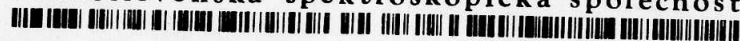


Československá spektroskopická společnost



# Bulletin

Čs. spektroskopická společnost  
při ČSAV

160 00 PRAHA 6, Kozlovská

317  
**60**  
**1990**

Bulletin  
Čs. spektroskopické společnosti

Číslo 60	červen 1990
Obsah	str.
Zprávy ze Společnosti	4
Sekce optické atomové spektroskopie :	9
3.seminář o ICP (26.-30.3.1990)	13
Kurs AAS (21.-25.5.1990)	
Sekce molekulové spektroskopie :	
OS vibrační spektroskopie	14
Kurs měření vibračních spekter	
OS spektroskopie pevného stavu	
Doc.Fidler : Časově rozlišená optická spektroskopie v Japonsku	15
E.I.Zinin : Použití synchrotronového záření pro časově rozlišenou spektroskopii	15
I.Lukeš, V.Cháb : Modifikace povrchu křemíku laserem	16
OS magnetické rezonanční spektroskopie	16
17.EPR seminář	
Sekce speciálních spektroskopických metod :	
OS elektronové a iontové spektroskopie	18
J.Král : Iontové odprašování pevných látek	
OS rentgenové spektrometrie	19
Technické novinky v rtg fluorescenční analýze	
OS hmotnostní spektrometrie	19
Malé stolní hmotnostní spektrometry	
OS instrumentálních radioanalytických metod	19
Konference IAA 90	
OS Mössbauerovy spektroskopie	20
pracovní schůze	
Akreditace laboratoří	21
úvodní informace	
J.Toman : Atomová emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem - ICP-AES :	32
Současný stav a perspektivy	40
Soutěž mladých spektroskopiků	43
Informace	

## BULLETIN OF THE CZECHOSLOVAK SPECTROSCOPIC SOCIETY, NO 60/1990

Briefly from the content	page
THE SOCIETY LIFE	4
Referring on financial budget. 9th Cs.Spectroscopic Conference - České Budějovice June 1992 is approaching. New organizing committee of the Optical Atomic Spectroscopy Section set up. Prof.Plško appointed the Society representative to the XI.CANAS/Moscow. Seminar on the use of spectroscopic methods in environment studies has got the green light. The Society Committee has met for the 49th time.	
PERSONAL	6
Prof.M.Matherny - We congratulate to his 60th birthday.	
Ing.P.Trška - member of the Society Committee died at the age of 54.	
Ing.K.Kuboň - one of the outstanding czech spectro- scopists died at the age of 57.	
SOCIETY ACTIVITIES	
Optical Atomic Spectroscopy	
- 3rd Seminar on ICP and Developments in Atomic Spectro- scopy (26.-30.3.1990, 75 participants incl. 22 from abroad /10 countries/, 19 lectures, 17 short communications, 17 posters; proceedings available)	9
-Course of lectures on AAS (21.-25.5.1990, 68 participants, 6 lectors, introduc- tion to the theory and practice of AAS, AAS-ETA, hydride technique, methodology, interferences, applica- tions; incl. OES-ICP and related methods)	13
Molecular Spectroscopy	
-Training Course on the Measuring of Vibrational Spectra (15.-19.1.1990, 29 participants; lectures and laboratory practice using instrumentation and software of Carl Zeiss, Jena, Perkin-Elmer, Philips Scientific UK, Jobin Yvon, JEOL; extra lecture and practice on water analysis by UV/VIS spectroscopy)	14
- Meeting of the Solid State Spectroscopy Group (lecture : Time Resolved Optical Spectroscopy in Japan by V.Fidler; czech abstract)	15
-Meeting of the Magnetic Resonance Spectroscopy Group 17th EPR Seminar (23.-25.5.1990, 18 lectures; list of lectures)	16

Special Spectroscopic Methods	
-Meeting of the Electrone and Ion Spectroscopy Group (lecture : Ion Sputtering of Solids by J.Král; czech abstract)	18
-X-ray Spectroscopy Group Seminar on News in X-ray Fluorescence Analysis (29.3.1990; lecturer : Dr.G.T.J.Kuipéres, Philips, NL; 45 participants; next seminar to be held in autumn 1990)	19
-Mass Spectroscopy Group Seminar on desk-to MS spectrometers (6.2.1990, 48 participants; lecturers: J.Wellby, Finnigan MAT, B.Máca, CS, J.Novák, CS; demonstra- tion of GC/MS system INCOS 50 MAT/Finnigan)	19
-Instrumental Radioanalytical Methods Group Conference on Radioanalytical Techniques (28.-31.5.1990, 29 participants, 15 lectures; abstracts available)	19
-Mössbauer Spectroscopy Group Meeting with 4 lectures (21.6.1990, 17 participants; authors: J.Sitek, M.Migli- erini, M.Seberíni, I.Turek, V.Horský; proposal for 1991, International Seminar on Mössbauer Spectroscopy in Material Research or alternatively: Mössbauer Spectro- scopy and Magnetism)	20
AUTHORIZATION OF ANALYTICAL LABORATORIES general information by J.Mráz	21
ATOMIC EMISSION SPECTROSCOPY WITH INDUCTIVELY COUPLED PLASMA : Present State and Future (J.Toman)	32
PRIZE WINNERS OF THE YOUNG SPECTROSCOPISTS CONTEST 1990 (czech/slovak abstracts of winner's papers by Ivan Jirka, Vladimír Anděra and M.Miglierini)	40
CONFERENCE AND SEMINARS	43
SOCIETY PUBLICATIONS	44
INFORMATION	44

## ZPRÁVY ZE SPOLEČNOSTI

V průběhu 1.pololetí 1990 se uskutečnilo celkem 8 schůzí předsednictva hlavního výboru. Z projednávané agendy dále uvádíme nejzávažnější body.

- Na základě rozboru finanční situace Společnosti a rozhodnutí hlavního výboru v r. 1989 (viz Bull. 59/1989) o úsporném hospodaření byly projednávány jednotlivé položky finančního plánu, především ediční činnost a způsob kalkulace odborných akcí. Vydávání monotematických sborníků bude financováno z rozpočtu akcí; s redaktorem Společnosti Dr.M.Farou bude projednáváno sestavení redakční rady konkrétního sborníku a redakční rada bude zodpovědná za obsah i formu sborníku. Součástí úsporného finančního režimu bude i zasílání Bulletinu Společnosti pouze reprezentantům kolektivních členů, individuálním členům, členům hlavního výboru a čestným členům. Ostatní členové co dosavadní odběratelé si mohou Bulletin objednat za režijní cenu. Rozpočty na akce musí být předem schváleny hospodářkou Společnosti Ing.D.Kolihovou, která poskytne metodickou pomoc k vytvoření aktivního rozpočtu akce.
- Bylo rozhodnuto uspořádat 9.čs.spektroskopickou konferenci ve dnech 22. - 26.6.1992 v Českých Budějovicích. Za předsedu organizačního výboru zvolilo předsednictvo hlavního výboru Dr.M.Faru a za předsedu programového výboru Ing.K.Volku. Místo konání konference bylo vybráno nikoliv jen s ohledem na určitou tradici, ale zejména pro výhody organizačního zázemí, jež by měly ulehčit rozpočtu konference.
- Předsednictvo hlavního výboru souhlasilo s návrhem vedoucího sekce optické atomové spektroskopie Dr.J.Musila, aby činnost sekce spolu s ním řídil organizační výbor ve složení
 

Dr.J.Korečková, CSc, Ing.V.Streško, CSc	- AAS
Dr.J.Kubová, CSc, Dr.J.Toman, CSc	- ICP
Ing.V.Chlan, CSc, Ing.Z.Kuboň, CSc	- automatická spektrometrie
- Předsednictvo hlavního výboru se zabývalo situací vědeckých společností, pracujících ve svazku Komise pro organizování vědeckých společností ČSAV (KOVŠ). Je pro setrvání Společnosti

při ČSAV, avšak bez administrativy KOVS. Dosavadní ekonomická samostatnost Společnosti dává předpoklady pro její zcela samostatné působení. Byla zahájena příprava návrhu nových stanov Společnosti. Dosavadní jednání nasvědčují, že lze očekávat zájem členů, aby v rámci ČSFR působila jediná spektroskopická společnost. Předsednictvo hlavního výboru pokládá za nejdůležitější do budoucna, aby jednotlivé odborné skupiny dokázaly udržet vysoký standard svých akcí a tím přispěly k integritě všech zájemců o danou oblast spektroskopie, ať teoretiků či praktiků.

- Po inventurní uzávěrce za rok 1989 byl navržen odprodej zbytků vydaných tiskovin za snížené ceny. Seznam je uveden na str. 44.
- Předsednictvo hlavního výboru schválilo Prof.E.Plška jako zástupce Společnosti na 9.CANAS v Moskvě a pověřilo ho tlumočit návrh, aby se příští konference CANAS konala v ČSFR v r. 1992 spolu s 9.čs.spektroskopickou konferencí.
- Ing.Petr Krňák, CSc byl pověřen organizací tematického zájezdu do Bergenu/Norsko na XXVII.CSI v r. 1991. Ing.Hulínský k tomu vede jednání k zajištění dopravy.
- Upozornění pořadatelům akcí : Vzhledem k tomu, že plán odborné činnosti schvaluje hlavní výbor Společnosti na doporučení předsednictva, je nutné každou změnu v pořádání vícedenních akcí předložit k projednání předsednictvu. (Finanční ztráty nebude možné krýt nadále z rozpočtu Společnosti.)
- Předsednictvo připravilo program schůze hlavního výboru Společnosti, svolané na 18.6.1990.
- Dr.Musil navrhl uspořádat seminář o využití spektroskopických metod při sledování životního prostředí na podzim 1991. Na organizaci semináře by se měly podílet především atomová a molekulová sekce Společnosti.

49.schůze hlavního výboru čs.spektroskopické společnosti se konala dne 18.června 1990 od 10 hod. ve velké zasedací síni VŠCHT a řídil ji Ing.V.Streško.

Ing.Čížek informoval o plánované konferenci Ekoanalytika, která je pořádána ve spolupráci se Společností.

Dr.Mráz předal plaketu Jana Marca Marci Doc.Eckertové a vítězům soutěže mladých spektroskopiků odevzdal ceny.

Zprávu o činnosti sekcí přednesli jednotliví vedoucí.

V roce 1991 se plánuje Konference atomové spektroskopie, Seminář řízení analyt.techniky a počítačové zpracování dat, Kurs ICP spektrometrie, schůze na téma : Zkušenosti s jednoúčelovým spektrometrem IMA-254, seminář ve spolupráci s molekulo-ovou sekcí Analytika olejů - tribodiagnostika.

Komise pro spektroskopické metody monitorování životního prostředí uspořádá 7.seminář. Komise pro standardy a referenční materiály uspořádá seminář o využití, přípravě a významu RM v analytické chemii.

Ing.Doležal (přístrojová komise) byl požádán, aby komise připravila přehled, jaká bude situace se zajištěním servisu firmy Zeiss.

Ing.Püschel upozornil, že řada pracovišť, která provozují analytiku životního prostředí, pracuje na velmi nízké úrovni. Bylo by nutné tato pracoviště zapojit do práce ve Společnosti. Ing.Streško navrhl, aby předsednictvo připravilo návrh, jak tato pracoviště zapojit.

