20,805	0,025
Σ Pt	+0,4921	+7,2831	+37,029	+68,367	+48,708	0,025

Tab. 1: Pokračování

Složka	a	b	c	d	e	\bar{x}_{\max}
Zž	+0,0000	-0,1313	+1,4416	-6,0680	+8,094	25
Rb ₂ O	+0,0742	+0,5520	-0,4361	-10,409	+11,334	1,0
S	+0,0476	+0,4353	+0,3955	- 7,0312	+ 8,928	50
Sb	+0,0829	+0,7471	+0,7368	- 8,7706	+ 9,091	17,9
Sc	+0,0418	+0,5451	+1,8284	- 2,9227	+10,635	0,8
Se	+0,0401	+0,7763	+3,7921	- 0,7768	+ 2,626	1,0
SiO ₂	+0,0803	+0,6280	+0,0598	- 8,9523	+12,127	63,1
Sn	+0,0575	+0,6316	+1,2342	- 6,7850	+ 6,985	25,1
SrO	+0,0675	+0,5673	+0,3325	- 7,5369	+12,256	4,2
Ta ₂ O ₅	+0,0169	+0,3133	+1,1322	- 4,3900	+ 8,149	10
Te	+0,0414	+0,6493	+2,7084	- 2,8362	+ 2,960	1,6
Th	-0,0103	+0,0814	+1,0030	- 2,3862	+ 3,800	3,2
TiO ₂	+0,0324	+0,3557	+0,6421	- 6,4251	+ 8,392	63,1
Tl	+0,0758	+1,0720	+4,5349	+ 0,4184	+ 5,000	0,4
U	0,0000	+0,1447	+1,1710	- 2,1804	+ 2,964	3,2
V ₂ O ₅	+0,0637	+0,5527	+0,5823	- 6,9754	+ 9,500	10,0
W	+0,0208	+0,2896	+0,9137	- 4,0607	+ 8,274	13,0
Y	+0,0013	-0,3030	-4,4101	-21,243	- 4,700	0,1
Zn	+0,0400	+0,4546	+0,7698	- 6,9004	+ 8,099	50
ZrO ₂	+0,0609	+0,6646	+1,3017	- 7,1822	+ 6,556	31,6

3. Příklad

a/ Atestovaný obsah Fe_2O_3 v československém standardním vzorku fluoritu FM činí: $\bar{x} = 0,4984\%$. Vypočteme SRO_{SR} pro dané \bar{x} .

$$p = \log 0,4989 = -0,3024$$

S použitím koeficientů pro Fe_2O_3 v tabulce 1 dostaneme:

$$\text{SRO}_{\text{SR}} = 0,0408 \cdot -0,3024^4 + 0,4679 \cdot -0,3024^3 + 0,7430 \cdot -0,3024^2 - 7,2059 \cdot -0,3024 - 7,2059 \cdot -0,3024 + 8,362 = 10,6 \%$$

b/ Při rozbořech fluoritu FM na obsah Fe_2O_3 poskytlo 24 laboratoří následující výsledky:

0,46	0,468	0,47	0,478	0,480	0,482	0,483	0,483
0,485	0,49	0,492	0,492	0,498	0,50	0,50	0,507
0,5085	0,509	0,512	0,515	0,518	0,53	0,535	0,567

Uvedený soubor analytických dat má parametry: aritmetický průměr výsledků $\bar{x} = 0,4984 \%$ Fe_2O_3 , směrodatná odchylka = 0,0240 a relativní směrodatná odchylka $\text{RSO}_{\text{an}} = 0,0240 \cdot 100 / 0,4984 = 4,8 \%$.

c/ Kontrola homogenity standardního vzorku fluoritu FM na obsah oxidu železitého byla provedena rentgen-fluorescenční analýzou. V každém ze 30 náhodně vybraných vzorků hotového SV byla provedena 4 paralelní stanovení Fe_2O_3 . Výsledky byly zpracovány analýzou rozptylu, která umožnila vypočíst rozptyly mezi vzorky, uvnitř vzorku a celkového rozptylu. Postup výpočtu je podrobně popsán ve zprávě ÚNS /4/. Byly získány výsledky, uvedené v tab. 2.