Ve zprávě o hospodaření uvedla Ing.Kolihová, že se uvažuje o poskytnutí členství jednotlivcům a firmám ze zahraničí. Firmám bude nabídnuta možnost inzerce v Bulletinu. Také se navrhuje pořádat kursy a semináře pro zahraniční účastníky. Znovu upozornila, že rozpočet vícedenních akcí musí být plánován s aktivem.

Dr.Mráz referoval o zasedání Rady vědeckých společností (dříve KOVS). V jejím čele je devítičlenné předsednictvo (odd. věd o živé přírodě a chemických věd zastupuje prof.Pick, prof. Hrazdíra a akademik Hejný).

Dr.Ryska přednesl návrh úpravy stanov. Dosavadní uznávaly podřízenost k ČSAV. Podle nového návrhu je Společnost právně samostatný subjekt, volně přidružený k ČSAV a působí na celém území České a Slovenské republiky. Návrh byl schválen.

Tematický zájezd na CSI do Bergenu : Sportturist a Slovoturist nemají o pořádání zájezdu zájem. Čedok a Rekrea účtují za den 1200 Kčs. Uvažuje se o použití autobusu Slavoje Praha. Ing.Krňák napíše pro všechny členy informaci o zájezdu. V případě realizování zájezdu bude od účastníků vybírána záloha, aby bylo z čeho krýt případné storno.

Hlavní výbor schválil návrh předsednictva a do vedení atomové sekce kooptoval Dr.Korečkovou, která povede obor AAS za Dr.Sychru, který z pracovních důvodů odstoupil.

Dr.Holík oznámil, že odborná skupina NMR by chtěla vydávat odborný časopis společně s Teslou Brno. Dále upozornil, že v Maďarsku bude pořádána mezinárodní konference o NMR. V případě, že Společnost má být spolupořadatelem, je nutné předložit program a rozpočet ke schválení předsednictvu.

Předsednictvo hlavního výboru Československé spektroskopické společnosti blahopřeje

prof.Ing.Mikuláši Mathernymu, DrSc

k jeho významnému životnímu jubileu a při této příležitosti mu děkuje za dlouholetou aktivní práci pro československou spektroskopii.

Prof.M.Matherny po dlouhá léta pracoval jako člen hlavního výboru Čs.spektroskopické společnosti a svým odborným i pedagogickým působením výrazně ovlivňoval rozvoj řady spektroskopických metod, zejména v oblasti analýzy nevodivých materiálů. V rámci své organizační činnosti připravil řadu významných konferencí a seminářů, většinou s mezinárodní účastí.

Za Petrem Trškou

Ing.Petr Trška, CSc, přední odborník v oboru NMR spektroskopie, zemřel za tragických okolností dne 25.8.1990 ve věku nedožitých 54 let. Celý život zasvětil odborné práci, ve které vynikal nad svými kolegy a vrstevníky. Zvlášť významné bylo jeho skutečné zaujetí pro zvolenou vědní disciplínu, nevšední píle a maximální nasazení, s nimiž k ní vždy přistupoval. Jsem přesvědčen, že všichni, kteří ho znali pracovní i lidsky, si uvědomují ztrátu, kterou jeho odchod pro NMR spektroskopii a odbornou veřejnost znamená.

Petr Trška se narodil 10.11.1936 v Pozorci u Teplic, maturoval na gymnaziu v Sokolově 1954, studoval na VŠCHT v Praze, kterou v roce 1959 ukončil s červeným diplomem. Po promoci zůstal na katedře organické chemie jako asistent a později odborný asistent. V rámci pedagogické činnosti vedl semináře a přednášel vybrané kapitoly spektrálních metod v organické chemii. Během vědecké přípravy na katedře stále více inklinoval k fyzikálním metodám strukturní organické analýzy. Na základě výsledků jeho práce mu byla nabídnuta jednoroční stáž pracovištěm profesora Snatzkeho na univerzitě v Bonnu, kde se zabýval praktickými aplikacemi NMR spektroskopie v organické chemii. Po návratu ze stáže stál u zrodu oddělení NMR na VŠCHT. Zaujetí, odborné znalosti, všestranné nadání a organizační schopnosti byly důvodem, že oddělení NMR spektroskopie je v současné době jedním ze špičkových pracovišť školy a jeho odborný význam je uznáván v republice i v zahraničí. Po léta působil de facto jako vedoucí oddělení NMR, de jure byl jmenován do této funkce až v únoru 1990, kdy byl současně zvolen též ředitelem Centrálních laboratoří. Není nadsázkou, když konstatuji, že rozvoj NMR spektroskopie jako vědní disciplíny v našem státě je spojen s jeho jménem.

Petr Trška nebyl jen úzkým specialistou NMR spektroskopie, ale rovněž i organizátorem a odborným garantem řady symposií NMR konaných v republice, na které zval přední světové odborníky. Význam těchto symposií pro rozšíření NMR a její propagaci v naší odborné veřejnosti je nezapomenutelným odkazem jeho celoživotní odborné práce. Vysoká odborná erudice, hluboce lidský přístup a nezištně zaujetí pro práci byly důvodem, že byl zvolen Čs. spektroskopickou společností v roce 1977 jako její organizační tajemník. V této funkci se významnou měrou zasloužil o to, že se v ČSFR konala symposia, semináře a konference různých spektroskopických disciplín s širokou mezinárodní účastí. Jedním z nejvýznamnějších byl kongres CSI a ICAS konaný v roce 1977, kterého se zúčastnilo více než 1100 odborníků z celého světa.

Petr Trška byl vedle svých organizačních a odborných aktivit nesmírně činný i publikačně. Je autorem a spoluautorem řady skript, učebnic, patentů a původních vědeckých sdělení uveřejněných v našich i zahraničních časopisech. Kromě toho byl i vysoce erudovaný učitel studentů a kvalifikovaný odborný konzultant diplomantů a aspirantů. Bohužel, nepřízeň doby mu nedovolila, aby mohl samostatně odborně vychovat řadu žáků a pokračovatelů jeho oboru, tak jak by odpovídalo jeho invenčním a pedagogickým schopnostem.

Petr Trška byl typem ryzího odborníka nevnímajícího své okolí, byl to především nesmírně lidský kolega, přítel, který dovedl vždy poradit, pomoci a též povzbudit každého, kdo se na něj obrátil nejen s odbornými, ale i s lidskými problémy. Byl to člověk takových lidských a odborných kvalit, kterých je v naší společnosti málo a na které se proto nikdy nezapomíná.

S vděčností a láskou vzpomínáme.

RNDr. Vladislav Kubelka, CSc

Předsednictvo hlavního výboru Čs. spektroskopické společnosti přijalo s hlubokým zármutkem zprávu, že dne 19. února 1990 zemřel ve věku 57 let

Ing. Karel Kuboň

bývalý zaměstnanec NHKG Ostrava-Kunčice a dlouholetý vedoucí OS automatické spektroskopie Čs. spektroskopické společnosti.

Čest jeho památce.

## SEKCE OPTICKÉ ATOMOVÉ SPEKTROSKOPIE

3. seminár o ICP a vývojových trendoch v atómovej spektroskopii - Smolenice, 26. - 30.3.1990 (spoluporiadateľ Geologický ústav PrF UK v Bratislave a Fyzikálny ústav SAV Bratislava).

3. seminár o ICP a vývojových trendoch v atómovej spektroskopii bol venovaný 60. narodeninám Prof. Ing. Eduarda Plášku, DrSc. Zorganizované odborné podujatie zaoberajúce sa problematikou ICP bolo pokračovaním predošlých seminárov o ICP (1. seminár v r. 1986 - Rychňava pri Banskej Štiavnici, 2. seminár v r. 1988 - Stará Turá). Vzhľadom na širokú vedeckú činnosť jubilanta programová náplň 3. seminára o ICP zahŕňovala i ďalšie nové smery v oblasti atómovej spektroskopie.

Na seminári bolo prítomných 75 odborníkov, z toho 53 z ČSFR a 22 zo zahraničia (z 10 štátov). Bolo prezentovaných 53 odborných vystúpení (19 prednášok, 17 referátov a 17 posterov). Zástupcovia troch zahraničných firiem (Perkin-Elmer, Spectro a ARL) okrem odborných vystúpení poskytli užívateľom, resp. záujemcom aj potrebné údaje o vyrábaných prístrojoch.

Úvod seminára patril zhodnoteniu vedecko-výskumnej, pedagogickej a organizátorskej práce Prof. Plášku a jeho prínosu pre rozvoj čs. spektroskopie a reprezentácii čs. vedy v zahraničí. Odborný program obsahoval jednak vyžiadané prednášky, ktoré boli venované prehľadnému spracovaniu vymedzenej oblasti atómovej spektroskopie (Prof. Laqua-NSR, Prof. Rautschke-NDR, Prof. Gomišček-Juhoslávia) a jednak prednáškam a referátom, ktoré zahŕňovali viaceré tematické okruhy: kombinácia OES-ICP s inými technikami odparenia vzoriek; využitie Marinkovičovho oblúka; stanovenie prvkov vzácných zemín a platinových kovov; problematika analýz organických rozpúšťadiel; priama analýza pevných vzoriek a suspenzií; hodnotenie pracovných postupov atómovej spektroskopie.

Sekcia posterov bola venovaná praktickým aplikáciám spektrometrie s ICP, atómovej absorpčnej spektrometrie plameňovej a elektrotermickej na analýzu rôznych typov vzoriek.

K úspešnému priebehu prispelo i príjemné prostredie Domova vedeckých pracovníkov SAV a spoločenské podujatia, ktoré umožnili neformálne diskusie a získanie ďalších osobných kontaktov účastníkov seminára.

Na záver seminára Dr. I. Rubeška (predseda hodnotiacej komisie seminára) predniesol hodnotiacu správu, v ktorej mimo iného povedal :

"... Odborné prednášky domácich účastníkov z oblasti atómovej spektrometrie preukázali vzrastajúcu tendenciu, čo jasne vyplynulo z konfrontácie s prednáškami uznávaných zahraničných odborníkov...", "... Organizátorom sa podarilo akciu zaistiť dokonale, zvlášť je nutné vyzdvihnúť, že odborný program prakticky odoznel tak, ako bol avizovaný a za to je potrebné im blaho-priať a vyjadriť uznanie."

Poznámka redakcie :

Pro účastníky seminára byl vydán sborník abstrakt. Jelikož tématika příspěvků byla značně široká a zahrnovala nejrozličnější analytické aplikace, uvádíme dále seznam přednášek a posterů. V případě konkrétního zájmu zprostředkuje sekretariát Společnosti kontakt s autorem.

- Rautschke R. (GDR) : Probleme der Spurenanalytik
- Laqua K. (FRG) : Glow discharges - versatile excitation sources for optical multielement spectral analysis of solids
- Gomišček S. (YU), Streško V. (CS) and Veber M. (YU) : Preconcentration methods in atomic spectroscopy
- Matherny M. (CS) : Origination and development of atomic spectrochemistry in Slovakia
- Matousek J.P. (AUS) and Mermet J.M. (F) : Electrothermal volatilization for inductively coupled plasma
- Slickers K.A. (FRG) : The spectroflame - ICP + spark ablation system LISA
- Hudnik V. and Budič B. (YU) : Application of ICP atomic emission spectrometry in the analysis of various materials
- Krasnobaeva N. (BG) : Use of ICP-AES and LMA-AES for solving some analytical tasks
- Rubeška I. and Paukert T. (CS) : The determination of platinum group elements using fire-assaying with collection into NiS buttons
- Gogala A. (YU) : Can optical emission spectrometry be a self-standing tool in quality assurance ?
- Pavlovič B.V. and Marinkovič M.D. (YU) : Recent investigations of the U-shaped DCP source and its applications in spectrochemical analysis
- Koller L. (CS) : Excitation temperature radial distribution in the D.C. arc device by Marinkovič
- Eckschlager K. (CS) : Properties of spectral methods from the point of view of information theory
- Flórián K. (CS) : Limiting criteria in spectrography
- Kotrlý S. (CS) : Approaches to the margins of analytical information : limit of detection and limit of determination

- Kopecký J., Bernas M., Hozman J., Türk P. and Prokopová H. (CS) : Spectral plate evaluation by means of a semiconductor image sensor (CCD)
- Kanický V. and Toman J. (CS) : ICP-OES determination of rare earth elements in their ores and concentrates
- Paukert T., Rubeška I. and Weiss D. (CS) : Determination of REE by ICP OES after organic solvent extraction
- Martiny E., Medveď J. and Rojkovič I. (CS) : Problems of rare earth elements determination in the permian silicate rocks from the Western Carpathians by atomic spectroscopy methods
- Feriančík E. (CS) : Determination of rare-earth elements by AES ICP in the presence of barite
- Pliešovská A. and Šoltés P. (CS) : Correlation study of internal standardization in ICP-AES
- Dočekal B. (CS) : Direct analysis of powdered materials by ICP-OES suspension sampling technique
- Musil J. (CS) : Direct analysis of the "difficult" biological samples by means of ICP AES
- Svatoš Z. (CS) : Determination of chromium in biological materials by methods of atomic spectroscopy - present situation, problems and perspectives
- Ríšová J., Hladký Z. and Fišera M. (CS) : Determination of some essential and trace elements in brain by ICP-OES and AAS methods
- Toman J. (CS) : ICP-OES in organic solvents
- Steffan I. and Vujicic G. (A) : Effect of ethanol on an ICP-discharge
- Fodor P. and Bertényi S. (H) : The limitations of sample introduction by illustration of grape-products analysis
- Grobenski Z. (FRG) : What did we learn in AAS from ICP and vice versa ?
- Dočekalová H., Dočekal D., Komárek J. and Novotný I. (CS) : "Chemical" modifiers for the determination of selenium by graphite furnace AAS
- Krakovská E. (CS) : Utilization of a Weta 82 tungsten atomizer for the determination of rare earth elements
- Nevoral V. (CS) : Determination of traces of vanadium in mineral waters
- Streško V. (CS), Veber M. and Gomišček S. (YU) : The determination of trace elements in waters by AAS after simple on-line preconcentration
- Sedykh E. (SU) : Application of ICP in the analysis of the geochemistry
- Budič B. and Hudnik V. (YU) : Matrix effects in an argon inductively coupled plasma
- Kliment V. (CS) : Interelement correction for boron determination in Fe and Co alloys by AE ICP spectrometry

- Košík M., Korpeľ Ľ. and Feriančík E. (CS) : Some problems at determination of rhenium by AES-ICP in geological samples
- Kirsch M. (CS) : Application of ICP-spectrometry for routine analyses of metal alloys
- Polakovičová J. and Kubová J. (CS) : Some problems of determination Ta, Nb, Hf and Zr in geological samples by ICP-OES

## Postery :

- Gürelí L., Albayrak S. and Uzmen R. (TR) : Determination of trace rare earth elements in nuclear fuels
- Rybárová Ž. (CS) : Situation in the research of rare earth elements according to the bibliographic data in the period 1981-1988
- Krňák P., Másílko R. and Průcha S. (CS) : Determination of some noble metals in waste waters using the Philips PV 8065 emission spectrometer
- Vinklerová E. and Luzar D. (CS) : Spectroflame - ICP and its utilization in the laboratories
- Gergely Š. (CS) : Chromium determination by the ICP-OES method using spectra accumulation technique
- Hlaváčková I. and Hlaváček I. (CS) : Utilization of ICP AES to analysis of titanium alloys and their master alloys
- Hlaváček I. and Hlaváčková I. (CS) : Determination of boron in boron-alloyed steels by ICP AES
- Helan V., Hečko Z. and Loskotová I. (CS) : Analyses of steel wires on optical emission spectrometers
- Sokolová B. (CS) : Direct determination of trace metals in hydrocracker feed by ICP-AFS methods
- Vida S., Flórián K. and Soláriková M. (CS) : Testing of the spectral line pairs for the analytical calibration of LMA steels
- Reitznerová E. (CS) : Determination of trace elements As, Bi, Pb, Sb, Sn in high quality copper by AAS method
- Holéczyová G. and Matherny M. (CS) : Matrix effects in the determination of Cd by the AAS-ETA methods
- Šplháček R. (CS) : Method development for determination of Pb, Zn, Cd and Cu in milk and dairy product with ETA AAS
- Fišera M., Hladký Z. and Ríšová J. (CS) : Determination of arsenic by ETA AAS and elimination of matrix effects
- Žemberyová M., Vačková M. and Smirnová L. (CS) : Electrothermal atomization of metal chelates for analytical application
- Havranová H. (CS) : Determination of sodium in new additive for unleaded gasoline by flame AAS
- Choudhury V. (IND) : The analysis of tungsten in tungsten ores by spectrophotometry, X-ray fluorescence and atomic absorption methods

## Kurs AAS 1990

Již potřetí se uskutečnil kurs atomové absorpční spektrometrie, tentokrát formou internátního soustředění ve školicím středisku v Janově nad Nisou ve dnech 21. - 25. května 1990. Osnova kursu, upravená podle zkušeností z předcházejících běhů, zahrnovala nejen problematiku atomové absorpční spektrometrie, ale i metod příbuzných a metody OES-ICP. Výuka byla rozdělena do 18 hodin přednášek, na něž navázalo celkem 12 hodin seminářů. Lektory byli prof. Plško, Dr. Dědina, Ing. Koliňová, Dr. Korečková, Dr. Fara a Dr. Musil, který také průběh kursu řídil.

Z průběhu diskusí v rámci seminářů se prokázalo, že kromě vlastního předmětu kursu pokládají frekventanti za aktuální i problematiku systémového přístupu k analytické chemii, problematiku metrologie a praxi přípravy vzorků k vlastnímu měření AAS.

Účastníci kursu, většinou mladí analytici s praxí do 5 let, uvítali i stručnou informaci o odborné literatuře z oblasti spektroskopie. Celkem se kursu zúčastnilo 68 frekventantů, což zcela naplnilo kapacitu školícího zařízení, mimochodem perfektně vybaveného. Zájem o kurs byl ovšem tak veliký, že pro druhou skupinu přihlášených bude uspořádán podzimní běh v listopadu 1990.



## SEKCE MOLEKULOVÉ SPEKTROSKOPIE

### OS vibrační spektroskopie

#### Kurs měření vibračních spekter 1990

Kurs se konal ve dnech 15.-19. ledna 1990 v budově chemických kateder PŘF UK a na Fyzikálním ústavě MFF UK v Praze. Kursu se zúčastnilo 29 frekventantů, kteří byli rozděleni do 4 skupin. Dopoledne probíhaly přednášky, odpoledne cvičení; pro skupinu "vodařů" byla zařazena přednáška o UV/VIS spektroskopii Dr. Ireny Němcové s následujícím demonstračním cvičením. 4. den kursu bylo fakultativní dělení na reflexní spektroskopii nebo spektrální analýzu vody, kterou přednášel Ing. Vavrouch.

Tradičně byla realizována anketa o zájmech účastníků a také hodnocení kursu. Přístrojově byl kurs zajištěn infračervenými spektrometry Specord M 80, Perkin-Elmer 684 + Data stanice 3600 II., FTIR - spektrometr PE 1760A, zapůjčený firmou Perkin Elmer z Vídně, dále data stanicí a Search programem, program EAGLE firmy Philips Scientific UK, Cambridge, zapůjčený jednak Ústavem anorganické chemie ČSAV, jednak Ing. Šmídkem, Léčiva Praha.

Ramanova spektroskopie byla demonstrována jednak na systému ve Fyzikálním ústavu MFF UK (Jobin Yvon), jednak na PŘFUK na přístroji JEOL JRS-S1.

### OS spektroskopie pevného stavu

uspořádala dne 24.1.1990 ve FzÚ ČSAV v Praze pracovní schůzi na téma Časově rozlišená optická spektroskopie v Japonsku, již se zúčastnilo 15 členů OS. Hlavním přednášejícím byl doc. Dr. V. Fidler, CSc z přírodovědecké fakulty UK, který svůj referát rozvrhl do tří částí: 1. Japonská květena a přístupy k vědě, 2. Některé zkušenosti z ústavu molekulárních věd (IMS) v Okazaki, 3. Metody optické spektroskopie s vysokým (ps, fs) časovým rozlišením na některých předních japonských pracovištích. Schůzi řídil vedoucí OS Dr. Jan Polecha, na jehož doporučení dále přetiskujeme resumé přednášky Dr. Fidlera.

### Vlastimil Fidler, katedra fyzikální chemie PŘF UK, Praha: Japonsko, věda a optické spektroskopie

Je neobvyklé, aby přednášející zahajoval seminář o moderních spektroskopických metodách úvahami o náboženství - byť šlo o buddhismus. V Japonsku však evropská měřítká neplatí a tak se autor filosofickým úvodem pokusil naznačit, jak japonské kulturní tradice, opírající se o šintó a buddhismus jsou všudy přítomné, silné a ovlivňující i vědecké myšlení i přístupy k výzkumné práci v laboratoři. Mezi diskutovanými aspekty této stránky japonského života byla i "lineární" logika - úhelny to kámen evropského vědeckého myšlení (uznávající příčinné souvislosti) - dle japonského pohledu nedostatečný to nástroj pro uchopení podstaty pravdy a nastoupení správné životní cesty - tedy i vědy. Přidáme-li tradiční úctu k autoritám, pevnou hierarchii a kázeň - máme před sebou některé z důležitých aspektů japonské vědy, které ji dělají tak efektivní - a nepřiliš invenční zároveň.

To se autor pokusil demonstrovat i na oblasti moderních metod optické spektroskopie, rozvíjených na výzkumných pracovištích v Japonsku. Mezi diskutovanými metodami byly časově rozlišená ps/ns spektrofluorometrie s využitím UV-SOR (synchrotronního záření) pro excitaci, nedávno vyvinuté metody současného měření Ramanských a absorpčních spekter fotolabilních biomakromolekul a některé nedávné pokusy o nové metody fs/ps RR a fluorescenční spektroskopie s pulsními lasery. Jednou z nejúspěšněji rozvíjených nových optických spektroskopii v Japonsku je "akumulovaná foton-echo" technika, která s použitím CW diodových laserů dociluje fs(!) časového rozlišení a je účinným nástrojem pro studium relaxačních foton/fononových procesů zvláště v pevných látkách.

Seminář byl tedy pokusem ukázat (na základě zkušeností z návštěv 10-ti předních japonských univerzit, 2 výzkumných ústavů a další práce v jednom z nich) některé nedávné spektroskopické novinky na japonských pracovištích i vliv kulturního zázemí na tuto prozaickou oblast vědy.