Tab. 2: Kontrola homogenity Fe_2O_3 v RV fluoritu FM

Výsledky jsou udány v impulsích

Zdroj proměnlivosti	Rozptyly	Stupně volnosti	Směrodat. odchylky	Prům. počet impulsů	Relat. směrodat. odchylky
mezi vzorky	7257,6	29	85,2		0,7 %
uvnitř vzorků	4707,5	90	68,6	11787	0,6 %
Celkem	5328,9	119	73,0		0,6 %

Jako míru heterogenity vezmeme relativní směrodatnou odchylku "mezi vzorky", tj. 0,7 %. Závěrem lze konstatovat: Z výsledků příkladu je patrné, že je splněna nerovnost /4/, totiž $0,7 < 4,8 < 10,6$ a tedy RV může sloužit jako analytický standard na obsah železa.

Literatura

- /1/ Ingamels C.O., Switzer P.: A proposed sampling constant for use in geochemical analysis. *Talanta* 20, 547-568 1973
- /2/ Ingamels C.O.: New approaches to geochemical analysis and sampling. *Talanta* 21, 141 - 155 1974
- /3/ Ostroumov G.V. /red/ : Metodické osnovy issledovaniya chimičeskovo sostava gornych porod, rud i miněralov. NĚDRA, Moskva 1979.
- /4/ Dempír J.: Naučnyje osnovy razrabotki i primeněniya standartov gornych porod i miněralno syrja. Nепublikovaná zpráva ÚNS ev.č. 2171, Kutná Hora 1978.

Josef Dempír, Ústav nerostných surovin, Kutná Hora: Význam vzorkovací konstanty při stopové analýze.

Vzorkovací konstanta, zavedená do praxe Ingamelsem, umožňuje posoudit vliv nehomogenního rozložení stopových prvků v analyzovaném materiálu na správnost výsledků analýzy. V článku je pojem vzorkovací konstanty osvětlen nejprve na modelovém vzorku, obsahujícím 0,78 ppm kassiteritu. Jako příklad je vypočtena vzorkovací konstanta pro oxid železitý v referenčním vzorku sklářského písku SpS ze Střelče.

1. Úvod

Analytické výsledky, získané rozbořem geologických materiálů, vykazují rozptyl $/s^2/$, na němž se podílí rozptyl analytické metody $/s_{\text{an}}^2/$ a rozptyl, způsobený heterogenním rozložením stanovované složky v jednotlivých navážkách, které se berou k analýze $/s_{\text{het}}^2/$. Podle zákona o sčítání rozptylu platí:

$$s^2 = s_{\text{an}}^2 + s_{\text{het}}^2 \quad /1/$$

Při stanovování makrosložek a při běžně používaných navážkách kolem 1 g vzorku je $s_{\text{het}} \ll s_{\text{an}}$, takže rozptyl výsledků je dán v podstatě jenom rozptylem analytické metody $s^2 \approx s_{\text{an}}^2$. Vliv s_{het} by se mohl ovšem projevit i u makrosložek, pokud by navážka vzorku k analýze byla příliš malá, např. řádově v mg.

Jiná situace nastává při stanovování mikrosložek. Z praxe je známo, že rozptyl výsledků dosahuje hodnot, které nelze vysvětlit pouze analytickými chybami. Jako příklad lze uvést stanovení obsahu niklu v čsl. standardním vzorku kaolinu KK, kde byly ve 12 laboratořích nalezeny jako průměr čtyř paralelních stanovení následující výsledky:

$$2,95 \quad 3,7 \quad 4,0 \quad 6,8 \quad 7,0 \quad 7,0 \quad 10 \quad 10 \quad 11 \quad 13 \quad 43 \quad 60 \text{ ppm Ni.}$$

Je zřejmé, že tak velké rozdíly ve výsledcích nelze vysvětlit pouze analytickými chybami a vzniká podezření na nehomogenní rozdělení niklu ve vzorku.