Další pracovní schůze OS spektroskopie pevného stavu se uskutečnily 25.4. a 6.6.1990 ve Fyzikálním ústavu ČSAV. Hlavními body programu byly přednášky :

E. I. Zinin, Institut jadernoj fiziki SO AN SSSR, Novosibirsk: Nakopitel elektronov i primenenije synchrotronnovo izlučeniya dlja vremennno razrešennoj spektroskopiji

Úvodní část byla věnována popisu vlastností a zdrojů synchrotronového záření v Novosibirsku, zbylá část popisu aparatury pro časově rozlišenou spektroskopii.

Synchrotronové záření je úzce směrové, polarizované, intenzivní záření se spojitým spektrem od 0,01 nm do viditelné oblasti a s časově stabilní modulací (podrobněji o vlastnostech a použití synchrotronového záření např. /1/).

Zdroje synchrotronového záření v IJF v Novosibirsku mají následující parametry:

VEPP-2M se používá pro oblast měkkého rentgenového a vakuového ultrafialového záření (0,5 nm až 300 nm). Doba pulsu záření 0,2 ns, opakovací perioda 60 ns.

VEPP-4 se používá pro oblast rentgenového záření 0,01 nm až 0,1 nm. Doba pulsu záření 0,5 ns, opakovací perioda 1,25  $\mu$ s.

U obou zdrojů je možno měřit charakteristiky luminiscence excitované pulsním synchrotronovým zářením : stacionární spektra, časově rozlišená spektra a kinetiku luminiscence. Registrace se provádí speciální elektronově optickou stroboskopickou metodou (disektorem), umožňující vzorkovat pulsy s aparaturním rozlišením disektoru cca 1 ps (popis disektoru [2]).

1 G.N.Kulipanov, A.N.Skrinskij: UFN 122 (1977) 369-418

2 E.I.Zinin : Nucl.Instr. and Methods 208 (1983) 439-441

Ivo Lukeš, Vlastimil Cháb, Fyzikální ústav ČSAV Praha:  
Změny morfologie a elektronové struktury na rozhraní Si/SiO<sub>2</sub>  
indukované laserovým zářením

#### OS magnetické rezonanční spektroskopie

uskutečnila svůj 17.EPR seminář v Pezinskej Babe ve dnech 23. - 25.5.1990 ve spolupráci se Slovenskou chemickou spoločnosťou a katedrou fyzikální chemie CHTF SVŠT. Současně proběhla i 37.pracovní schůze členů OS. Akce se zúčastnilo 25 odborníků. Rozsah semináře, k jehož průběhu redakce Bulletinu neobdržela podrobnější informace, dokumentujeme alespoň přehledem přihlášených příspěvků (podle údajů ve 2.cirkuláři semináře).

A.Tkáč : Radikálové reakce v studenéj mikrovlnnej plazme

A.Bartl : EPR Untersuchungen zur Ladungsspeicherung in organischen Verbindungen

V.Černý : Experimentální a teoretické důvody pro zahrnutí interakcí čtvrtého řádu do Spinového Hamiltoniánu v případě skel dopovaných d-5-nečistotami s orbitálně nedegenerovanými  $\chi$ -A-1 základním stavem

M.Melnik : ESR spektrá komplexov niobu

M.Mazúr, H.Hulínová, M.Valko, P.Pelikán, M.Liška : Štúdium sol-gél procesu EPR spektroskopiou

M.Valko, P.Pelikán, M.Mazúr, S.Biskupič : ESR spektroskopía komplexov medi s biologickými ligandami pri 77 K

A.Staško, V.Cholvad, S.Biskupič, K.Szabová : Radikálové produkty fotochemického rozkladu azozlúčenín

R.Klusák, P.Kubáček : Iónradikály polyalkylovaných pyrrolů

P.Kubáček : Spektrometr SE/X 2547 a SEX-software

J.Pilař, J.Labský : Aktivační energie segmentální difuze polymerů ve zředěných roztocích

K.Ondriaš, P.Gergoľ, A.Staško : Použitie EPR spinových sond pri štúdiu vlastnosti krviniek ako nosičov liečiv

Z.Hloušková, J.Bartoš : Stanovenie segmentálnej veľkosti polyetylentereftalátu pomocou ESR metódy spinovej sondy

M.Klímová, M.Omastová : ESR štúdium elektrochemicky syntetizovaného polypyrolu

J.Plaček : Pripojenie IBM AT počítača k Varian E-4 ESR spektrometru

K.Miklešová, F.Szocs : Transport voľných radikálov v zmesiach polymérov a v polymérnych kompozitoch

J.Bartoš : Stanovení segmentální velikosti v polyetylenetereftalátu pomocí optického dvojlomu a ESR spin-sondovér metody

L.Omelka, M.Meske : Radikálové reakce substituovaných 5-pyrazolonov

A.Staško, A.Bartl, G.Domschke : Dusíkato-sírne heterocyklické radikály v reakciách aromatických amínov s chloridmi síry

Problémy a perspektívy ESR techniky (diskusia)

## SEKCE SPECIÁLNÍCH SPEKTROSKOPICKÝCH METOD

### OS elektronové a iontové spektroskopie

uspořádala dne 21.2.1990 ve Fyzikálním ústavu ČSAV pracovní schůzi na téma iontového odprašování pevných látek, jíž připravil a řídil Dr.J.Zemek, CSc. Na programu byla přednáška Ing.J.Krále, CSc z FJFI ČVUT, po níž následovala diskuse o analytických důsledcích použití svazku iontů k odprašování pevných látek. Z přednášky uvádíme stručný výtah.

#### Jaroslav Král, FJFI ČVUT Praha: Iontové odprašování pevných látek

Přednáška se věnovala fyzikálnímu odprašování pevných látek v důsledku pružných srážek iontů a atomů při iontovém bombardování.

První část byla věnována odprašování jednoduchých látek, tvořených jednou fází jednoho prvku. Byl definován výtěžek odprašování. Ve stručnosti byla připomenuta jeho závislost na vlastnostech iontů a atomů terče, na struktuře a orientaci terče, povrchové vazební energii jeho atomů a topografii jeho povrchu, úhlu dopadu iontů na terč a na teplotě. Krátká zmínka se týkala úhlového a energetického rozdělení odprašených atomů. Některé závislosti byly charakterizovány také pomocí výsledků Sigmundova teoretického modelu lineární kaskády a pro oblast blízko prahu odprašování byl uveden empirický vztah pro výtěžek odprašování v závislosti na energii iontů, normované k prahu odprašování.

Druhá část pojednávala o odprašování vícesložkových látek, kde se obecně pozoruje jev přednostního odprašování, při kterém výtěžky odprašovaných atomů nejsou přímo úměrny koncentracím složek na odprašovaném povrchu terče. Pozornost byla věnována pozměněné vrstvě u povrchu ionty bombardovaného terče a byly uvedeny transportní procesy, které (vedle přednostního odprašování) se uplatňují při jejím vzniku. Krátce byl charakterizován vliv srážkového míchání (jednak implantace odražených atomů, jednak přemístování atomů ve srážkové kaskádě), tepelné difuze, radiačně zesílené difuze, povrchové segregace (Gibbsovy adsorpce) a radiačně vyvolané segregace. Byla naznačena oblast teplot, kdy se tyto procesy mohou výrazně uplatnit a rozsah odpovídající pozměněné vrstvy.

### OS rentgenové spektrometrie

uspořádala ve spolupráci s firmou Philips dne 29.3.1990 v ÚKDŽ v Praze seminář "Technické novinky v rentgenfluorescenční analýze", který řídil vedoucí OS Dr.Václav Macháček. Hlavním přednášejícím byl Dr.G.T.J.Kuipéres (Philips, Almelo, Holandsko), jehož přednáška měla tyto hlavní body :

- 1) Rentgenky se zdvojenou anodou
  - 2) Zakřivené krystaly v RFA
  - 3) Krystaly typu PX a jejich využití
  - 4) Nový software pro kvalitativní a kvantitativní analýzu
  - 5) Software "Uniquant" pro bezstandardovou semikvantitativní analýzu
  - 6) Předvedení softwaru X 40 na počítači PC
  - 7) Přehled energeticko-dispersních přístrojů fy. Philips
- Semináře se zúčastnilo 45 odborníků.

Vedení OS připravuje na podzim dvoudenní seminář na téma "Novinky v našich laboratořích rtg fluorescence".

### OS hmotnostní spektrometrie

Celodenní seminář "Malé stolní hmotnostní spektrometry" se konal ve spolupráci s přírodovědeckou fakultou UK a firmou Finnigan 6.února 1990 v Chemickém ústavu přírodovědecké fakulty. Zúčastnilo se ho 48 členů odborné skupiny.

Úvodem se zmínil předseda OS hmotnostní spektrometrie Dr.Miroslav Ryska o současných metodách hmotnostní spektrometrie v organické analýze a o jejich stavu v ČSFR. 2 přednášky přednesl Dr.J.Wellby z aplikačních laboratoří firmy Finnigan MAT na téma "Inovace v oblasti stolních přístrojů". RNDr.B. Máca, CSc seznámil posluchače s vlastními zkušenostmi s provozem GC/MS systému Incos 50. Iontová past jako vhodný plynově chromatografický detektor byla předmětem sdělení Ing.J.Nováka, CSc. Součástí semináře byla praktická ukázka nového GC/MS systému Incos 50 MAT.

### OS instrumentálních radioanalytických metod

Jak je již dlouholetou tradicí, konala se i letos na přelomu května a června ve Školícím středisku ZRUP v Klučenicích konference IAA 90. Dva roky trvající rekonstrukce jaderného reaktoru v Řeži, tj. jediného nejdůležitějšího zdroje neutronů pro aktivační analýzu, a zároveň měnící se finanční situace na výzkumných pracovištích byly příčinou nižšího počtu účastníků než tomu bylo v předcházejících letech. Celkem se konference zúčastnilo 28 odborníků z Československa a 1 z Polska a předneseno bylo 21 příspěvků.

Odborný program byl tradičně zaměřen na neutronovou aktivační analýzu (tentokrát pouze 7 příspěvků), jaderné metody založené na pružném rozptylu (2.příspěvky), PIXE (1 referát),

obecné problémy gamaspektrometrie - přístrojová technika, programové vybavení (5 příspěvků), aplikace radioaktivních indikátorů v průmyslu (1 referát), měření přirozené radioaktivity (3 příspěvky), aplikace radionuklidů v medicíně (1 referát), mimo uvedené okruhy byl zaměřen 1 příspěvek.

Přibližně 60% příspěvků bylo věnováno obecným a metodickým problémům, zbylé prezentovaly využití radioanalytických metod v praxi.

Prostory Školícího střediska ZRUP poskytují ideální podmínky pro akce tohoto druhu, charakter zařízení i jeho okolí navozuje neformální atmosféru. Příští KONference IAA 91 se bude opět konat v Klučenicích.

### OS Mössbauerovy spektroskopie

uspořádala svoji pracovní schůzi dne 21.6.1990 v Ústavu fyzikální metalurgie CSAV v Brně. Schůze se zúčastnilo 17 členů OS a řídil ji vedoucí OS Ing.O.Schneeweiss, CSc. Po informaci o jednání schůze hlavního výboru Společnosti vyslechli účastníci odborné referáty :

J. Sitek, M. Miglierini, EF SVŠT, Bratislava : Vliv geometrie měření na parametry mössbauerovského spektra

M. Seberíni, EF SVŠT Bratislava : Aplikace teorie chyb při interpretaci experimentálních dat

I. Turek, ÚFM ČSAV Brno : Mössbauerovská spektra magnetických látek s náhodným gradientem elektrického pole

V. Horský, VŠCHT Praha : Přístrojové a programové vybavení laboratoře Mössbauerovy spektroskopie na VŠCHT v Praze

Dále byla projednána možnost uspořádání vícedenního semináře s mezinárodní účastí v roce 1991. Byl navržen název "Mössbauer spectroscopy in material research", popřípadě "Mössbauer spectroscopy and magnetism". Vzhledem k nejasnostem ohledně dostupnosti služeb bude o možnosti konání rozhodnuto později.

Byl zvažován záměr ucházet se o pořádání International Conference on the Applications of the Mössbauer Effect v roce 1995 v ČSFR. Vzhledem k rozsahu konference by jako místo konání přicházela v úvahu Praha nebo Vysoké Tatry.

Příští pracovní schůze by měla proběhnout v Košicích na PF UPJŠ. Termín červen 1991, téma "Mössbauerova spektroskopie v materiálovém výzkumu".

### AKREDITACE LABORATOŘÍ

Počátkem ledna 1990 uspořádala Vysoká škola chemicko-technologická a sdružení Analytika jednodenní seminář k problematice akreditace analytických laboratoří. Počet účastníků značně převýšil původní odhad, avšak mnohem více udivující byl kvalifikovaný zájem řady účastníků, majících již určité zkušenosti s postupem k získání akreditace nebo alespoň připravujících své pracoviště k tomuto kroku. Vcelku však mohl seminář přinést vlastně jen základní informace k postupu akreditace, neboť akreditační orgán, Federální úřad pro normalizaci a měření, nebyl na semináři zastoupen tak, aby se mohl k problematice akreditací vyjádřit v plné šíři.

Zájem mnoha účastníků, diskutujících o akreditaci ještě dlouho po skončení semináře, se však na druhé straně vrátil k obecnější problematice analytické práce a její objektivní kontroly, což bylo již vícekrátě předmětem příspěvků v našem Bulletinu (viz např. Bull. 52/1987 - I.Obrusník : Úloha referenčních materiálů při zabezpečení jakosti analýz; J.Dempír : Použití referenčních materiálů v analýze geologických vzorků; Z.Ersepke : Použití referenčních materiálů v rtg.spektrální analýze z hlediska šíření chyb; - separátní výtisky je možno objednat v sekretariátu Společnosti).

Diskuse na semináři potvrdila, že současný zájem akreditačního orgánu se soustřeďuje především na laboratoře činné v oblasti exportu, kde je naléhavost jejich zřízení zcela evidentní. Zde se jedná v podstatě o zavedení zkoušek na úrovni akreditované laboratoře, avšak s vymezením k příslušným výrobkům, resp. exportním komoditám. Těchto komodit, vyžadujících urychlené zřízení akreditovaných laboratoří, je podle vyjádření FÚNM necelá stovka. Představa, jak zavést akreditaci do obecnější praxe, je zatím dosti nejasná. Jde především o skutečnost, že mnoho laboratoří pro stopovou analytiku je schopno provádět určité analýzy, a to bez přímé vazby na určitý výrobek. Platí-li ustanovení, že zkušební metody musí být definovány normou (nebo jiným normativním předpisem), jež se váže k určitému produktu, pak jen těžko budou laboratoře, úzce specializované na určitou analytickou metodu (buť rozpracovanou do řady analytických

kých postupů nebo procesů), definovat "rozsah zkoušek, které jsou předmětem akreditace". A přitom by bylo žádoucí, aby se zejména při aplikaci stopově analytických metod uplatňovaly paralelně nebo v návaznosti na sebe různé analytické principy, jež samy o sobě představují zřízení úzce specializovaných laboratoří. Úzce specializovaná laboratoř je zpravidla schopna vydat velmi přesnou analytickou informaci k určitému analyzovanému předmětu (vzorku), není však zpravidla schopna posoudit předmět v plné šíři, tj. z hlediska všech normou předepsaných zkoušek. Tento stav je charakteristický pro většinu spektroskopických laboratoří, jejichž podíl na analytických pracích je značný, ne-li převažující.

Většina účastníků semináře projevila zájem o získání akreditace pro určité zkoušky, tj. zavést takový režim své činnosti, který by vyhovoval náročným akreditačním kritériím. Současně si však uvědomuje, že se neobejde bez určitého právního uspořádání celé problematiky, jež by vycházelo z podrobné znalosti specifik analytické práce. Proto se jako velmi užitečná projevila iniciativa sdružení Analytika při katedře analytické chemie VŠCHT v Praze, které se - a to především již ve vlastním zájmu - hodlá ve složitě problematice přímo angažovat. Do doby uzávěrky tohoto čísla Bulletinu se podařilo sekretariátu sdružení Analytika soustředit alespoň základní informace k problematice akreditace laboratoří, které shrnuje dále ve svém příspěvku Dr. Mráz.

Redakce Bulletinu si uvědomuje závažnost i aktuálnost tohoto tématu, a proto se bude snažit nadále vývoj sledovat a přinášet další informace; aby podnítila zájem především spektroskopických laboratoří, vyzývá své čtenáře k aktivnímu pokračování v diskusi, ať již formou vlastních příspěvků, nebo dotazů.

Milan Fara

#### Informace k problematice akreditace laboratoří

Dr. Jan Mráz, CSc, katedra anal. chemie VŠCHT, Praha

Akreditačním orgánem, posuzujícím a uznávajícím způsobilost laboratoří k výkonu zkušebnictví, je Federální úřad pro normalizaci a měření :

Ing. Novotná  
odbor zkušebnictví FÚNM  
Betlémské nám. 6, Praha 1  
telefon 231 54 82

Ing. Aladár Oláh  
akreditační útvar Čs. ústav pre atestáciu prístrojov  
a zariadení

Cesta ČSSP 2929  
921 24 Piešťany  
telefon 252 41

Organizace, která se uchází o akreditaci nebo má být akreditována na základě ustanovení bodu I.3 metodických pokynů FÚNM MP SZ 45 001-89 předkládá FÚNM žádost na předepsaném formuláři. Mimo jiné musí organizace v žádosti uvést souhlas s hrazením nákladů, které při akreditaci vzniknou. Dále musí přesně a jednoznačně vymežit rozsah zkoušek, které jsou předmětem akreditace, případně i s vymezením k příslušným výrobkům. Zkušební metody musí být definovány normou (národní, mezinárodní), stanoveným normativně-technickým dokumentem anebo popsány způsobem přijatelným pro FÚNM.

Žádost podepisuje statutární zástupce žádající organizace. FÚNM posoudí a přezkoumá předloženou žádost po věcné i formální stránce. Pro posuzování žádosti platí akreditační kritéria (viz dále).

Předáním žádosti začíná akreditační proces, který zahrnuje :

- a) sběr informací
- b) stanovení prověřovací komise
- c) stanovení doplňujících kritérií akreditace
- d) prověřování na místě
- e) vyhodnocení výsledků z prověřování
- f) rozhodování o výsledku akreditace
- g) odvolání proti výsledku akreditace
- h) dozor nad akreditovanými zkušebnami a laboratořemi

Prověřovací komise se skládá :

- z kvalifikovaných odborníků v oblasti požadované akreditace
- ze zástupců FÚNM
- ze zástupců akreditačního střediska.

Výběr kvalifikovaných odborníků pro prověření laboratoře provádí akreditační středisko na základě vytvořené "databanky odborníků". Sdružení Analytika navrhlo do "databanky odborníků" 64 specialistů. V dohodnutém termínu se komise dostaví do organizace a provádí prověrku přímo na místě. O výsledcích svých zjištění zpracuje každý člen nebo skupina komise zprávu, kterou předá akreditačnímu středisku ke zpracování. Akreditační středisko vypracuje závěrečnou zprávu a po jejím projednání ji předloží odboru zkušebnictví FÚNM k dalšímu řízení.

O udělení akreditace rozhoduje předseda FÚNM na základě doporučení odboru zkušebnictví. Maximální doba platnosti akreditačního osvědčení je 5 let. Žádost o obnovení akreditace se předkládá minimálně 6 měsíců před vypršením lhůty, uvedené v akreditačním osvědčení.

Akreditovaná laboratoř musí :

- a) trvale pečovat o dodržování požadavků metodických pokynů MP SZ 45 001-84 (akreditačních kritérií)
- b) vykonávat svou činnost jako akreditovaná organizace pouze v rozsahu své akreditace
- c) uhradit poplatky při podání žádosti - za členství, hodnocení, dohled a jiné služby akreditačnímu orgánu, který je může čas od času stanovit vzhledem k vzniklým nákladům
- d) využívat svého oprávnění tak, aby nevznikly domněnky o podjatosti, o diskriminaci určitého přihlašovatele, či nedůvěra k udělené akreditaci nebo akreditačnímu orgánu

e) při ukončení, pozastavení či zrušení akreditace oznámit tuto skutečnost každému přihlašovatelovi při předávání přihlášky; současně s tím ukončit používání označení akreditovaná zkušebna - laboratoř.

Po dobu trvání osvědčení o akreditaci provádí FÚNM dozor nad činností akreditovaných organizací. Dozor spočívá v kontrole, jak akreditovaná organizace plní akreditační kritéria.

Předkládání žádostí, zřizování akreditovaných laboratoří a jejich činnost je upraveno v metodických pokynech FÚNM :  
MPSZ 45 001-89 "Všeobecná kritéria pro výkon funkce akreditované zkušebny (laboratoře)"

- aplikuje se ustanovení EN 45 001

MPSZ 45 002-89 "Všeobecná kritéria pro posuzování zkušeben"

- aplikují se ustanovení EN 45 002

Použitá terminologie je uvedena v MPSZ 45 000-89.

Vedení sdružení Analytika je v trvalém a úzkém kontaktu s pracovníky FÚNM v otázkách akreditace laboratoří. Výsledkem této spolupráce je zatím předložení žádostí o akreditaci pro katedru chemie a zkoušení potravin a pro laboratoř AAS na VŠCHT v Praze. Vedení sdružení průběžně shromažďuje a upřesňuje informace tak, aby je v případě zájmu mohlo poskytnout každému členu sdružení a mohlo s ním konsultovat záležitosti přihlášky k akreditaci.

Sdružení Analytika navrhuje vytvořit tým specialistů, jehož členové by v konkrétních případech zájmu vypracovali pro příslušnou organizaci plán její přípravy na akreditaci a po absolvování tohoto přípravného období by pomohli i s podáním žádosti. Zbývá vyřešit otázku úhrady těchto specialistů včetně záležitosti prověřování kvality analytických výsledků.

Za důležité považuje sdružení dohodnout společnou koncepci v postupu předkládání žádostí o akreditaci a velmi důrazně a důsledně ji potom prosazovat vůči FÚNM.

Celý proces akreditace je nesmírně náročnou činností jak dosvědčí jistě následující přehled základních akreditačních kritérií a zahraničních norem.

## AKREDITAČNÍ KRITÉRIA

### Právní identita

Organizace musí prokázat výpisem z podnikového rejstříku svoji právní identifikovatelnost

### Nezúčastněnost a nezávislost

Organizace musí prokázat nezúčastněnost na výzkumu, vývoji a výrobě výrobků, které mají být předmětem její zkušební činnosti a nezávislost na výrobních nebo obchodních organizacích, které by mohly působit na jejich technický výrok.