Všimneme si nyní vlastností s_{an} a s_{het} , které vyjádříme ve formě relativních směrodatných odchylek v_{an} a v_{het} podle vztahů:

$$v_{\text{an}} = s_{\text{an}} \cdot 100 / \bar{x} \quad /2/$$

$$v_{\text{het}} = s_{\text{het}} \cdot 100 / \bar{x} \quad /3/$$

kde \bar{x} je průměrný obsah stanovované složky.

Velikost v_{an} je nepřímo úměrná obsahu stanovované složky. U makrosložek dosahuje hodnot kolem 1 %, u mikrosložek může mít velikost až několik desítek %. Podle praxe, zavedené při výrobě standardních vzorků hornin a nerostných surovin, se za maximálně přípustné v_{an} považuje 30% při sériových rozbořech a méně než 10% při rozbořech standardních vzorků.

Velikost v_{het} je nepřímo úměrná navážce vzorku, což analytici znají z praxe. U materiálů s velkou heterogenitou stanovované složky je třeba brát do práce navážky až několik set gramů, aby bylo dosaženo srovnatelných výsledků. S takovými případy se setkáváme při stanovení stopových obsahů zlata, cínu, elementární rtuti, kovového železa apod. Velikost navážky v těchto případech musí být taková, aby byla splněna nerovnost $v_{\text{het}} < v_{\text{an}}$. V opačném případě by byl celkový rozptyl výsledků určen především heterogenitou složky a analýza by neměla smyslu.

2. Heterogenita vzorku v závislosti na velikosti navážky počítané za předpokladu Poissonova rozdělení částic.

V tomto odstavci bude ukázáno, jak vzrůstá heterogenita složky se zmenšující se navážkou. Předpokládáme, že máme 10 kg vzorku, v němž je rozptýleno 10000 kuliček kassiteritu SnO_2 o stejném průměru 0,06 mm. Je-li specifická hmotnost kassiteritu $6,9 \text{ g.cm}^{-3}$, pak hmotnost jedné kuličky kassiteritu je $\frac{4}{3} \pi \cdot 0,003^3 \cdot 6,9 = 7,8 \cdot 10^{-7} \text{ g}$. Obsah kassiteritu v celém 10 kg vzorku je

$$7,8 \cdot 10^{-7} \cdot 10000 \cdot 100 / 10000 = 7,8 \cdot 10^{-5} \% = 0,78 \text{ ppm SnO}_2.$$

Nyní odebereme vždy 10 vzorků následujících hmotností: 100 g, 50 g, 20 g, 10 g, 5 g a 1 g a budeme sledovat, kolik kuliček kassiteritu se dostane do jednotlivých navážek. Všeobecně se uvádí, že počty kuliček se budou řídit Poissonovým zákonem rozdělení. Toto rozdělení je charakterizováno jediným parametrem λ , pro který platí: $\lambda \approx \bar{x} \approx s^2$ /4/

Rozdělení kuliček musí tedy být takové, aby byla splněna rovnice /4/ a aby se počty kuliček pohybovaly v mezích spolehlivosti L pro parametr λ . Příklad možného uspořádání je uveden v tab. 1, kde L je vzato pro pravděpodobnost 90% ze statistických tabulek 1/.

Tab. 1 : Počty kuliček kassiteritu v navážkách 1 - 100g

Nav./g/	λ	L	Počty kuliček	\bar{x}	λ^2
100	100	84-118	84 90 95 98 100 101 103 106 111 118	100,6	96,9
50	50	39- 63	39 43 46 49 50 51 53 55 58 63	50,7	50,0
20	20	13- 29	13 16 18 19 20 20 20 25 22 29	20,2	20,0
10	10	5- 17	5 8 9 10 10 10 11 11 14 17	10,5	10,5
5	5	2- 10	2 3 4 4 5 5 6 7 8 10	5,4	5,8
1	1	0- 3	0 0 0 1 1 1 1 2 2 3	1,1	1,0

Z údajů v tab 1 vypočteme obsahy kassiteritu v ppm. Tyto hodnoty včetně průměru \bar{x} , směrodatné odchylky s_{het} , relativní směrodatné odchylky v_{het} a součinu $v_{\text{het}}^2 \cdot w$ je navážka vzorku/, který budeme potřebovat při pojednání o vzorkovací konstantě, jsou v tab. 2.

Tab. 2 : Obsahy kassiteritu v navážkách 1-100 g a některé statistické parametry

Nav.	SnO_2 , ppm									
100	0,65	0,70	0,74	0,76	0,78	0,78	0,80	0,82	0,86	0,91
50	0,60	0,66	0,71	0,75	0,77	0,78	0,82	0,85	0,89	0,97
20	0,50	0,62	0,70	0,73	0,77	0,77	0,77	0,85	0,97	1,12
10	0,37	0,59	0,67	0,74	0,74	0,74	0,82	0,82	1,04	1,26
5	0,29	0,43	0,58	0,58	0,72	0,72	0,87	1,01	1,16	1,44
1	0,00	0,00	0,00	0,71	0,71	0,71	0,71	1,42	1,42	2,13

Tab. 2 : Pokračování

Nav.	\bar{x}	s_{het}	v_{het}	$v_{\text{het}}^2 \cdot w$
100	0,78	0,075	9,6	9241
50	0,78	0,109	14,0	9807
20	0,78	0,173	22,2	9856
10	0,78	0,241	30,9	9563
5	0,78	0,348	44,6	9961
1	0,78	0,706	90,4	8172

Z údajů tabulky 2 je patrné, že v_{het} je tím větší, čím je navážka vzorku menší. Přijmeme-li hranici 30% jako maximálně přípustnou pro kvantitativní stanovení stopového prvku, potom zcela neupotřebitelné by byly výsledky stanovení obsahu SnO_2 z navážek 10 g a menších, protože zde již vliv samotné heterogenity dosahuje více než 30%, při čemž vůbec nepočítáme s chybou analytické metody. Existuje tedy zřejmě určitá minimální navážka, kterou nelze podkročit, aby výsledky byly správné. Výpočet této navážky je možný pomocí vzorkovací konstanty.

3. Vzorkovací konstanta

Pojem vzorkovací konstanty zavedl do geochemické praxe Ingamels a spolu pracovníci ^{2,3/}. Podle těchto autorů je součin druhé mocniny relativní směrodatné odchylky v_{het}^2 a navážky vzorku w gramů konstantní, roven vzorkovací konstantě K_S . $K_S = v_{\text{het}}^2 \cdot w$ /5/

Toto je důležitý experimentální nález, umožňující kvantitativní vyjádření vlivu navážky na heterogenitu stanovené složky ve vzorku, jak plyne z rovnice /5/ $v_{\text{het}} = \sqrt{K_S / w}$ /5 a/

Konstantnost součinu $v_{\text{het}}^2 \cdot w$ ukazují též data v posledním sloupci tabulky 2.

Z rovnice /5/ a /5a/ vyplývá:

K_S má rozměr hmotnosti. Je to taková navážka vzorku v gramech, kterou je třeba vzít do práce, aby v_{het} byla rovna 1%. Je-li heterogenita vzorku velká, dosahuje K_S velkých hodnot, např. 2000 g. Naopak u vzorků s vysokým stupněm homogenity složek, je K_S malá, např. 0,05 g.

Dalším poznatkem, plynoucím z rovnice /5a/ je, že relativní směrodatná odchylka v_{het} je nepřímo úměrná druhé odmocnině z navážky.