Nesmí se angažovat v žádných činnostech, které by mohly ohrožit důvěru (nebo vzbudit domněnku podjatosti) v její zkušební činnost.

V případě, že pro zkoušky využívá zkušeben nebo zkušebních zařízení výrobce nebo jiných organizací, musí mít vypracována opatření, která vylučují vznik pochyb o správnosti jejího postupu při zkoušení výrobků.

## Řízení a organizace

Organizace musí prokázat, že je způsobilá provádět uvažované zkoušky podle uznávaných zkušebních metodik, po případě vypracovat metodiky zkoušek tam, kde obecné metody neexistují. Musí prokázat, že má vypracován závazný dokument (organizační řád apod.), který vymezuje zodpovědnost jednotlivých organizačních útvarů, práva a povinnosti pracovníků, vztahy mezi řídicími a výkonnými pracovníky atd., tak, aby byla zaručena kontinuita zkušebního procesu. Dokument musí být udržován řídicími pracovníky organizace v aktuálním stavu.

### Pracovníci

Organizace musí prokázat, že má pracovníky s kvalifikací, praxí, technickými znalostmi a zkušenostmi, které odpovídají požadavkům na funkce, které mají plnit.

Dále musí prokázat, že :

- trvale pečuje a zabezpečuje zvyšování kvalifikace pracovníků (plán zvyšování kvalifikace),
- o kvalifikaci pracovníků vede záznamy, obsahující min. údaje o výsledcích vědecké, vědeckotechnické práce, účasti na odborných školeních, praxích a stážích a o technické způsobilosti těchto pracovníků (další odborné znalosti - např. jazykové apod.).

### Budovy a prostředí

Budovy a prostory, ve kterých probíhají zkoušky, musí být vybaveny tak, aby nedocházelo k negativním vlivům prostředí na výsledky zkoušek. Zkušební prostory musí splňovat požadavky na provádění zkoušek podle stanovených metodik, při dodržení požadavků na ochranu zkušební personálu. Pro jednotlivé zkušební prostory musí být vypracovány směrnice pro ochranu obsluhy a zařízení.

Organizace, která používá metody zkoušení a provádí zkoušky, které mohou působit negativně na její okolí, musí prokázat, že tyto vlivy sleduje a má vypracována opatření k jejich omezení. Organizace musí mít vypracovány směrnice, které upravují přístup osob, které tvoří personál zkušebny, do zkušebních prostor.

### Zkušební a metrologické vybavení

Organizace musí prokázat, že je vybavena zkušebním zařízením potřebným ke správnému provádění zkoušek a měření, pro které má být oprávněna. V případech, kdy zařízením vybavena není a využívá pro zkoušky zařízení jiné organizace, musí prokázat, že má vypracovány směrnice pro zajištění nestrannosti zkoušek, vzájemně odsouhlasené s organizací, jejíž zařízení využívá a má v průběhu zkoušek zajištěn přístup k provádění zkoušek.

Dále musí prokázat :

- že má vypracován a používá dokument, stanovující a zabezpečující správnost a přesnost měřidel (metrologický řád apod.) a obdobný dokument pro zkušební zařízení;
- že má vypracován harmonogram kontroly, ověřování a údržby zkušebního a metrologického zařízení a vybavení a o prováděných úkonech vede dodatečně podrobné záznamy;
- že má stanovena opatření sloužící k zabránění použití přístrojů a zařízení, které byly podrobeny nadměrnému namáhání,

- přetížení apod., nebo dávají výsledky, u nichž jsou pochyby o správnosti, včetně pravidel pro ověření výsledků zkoušek, které byly na takovém zařízení provedeny a je u nich podezření z nesprávnosti;
- že má vypracován přehled zkušebních a měřících zařízení, obsahující údaje o :
    - názvu zařízení
    - jeho výrobcí
    - identifikačních datech
    - datu uvedení do provozu, umístění
    - údržbě a ověřování, (příp. o reklamaci a závadách);
  - že u metrologických zařízení (přístrojů) má zajištěno ověřování podle metrologických předpisů tak, aby byla zajištěna návaznost na příslušné metrologické předpisy. U zařízení, na která se metrologické předpisy nevztahují, musí být zajištěna opatření, umožňující věrohodně prokázat korelaci a přesnost výsledků měření (např. účast na programu mezilaboratorních porovnávacích zkoušek).

#### Zkušební metody a postupy (metodiky)

Organizace musí prokázat, že má k dispozici všechny podklady (zkušební metodiky, postupy, instrukce, normy a jiné technické předpisy), které umožňují provádět zkoušky v požadovaném rozsahu, přesnosti a na odpovídající úrovni. Dále musí mít předpisy pro vzorkování (tam, kde je to nezbytné) a pro použití zkušebních zařízení tam, kde by jejich neexistence mohla negativně ovlivnit výsledky zkušebního procesu. Všechny takové předpisy musí být udržovány v aktualizovaném stavu a musí být dostupné zkušebnímu personálu.

Jestliže se pro zkoušení nebo zpracování výsledků zkoušek používá výpočetní techniky, musí být vypracována pravidla pro správnou činnost výpočetního systému včetně pravidel pro vyhledávání a opravu chyb při takovém zpracování.

#### Systém řízení jakosti

- Organizace musí mít vypracovány dokumenty (např. příručky jakosti apod.), zajišťující vnitřní činnost v úrovni jakosti, nezbytné pro rozsah, objem a druh vykonávaných prací. V dokumentech musí být obsaženo zejména :
- a) koncepce zjišťování jakosti,
  - b) struktura organizace (organizační schema)
  - c) vymezení povinností a práv jednotlivých osob k zabezpečení jakosti prováděné práce,
  - d) všeobecně platné postupy pro zjišťování jakosti a postupy pro jednotlivé druhy prováděných zkoušek,
  - e) v nezbytných případech postupy pro ověřování způsobilosti a používání referenčních materiálů,
  - f) ustanovení o nápravných opatřeních při zjištění nesprávnosti ve zkušebním procesu,
  - g) pravidla pro vyřizování technických stížností.

Uvedené dokumenty musí vedení organizace, nebo jím určený pracovník periodicky prověřovat, zjišťovat efektivnost těchto dokumentů pro činnost organizace a navrhnout potřebné úpravy. Výsledky prozívek musí být zaznamenány a v záznamu musí být podrobně uvedeny návrhy na nápravná opatření a způsob jejich vyřešení.

#### Protokoly o zkouškách

- Organizace musí prokázat, že je způsobilá zpracovávat a vystavovat o provedených zkouškách protokoly odpovídající ČSN 01 5250. Zkušební protokol musí obsahovat nejméně :
- a) název a adresu zkušebny (laboratoře) a místo provedení zkoušek, pokud je jiné než sídlo zkušebny
  - b) jediné označení protokolu (např. pořadovým číslem), každé strany protokolu a celkový počet stran,
  - c) jméno a adresu zákazníka,
  - d) popis a označení předmětu zkoušky,
  - e) datum přijetí zkušebního předmětu a datum vykonání zkoušky,
  - f) identifikaci zkušebních předpisů, metod a postupů,
  - g) popis odběru vzorků, kde je to vhodné,
  - h) údaje o odchylkách, doplňcích nebo výjimkách ze zkušebních předpisů a jakékoliv další informace, které mají vztah k určité zkoušce,
  - i) záznam o každé nenormalizované zkušební metodě nebo nenormalizovaném zkušebním postupu,
  - j) zjištěné výsledky měření a zkoumání opřené o tabulky, diagramy, náčrty a fotografie a také všechny zjištěné nedostatky,
  - k) prohlášení o nejistotě měření (kde to přichází v úvahu),
  - l) podpis a plné jméno osoby, která přejímá odpovědnost za zkušební protokol a datum jeho vydání,
  - m) prohlášení o tom, že se výsledky zkoušek týkají jen předmětu těchto zkoušek.

Vypracované protokoly o zkouškách nesmějí obsahovat pokyny nebo doporučení, vyplývající směrem k přihlašovatelovi z výsledků zkoušek. Výsledky zkoušek musí být formulovány přesně, jasně, úplně a jednoznačně, aby byla dokladována použitá zkušební metoda. Opravy a doplňky mohou být po podepsání protokolu prováděny jen zvláštním dokumentem, u kterého musí být zajištěna identifikovatelnost protokolu o zkouškách, ke kterému je dokument vystavován.

Při používání metod matematické statistiky platí pro vypracování protokolu (uvádění statistických hodnot) ustanovení příslušných předpisů platných pro matematicko statistické metody.

#### Záznamy

Organizace musí být způsobilá vést záznamy o všech provedených pozorováních, zkouškách, výpočtech a odvozených údajích, včetně záznamů o metrologickém ověřování. Všechny záznamy a z nich vypracované protokoly o zkouškách musí být na určitou, stanovenou dobu archivovány. Záznamy musí být dostatečně podrobné, aby podle nich mohla být zkouška opakována. Záznamy musí provádět osoby, zúčastněné na vzorkování (odběru vzorků), přípravě a provádění zkoušek.

#### Manipulace se vzorky výrobků

Organizace musí prokázat, že má vytvořen systém, umožňující identifikaci vzorků výrobků tak, aby se zabránilo jejich záměně, popř. záměně výsledků zkoušek po celou dobu zkušebního procesu. Součástí systému musí být pravidla pro chránění vzorků výrobků proti nežádoucím vnějším vlivům (koroze, nežádoucí znehodnocení apod.), a pravidla pro příjem, uchovávání případně dokladování vzorků.

Důvěrnost a bezpečnost

Organizace musí prokázat, že má vypracován předpis zaručující ochranu výsledků zkoušek a služebního tajemství vyplývajících z činnosti při zkouškách.

Vstupní údaje pro žádost o akreditaci

- 1) Organizace - název, adresa, IČO, PSČ, údaje o právní identitě, vedoucí pracovník
- 2) Náplň činnosti (org. VVZ, pracoviště VŠ apod.), vztah k výrobním a obchodním organizacím (průkaz nezávislosti)
- 3) Údaje o personálu (počet, zabývající se zkušební činností, obecně kvalifikace tohoto personálu apod.)
- 4) Údaje o možnosti a rozsahu provádění zkoušek (stručný popis rozsahu činnosti, upozornění na unikátní vybavení, údaje o zařízení atd.); metrologické vybavení
- 5) Údaje o možnostech spolupráce na tvorbě norem na výrobky a zkušebních metodikách pro zkoušení (vč. informace o již vypracovaných zkušebních metodikách a způsobu jejich použití/schválení)
- 6) Údaje o způsobilosti zpracovávat protokoly o provedených zkouškách (vč. uvedení osoby s podpisovým právem, zodpovědné za správnost protokolů)
- 7) Způsob manipulace se vzorky a zajištění důvěrnosti výsledků zkoušek
- 8) Údaje o využívání metod matematické statistiky a dalších metod zabezpečujících opakovatelnost a reprodukovatelnost výsledků zkoušek
- 9) Další údaje, poskytující informace o zkušebně, vč. návrhů na možnou spolupráci s jinými organizacemi, údaje o státních zkušebnách, pro které je možno uvažovat s prováděním specializovaných zkoušek.