Je tedy znalost K_S velmi užitečná zejména při provádění analýz stopových prvků. Někteří výrobci standardních vzorků hornin a nerostných surovin udávají K_S spolu s atestovaným obsahem stopového prvku. Bohužel je stanovení K_S obtížné, protože je potřeba znát v_{het} , tedy veličinu, která není přímo přístupná měření, ale musí se vypočíst podle následujícího postupu:

Analýzujeme n navážek vzorku o stejné hmotnosti w gramů na obsah složky, jejíž heterogenitu chceme vyjádřit pomocí K_S .

Dosažené výsledky vykazují rozptýl s^2 , který v sobě zahrnuje s_{het}^2 a s_{an}^2 . Velikost s_{het} , potřebnou pro výpočet K_S , určíme tak, že analyzujeme zcela homogenní materiál nebo syntetický vzorek, čímž zjistíme s_{an}^2 a dosadíme do vzorce /1/.

Postup při určování K_S je ukázán na praktickém příkladě výpočtu vzorkovací konstanty pro oxid železitý ve standardním vzorku sklářského písku SpS.

a/ Bylo vzato 10 navážek sklářského písku SpS o hmotnosti 1,000 g s atestovaným obsahem $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,0375\%$. Vzorky byly rozloženy směsí kyselin fluorovodíkové a sírové a nerozložený zbytek byl vytaven s KHSO_4 . Obsah Fe_2O_3 byla stanovena spektrofotometricky s 2,2-dipyridylem. Dosazené výsledky jsou uvedeny v tab. 3, z nich byl vypočten celkový rozptyl s^2 ve smyslu rovnice /1/.

b/ Současně bylo vzato 10 navážek o hmotnosti 1,000 g rafinovaného křemene z lokality Švedlár, který obsahoval asi 5,5 ppm Fe_2O_3 , tedy zanedbatelný obsah vůči Fe_2O_3 ve sklářském písku SpS. Přísadou roztoku Mohrovy soli byl v těchto navážkách zvýšen obsah Fe_2O_3 na hodnotu 0,0375%. Vzorky byly zpracovány stejným postupem jako u sklářského písku a stanovena obsah Fe_2O_3 . Výsledky jsou uvedeny v tab. 3. Jelikož přísada roztoku Mohrovy soli vymýtila vliv heterogenity Fe_2O_3 , mohl být ze získaných výsledků vypočten rozptyl analytické metody.

Tab. 3 : Obsah Fe_2O_3 ve sklářském písku SpS a v rafinovaném křemenu po úpravě

Číslo	% Fe_2O_3	
	Skł,písek	raf. křemen
1	0,0368	0,0359
2	0,0376	0,0374
3	0,0375	0,0371
4	0,0375	0,0368
5	0,0379	0,0365
6	0,0356	0,0361
7	0,0348	0,0377
8	0,0354	0,0357
9	0,0372	0,0377
10	0,0375	0,0369
n=10	$\bar{x} = 0,0368$	$\bar{x} = 0,0368$
	$s^2 = 1,21 \cdot 10^{-6}$	$s^2 = 0,52 \cdot 10^{-6}$
		an

Z dat tabulky 3 vypočteme následující údaje:

$$s_{\text{het}}^2 = 1,21 \cdot 10^{-6} - 0,52 \cdot 10^{-6} = 6,9 \cdot 10^{-7}$$

$$s_{\text{het}} = 8,31 \cdot 10^{-4}$$

$$v_{\text{het}} = 8,31 \cdot 10^{-4} / 0,0368 = 2,2572 \%$$

$$v_{\text{het}}^2 = 5,0951 = 5,1$$

$$K_s = v_{\text{het}}^2 \cdot w = 5,1 \cdot 1 = 5,1 \text{ g}$$

K analytickému rozboru sklářského písku SpS je třeba vzít 5,1 g vzorku, má-li být vliv heterogenity Fe_2O_3 menší, než 1%.