Poznámka : V bodě 4 se uvede i seznam norem (ČSN i jiných-mezinárodních i národních, podle kterých je laboratoř schopna provádět zkoušky.

## MATERIÁLY ISO, ASTM, EN

(ISO/CERTICO ISO/CASCO	COmmittee on CERTIfication) COmmittee on Conformity ASessment	(1985...)
ISO/IEC Guide 2	General terms and their definitions concerning standardization, certification and testing laboratory accreditation	STACO 5 Ed.1987
ISO/IEC Guide 7	Requirements for standards suitable for product certification	CERTICO 1.Ed.1982
ISO/IEC Guide 25	General requirements for the technical competence of testing laboratories	CERTICO 2.Ed.1982
ISI/IEC Guide 38	General requirements for the acceptance of testing laboratories	CERTICO 1.Ed.1983
ISI/IEC Guide 39	General requirements for the acceptance of inspection bodies	CASCO 2.Ed.1988
ISI/IEC Guide 40	General requirements for the acceptance of certification bodies	CERTICO 1.Ed.1983
ISO/IEC Guide 43	Development and operation of laboratory proficiency testing	CERTICO 1.ED.1984
ISO/IEC Guide 45	Guidelines for the presentation of test results	CASCO 1.Ed.1985
ISO/IEC Guide 49	Guidelines for development of a Quality manual for a testing laboratory	CASCO 1.Ed.1986
ISO/IEC Guide 53	An approach to the utilization of a supplier's Quality system in third party product certification	CASCO 1.Ed.1988
ISO/IEC Guide 54	Testing laboratory accreditation systems - General recommendations for the acceptance of accreditation bodies	CASCO 1.Ed.1988
ISO/IEC Guide 55	Testing laboratory accreditation systems - General recommendations for operation	CASCO 1.Ed.1988



## ISO/TC 1 76 QUALITY MANAGEMENT AND QUALITY ASSURANCE

ISO 8402-1986	Quality - Vocabulary
ISO 9000-1987	Quality management and quality assurance standards Guidelines for selection and use
ISO 9001-1987	Quality systems Model for quality assurance in design/development, production, installation and servicing
ISO 9002-1987	Quality systems Model for quality assurance in production and installation
ISO 9003-1987	Quality systems Model for quality assurance in final inspection and test
ISO 9004-1987	Quality management and quality system elements Guidelines
.....	.....
ISO 10011-1	X) Guidelines for auditing quality systems Part 1 : Auditing
ISO 10011-2	X) Guidelines for auditing quality systems Part 2 : Qualification criteria for quality systems auditors
ISO 10011-3	X) Guidelines for auditing quality systems Part 3 : Management of audit programmes
ISO 10012	X) Quality assurance requirements for measuring and test equipment

X) ISI/DIS; ISO/DP

## ASTM STANDARDS (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS)

ASTM E 548-84	Preparation of criteria for use in the evaluation of testing laboratories and inspection bodies
ASTM E 994-84	Laboratory accreditation systems
ASTM E 1187-87	Standard terminology relating to laboratory accreditation
.....	.....

ASTM D 3614-81	Evaluating laboratories engaged in sampling and analysis of atmospheres and emissions
ASTM D 3856-80	Evaluation laboratories engaged in sampling and analysis of water and waste water
ASTM E 851-81	Evaluation of spectrochemical laboratories
ASTM D 4182-82	Evaluation of laboratories using ASTM procedures in the sampling and analysis of coal and coke

## QUALITY ASSURANCE / QUALITY CONTROL

ASTM E 743-80	Spectrochemical laboratory Quality assurance
ASTM E 882-82	Accountability and Quality control in the chemical analysis laboratory
ASTM D 4210-83	Intralaboratory Quality control procedures and a discussion on reporting low-level data
ASTM E 924-84	Quality assurance of laboratories using molecular spectroscopy
ASTM C 1009-85	Establishing a Quality assurance program for analytical chemistry laboratories within the nuclear chemistry

EN NORME EUROPÉENNE  
EUROPÄISCHE NORM  
EUROPEAN STANDARD

EN 45 001:1989	General criteria for the operation of testing laboratories
EN 45 002	General criteria for the assessment of testing laboratories
EN 45 011	General criteria for certification bodies operating product certification
EN 45 012	General criteria for certification bodies operating Quality System certification
EN 45 013	General criteria for certification bodies operating certification of personnel
EN 45 014	General criteria for supplier's declaration of conformity

Jiří Toman, UNIGEO s.p. Ostrava, závod Brno : Atomová emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem - ICP-AES : Současný stav a perspektivy

I když se ICP-AES již stala zcela běžnou metodou anorganické prvkové analýzy v nejrůznějších oborech, stále ještě prochází velmi rychlým vývojem jak v oblasti metodiky, tak instrumentace, rozšiřující pole její použitelnosti. Ta se rozšiřuje do stále komplikovanějších oblastí, od původní analýzy poměrně zředěných vodných roztoků k analýze nejrůznějších organických rozpouštědel, plyných směsí a v poslední době zejména k možnosti přímé analýzy pevné fáze bez předchozí chemické úpravy. Stále významnější roli hraje ICP-AES jako metoda prvkově selektivní detekce v hybridních technikách, např. ve spojení s kapalinovou nebo plynovou chromatografií, umožňujících rozlišovat a stanovovat i chemicky složitější látky ve směsích po jejich on-line dělení. Významný podíl na rozšiřování možností aplikací ICP-AES až ke kontinuálně pracujícím systémům kontroly výrobních procesů, složitých strojních systémů atd. má pokračující studium základních vlastností plazmových výbojů, které umožňuje také snižovat pořizovací a zvl. provozní náklady ICP systémů.

Studium základních vlastností analytických plazmových výbojů vedlo v posledních letech ke zdokonalení představ o interakci vzorku s plazmatem. Z nich se nejvýrazněji uplatní představy o vlivu různých rozpouštědel, a to jak v kondenzované, tak v parní fázi. Konkrétnější představy o vlivu disociačních produktů rozpouštědel, zvl. vody a vodíku na excitační podmínky ve výboji, resp. jeho různých částech, povede nesporně vbrzku ke zlepšení podmínek analýzy suchých aerosolů, pevné fáze a organických rozpouštědel. V této souvislosti nabývají stále většího významu rozšiřující se znalosti o procesech ve výbojích v molekulárních plynech a směsích plynů, které umožňují do značné míry ovlivňovat interakce vzorku s plazmatem, řídit tyto procesy složením plynů a dalšími parametry výboje a tak upravovat excitační podmínky pro určité skupiny čar analytu [9-19, 23-28, 46]. Aplikace těchto výbojů se začínají rozšiřovat zvláště při analýze organických rozpouštědel za přídavku kyslíku do nosného [13, 47] nebo plazmového Ar [47, 48]. Zvládnutí generace ICP výbojů v levnějších molekulárních plynech, včetně vzduchu, zlevnění podstatně provoz ICP systémů alespoň v případech, kdy detekční schopnost není rozhodujícím kritériem [24-27].

Nezanedbatelné je rozšíření znalostí o dynamice generace výbojů obecně a vlastnostech plazmových hlavice, které vedlo ke konstrukci účinnějších hlavice pracujících s nižšími příkony a průtoky plynů při zachování většiny příznivých vlastností výboje [15, 20-22]. Tyto hlavice usnadňují také analýzy dosud obtížných vzorků, jako tekavých organických rozpouštědel, vodně organických roztoků, plyných směsí, roztoků s obsahem tekavých složek, např.  $\text{NH}_3$  při analýze technologických meziproduktů, eluátů z chromatografických kolon apod.

Podrobnější studium vlivu frekvence generátorů na vlastnosti analytického ICP výboje ukazuje na přednosti zdrojů vyšší frekvence než dosud nejobvyklejší 27.12 MHz [1, 46] : zvýšení poměrů signálů k pozadí, usnadnění zavádění vzorků do výboje i při nízkých průtocích plynů a nízkých příkonech.

Další částí systému ICP-OES, která byla v poslední době v důsledku rostoucích požadavků na dlouhodobou stabilitu při analýze obtížných vzorků podrobně studována, je generace aerosolů z roztoků a jejich transport do výboje [3]. Výsledkem jsou zdokonalené konstrukce zmlžovačů na známých pneumatických principech : koncentrické a pravouhlé jak celoskleněné, tak z jiných materiálů (PTFE, Zr/Pt, safír/Pt-Rh, Ryton atd.) a zvl. rozmlžující film kapaliny na Babingtonovu principu a jejich modifikace : fritové a sítkové zmlžovače. Možnost generace aerosolů nezávisle na průtoku plynu nesoucího aerosol poskytují zmlžovače pracující na jiných principech : ultrazvukovém zmlžování, prudkém ohřevu kapaliny na bod varu (termospřej) nebo na principu vysokotlaké trysky [4-8].

I v konstrukci mlžných komor se dosáhlo jistých úspěchů, takže lépe vyhovují specifickým požadavkům pro určité použití : injekce do toku kapaliny pro přímou analýzu nebo ve spojení ICP-OES/MS s jinými technikami, např. kapalinovou chromatografií i při použití organických a směsných rozpouštědel. Termostatování mlžné komory zlepšuje stabilitu měření zvýšením stability zátěže výboje parní fází a při nízkých teplotách umožňuje i analýzu tekavých rozpouštědel [9-14, 48, 49].

Komplikace spojené s převodem mnoha tuhých látek do roztoků vhodného složení pro ICP-OES vedou ke stále intenzivnějším snahám o přímou analýzu pevné fáze. Podrobně jsou studovány různé techniky, jejich přednosti, ale i omezení :

1) generace suchého aerosolu elektricky vodivých vzorků nebo vzorků do této formy přídavky upravených pomocí abrase elektrickou jiskrou [1, 2, 35].

2) vnášení aerosolu práškového vzorku z fluidizovaného lože nebo suspendovaného ve vhodné kapalině pomocí zmlžování, nejčastěji zmlžovači na Babingtonově principu, které jsou méně náchylné kablokování shlukem zmlžovaných pevných částic [35-39].

3) generace aerosolu fokusovaným svazkem paprsků laserového záblesku, která umožňuje i lokální analýzu jedním zábleskem [29, 30].

4) generace aerosolu z malého vzorku odporovým ohřevem v elektrotermické odpařovací (ETV) podobné konstrukce jako pro ETA v AAS, který však umožňuje využít i odpařování tekavějších sloučenin analytů s jejich následnou disociací a excitací v ICP výboji [29, 31, 34].

5) vsunutí malého pevného vzorku přímo do výboje, nejčastěji v jeho ose trubicí nahrazující v upravené plazmové hlavici injektor (SET, DSID) a jeho odpaření energií výboje [29, 31-33, 35].

V prvních třech případech vzniká víceméně rovnovážný signál kolísající kolem střední hodnoty podobně jako při kontinuálním zmlžování roztoků a lze tedy použít obvyklých technik měření signálů v simultánní nebo sekvenční multielementární analýze.

V dalších případech vzniká signál charakteru píku, který je buď téměř nezávislý na tekavosti složek při jednom mohutném laserovém záblesku nebo vznikají píky analytů časově posunuté podle jejich tekavosti. Tyto techniky pak vyžadují úpravu měření a integrace krátkodobých signálů k využití čisté plochy nebo výšky píků podobně jako v ETA-AAS. Pro multielementární analýzu jsou pro tyto techniky použitelné pouze vícekanalové simul-

tánní spektrometry. I rychle přestavitelné programovatelné monochromátory jsou použitelné pouze pro jednoprvkovou analýzu, a to pouze v režimu měření on-peak bez možnosti skanování profilu analytické čáry a jejího okolí a tedy i bez možnosti korekce pozadí.