Ze známé hodnoty $K_s = 5,1$ g můžeme vypočíst v_{het} v závislosti na velikosti navážky w. S použitím rovnice /5a/ dostaneme hodnoty, uvedené v tab. 4.

Tab. 4 : Závislost v_{het} na navážce sklářského písku w

w /g/	50	10	5	1	0,5	0,1	0,05	0,01	0,005
$v_{\text{het}} \%$	0,3	0,7	1,0	2,3	3,2	7,1	10,1	22,6	31,9

Z těchto dat lze vidět, že ke stanovení Fe_2O_3 ve vzorku sklářského písku SpS nelze použít miligramových navážek. Např. při navážce 10 mg obnáší $v_{\text{het}} 22,6 \%$, což již vážně ohrožuje správnost stanovení.

Závěr

V článku je posouzen vliv velikosti navážky na správnost stanovení především stopových obsahů prvků. Jsou uvedeny vztahy pro výpočet vzorkovací konstanty podle návrhu Ingamelse. Je vypočtena vzorkovací konstanta pro Fe_2O_3 ve standardním vzorku sklářského písku SpS.

Literatura:

- /1/ Likeš J., Laga J. : Základní statistické tabulky, SNTL Praha 1978.
- /2/ Ingamels C.O., Switzer P.A.: A proposed sampling constant for use in geochemical analysis, Talanta 20, 547 /1973/.
- /3/ Ingamels C.O.: New approaches to geochemical analysis and sampling, Talanta 21, 141 /1974/.

ZPRÁVY

Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů v Praze nabízí k odprodeji následující spektrálně čisté standardy drahých kovů a jejich komplexních sloučenin :

název	množství (g)	výrobce
rhodium práškové	9,50	Johnson, Matthey and Co. Ltd. 73/83 Hatton Gd., London, E.C.I.
iridium práškové	11,62	- " -
rhutenium práškové	11,80	- " -
palladium práškové	9,30	- " -
platina prášková	7,45	- " -
zlato - tyčka	5,96	- " -
stříbro - tyčka	40,46	- " -
amonium chlorrhodit	20,00	- " -
amonium chlorosmát	5,00	- " -
amonium aquachlorrhutenit	5,00	- " -
amonium chloriridit	4,70	- " -

Zájemci se mohou obrátit přímo na Ing.Vratislava Svobodu, CSc ved.odd.fyzikální chemie, ÚVVVR, Radiová 1, 102 27 Praha 10 - Hostivař (telefon 702612/linka 366).

Upozorňujeme zájemce, že v Ústředním ústavu geologickém se připravuje do tisku laboratorní příručka "Metody chemické analýzy nerostných surovin" (B.Weiss a kolektiv). Třetina objemu této monografie je věnována spektroskopickým metodám. Zájemci nechť se hlásí u Dr.Weisse, Ústřední ústav geologický, Praha (telefon 590 524)

Erratum :

V 39. čísle Bulletinu na str. 24 má být v odstavci "Podle povahy měřeného spektra rozlišujeme :"

správné znění následujících odstavců:

optickou spektroskopii /OS/, vybuzení, měření a interpretaci elektromagnetického spektra vlnových délek ultrafialové, viditelné a infračervené oblasti v rozsahu asi od 10 nm do 10⁶ nm, příslušející excitaci valenčních elektronů atomů a molekul a vibracím a rotacím molekul;

rentgenovou spektroskopii /XRS/, vybuzení, měření a interpretaci elektromagnetického spektra vlnových délek v rentgenové oblasti v rozsahu asi od 10⁻² do 10 nm; .

Za chybu vzniklou při přepisování textu se redakce omlouvá čtenářům i autorce překladu Dr. Špačkové.

Vydává Československá spektroskopická společnost při ČSAV

adresa sekretariátu : 160 00 Praha 6, Kozlovská 1

za ČSSS zodpovídá Dr.M.Fara, CSc

Redakce P.Vampolová. Redakční uzávěrka březen 1984

Pouze pro vnitřní potřebu.