Proto je v poslední době věnována zvláštní pozornost prvním technikám, při nichž vzniká rovnovážný signál, i když mají řadu principiálních omezení: potřebu úpravy vzorku do elektricky vodivé formy se zjištěním potřebné homogenity nebo obtíže s heterogenitou odpařovaných, resp. transportovaných částic, která vede k selektivní segregaci určitých podílů vzorků a odtud k obtížím s přiměřenou kalibrací s ohledem na transportní efekty.

U technik, v nichž je do výboje zaváděn vzorek bez přítomnosti produktů disociace rozpouštědla, zvl. vodíku z vody, jsou dosud vesměs ignorovány změnné vlastnosti výboje a interakce vzorku s plazmatem. Proto lze očekávat v nejbližší době také v oblasti přímé analýzy pevné fáze rozšíření použití výbojů ve směsích plynů, které umožní volněji řídit procesy v plazmatu. Budou však ještě zřejmě potřebné určité úpravy alespoň některých částí zdroje, zvl. plazmových hlavice a rozsahu výkonů generátorů [16-19, 23, 24].

Technika generace plynných hydridů je již v ICP-OES zcela obvyklá podobně jako v AAS a může také většinou poskytovat srovnatelnou detekční schopnost. V řadě případů však umožňuje simultánní nebo rychlé sekvenční víceprvkové stanovení alespoň za kompromisních podmínek generace hydridů (As, Sb, Bi, ev. Se), případně umožňuje potlačit některé atomizační a transportní interference obvyklé v AAS, např. při stanovení Ge, vzájemné interference As, Sb, Bi apod.

Instrumentace pro ICP-OES se v posledních letech výrazně zdokonalila díky rozšiřujícím se znalostem o vlastnostech ICP výbojů různého typu a tlaku na rozšiřování metody do stále obtížnějších oblastí analytické praxe.

Vývoj zdrojů vedl ke zvýšení frekvence z obvyklých 27.12 MHz na nyní stále častěji používanou frekvenci 40.68 a řidčeji 50 a 56 MHz. Krystalem řízené generátory se servomotorem ovládaným příprůsobovacím obvodem reagují na změny zátěže plazmatu pomaleji než volně kmitající oscilátory, které jsou v poslední době častěji používány také z důvodů nižších výrobních nákladů. Prakticky okamžitým příprůsobením změně zátěže malou změnou frekvence usnadňují zavádění obtížných vzorků do výboje (organická a směsná rozpouštědla, velmi koncentrované roztoky, plyny) a pulsní vnášení vzorků (FIA, odpaření vzorku laserem nebo elektrotermicky).

Pro zavádění vzorků do výboje, i když zůstává stále nejslabším článkem instrumentace, je vsoučasné době dostupná řada doplňků různých výrobců, která rozšiřuje možnosti analýzy různých typů vzorků.

Pro kapalně vzorky jsou dodávány zmlžovače různých konstrukcí, jak pneumatické, tak ultrazvukové. Nejrozšířenější jsou stále celoskleněné koncentrické zmlžovače dodávané převážně firmou Meinhard, CA, USA v různém provedení a různých atestovaných vlastností (tlakový spád/průtok plynů, volný odběr roztoku). Na základě těchto přísně dodržovaných vlastností lze volit vhodný typ pro určitý typ roztoku. Nevyžadují žádnou justaci a při analýze zředěných roztoků poskytují dlouhodobě velmi reprodukovatelné výsledky bez nutnosti časté optimalizace. Typy

B a C s leštěnými hranami ústí snižují nebezpečí krystalizace solí a se zvlhčováním pracovního Ar umožňují analýzu i poměrně koncentrovaných roztoků neobsahujících hydrolyzující složky. Sací efekt nevyžaduje nezbytně peristaltickou pumpou řízený převod roztoku a umožňuje tak měření s nižším krátkodobým šumem a analýzu organických rozpouštědel, pro která není k dispozici vhodný materiál hadiček pro peristaltickou pumpu (ketony, chlorované uhlovodíky). Vysokou stabilitou a možností zmlžovat koncentrovanější roztoky se vyznačují kompaktní celoskleněné pravouhlé zmlžovače MAK vyráběné u Sherritt Gordon Mines, Ltd, CDN a dodávané některými dalšími firmami jako doplňky jejich systémů. Ke konstrukci zmlžovačů jsou používány i jiné materiály umožňující s vhodnou mžnou komorou a injektorem zmlžovat i roztoky s HF a některé další, se kterými skleněné zmlžovače selhávají. Zmlžovače z těchto materiálů: PTFE (Philips, PSA Analytical), safír v základně z plastu (Jarrell-Ash), Ryton (Perkin-Elmer) mají však i své nedostatky v menší teplotní stabilitě, příp. mechanické odolnosti dílů nebo celkové sestavy (justovatelné díly apod.).

Pro zmlžování suspenzí, velmi koncentrovaných roztoků solí i organických látek, např. činidel rozpuštěných v organické fázi po extrakci jsou vhodnější zmlžovače založené na Babingtonově principu zmlžování filmu kapaliny. Stabilita generace aerosolu je však většinou poněkud horší ve srovnání se zmlžováním zředěnějších roztoků předchozími typy. Jsou dodávány většinou výrobci ICP systémů v různém provedení. Nejrozšířenější je zřejmě zmlžovač GMK fy LABTAM Pty Ltd, Vic. Australia dodávaný i jinými firmami jako doplněk. Je dodáván i ve verzi vhodné pro kontinuální generaci plynných hydridů. Vynikající vlastnosti jsou uváděny také u nejnovějšího komerčního Hildebrandova síťkového zmlžovače, vyráběného firmou Leeman Labs, Inc., MA, USA a dodávaného také firmou Philips Analytical - Pye-Unicam, UK. Vedle odolnosti vůči HF a možnosti zmlžovat extrémně koncentrované roztoky i jemné suspence s dobrou stabilitou umožňuje i kontinuální generaci plynných hydridů bez jakékoliv modifikace. Ultrazvukové zmlžovače dodávané firmami ARL, Baird (USA) a Jobin-Yvon, S.A., Fr. poskytují sice s desolvatací aerosolu až více než řádově lepší detekční schopnost systému, ale jejich dlouhodobá stabilita je poněkud horší a s ohledem na vysokou cenu a již dříve popsané desolvatační interference jsou doporučovány pouze pro stopovou analýzu, kde je detekční schopnost prvořadým hlediskem.

Přes všechna zdokonalení zmlžovacích a transportních systémů není možno považovat žádný za zcela universální a je proto vhodné volit takové ICP systémy, které umožňují snadnou změnu různých technik vnášení vzorků do výboje, jako např. fy Jobin-Yvon, Fr. a LECO-Spectrums, Mi, USA, umožňující snadnou výměnu celých modulů včetně plazmové hlavice.

Doplňky pro přímou analýzu pevné fáze jsou dostupné od menšího počtu výrobců. Jiskrové generátory suchých aerosolů z vodivých vzorků dodávají firmy ARL (DSN), Jobin-Yvon, Jarrell-Ash, Baird i Spectro-Analytical.

Pro elektrotermickou generaci aerosolů jsou pro ICP a DCP-OES vyráběny doplňky firmami P.S. Analytical, Orpington, U.K. typ 60.800 ETV a Seiko Instr., Inc., Tokyo, Jap. typ MSS. Komerční zařízení pro analýzu pevných vzorků přímým ohřevem plazmatem, obdobné zařízení SET fy KONTRON Spektralanalytik, GmbH, Eching, FRG není v současné době vyráběno.

Pro techniku generace plynných hydridů dodávají již prakticky všichni významnější výrobci doplňky, z nichž mnohé jsou použitelné universálně jak pro ICP/DCP-OES, tak pro AAS.

Plazmové hlavice dodávané různými výrobci umožňují udržovat stabilní výboj i při nižších průtocích plynu, pro vodné roztoky hlavice s průměrem 18 mm při celkovém průtoku 10-13 l Ar/min., příp. jen 7 l/min : Jobin-Yvon model 24 a MAK Sherritt Gordon Mines, Ltd, CDN umožňující generaci výboje i při 250 W a celkovém průtoku asi 5 l Ar/min. Poslední je vyráběn v úpravách pro ICP zdroje Plasma Therm, Jarrell-Ash, ARL a Philips.

Firma ARL řešila úsporu argonu a energie konstrukcí miniaturizované hlavice průměru 13 mm - "Minitorch", která pracuje s průtoky Ar  $\leq 10$  l/min a příkony do 750 W. Je součástí systémů ARL 3410 a ARL 3560.

Spektrometry pro ICP-OES si vyžádaly dosti významné úpravy, aby umožnily využít přednosti zdroje a potlačit některé jeho vlastnosti, které komplikovaly zpracování spekter. Použití interferometrickou technikou vyráběných originálních mřížek místo původně používaných replik z rytých předloh umožnilo :

- 1) potlačit rozptyl záření intenzivních čar základních složek vzorků jako důsledku mimořádného lineárního rozsahu intenzit emitovaných zdrojem a 2) s mřížkami s velkou hustotou vrypů (až 4200/mm) dosáhnout vysokého praktického rozlišení u programovatelných monochromátorů až 8 pm, které umožňuje potlačit mnohé spektrální interference i ve spektrech bohatých čarami, např. při analýze směsí prvků vzácných zemin, preparátů W, Mo, U, Zr ad. i při analýze vzorků emitujících složité molekulární pozadí, např. organických rozpouštědel a směsí plynů. Tyto mřížky však dosud neumožnily využít vysokého rozlišení u klasických polychromátorů s fixními výstupními štěrbinami pro technické potíže se zajištěním teplotní stability polohy spektra. V poslední době se stále více uplatňují spektrometry s echelle mřížkami. Ty umožňují zkřížené dispersní optiky konstruovat velmi kompaktní přístroje s vysokou rozlišovací schopností a to jak monochromátory, tak polychromátory (Leeman Labs., Inc., USA, Philips-Pye-Unicam, U.K. a ARL/Fisons Instr., CA, USA), poněvadž teplotní stability spektra se u těchto kompaktních spektrometrů dosahuje snadněji než u klasických přístrojů s dlouhou ohniskovou vzdáleností. To také umožňuje s nepohyblivou mřížkou a pohyblivou sítí výstupních štěrbin v rovině spekter vyšších řádů (30.-120.) rychlé a přesné nastavení příslušné štěrbině na pík blízké čáry velmi malým pohybem, stejně jako měření pozadí v libovolném definovaném místě v jejím okolí u sekvenčního přístroje. Není tedy nutné vyhledávání píku analytické čáry krokováním mřížkou v zadané oblasti spektra, používané u klasických programovatelných monochromátorů, které často azvláště u slabých analytických čar ve strukturálním pozadí nebo v blízkosti jiné intenzivnější čáry selhává a vede k chybným výsledkům. Řidčeji je u echelle spektrometrů používána tandemová dispersní optika, kdy první dispersní člen funguje jako separátor řádů (SOPRA, S.A., Fr. a LECO-Spectroma, Mi, USA). Ojedinelé řešení [50] použila právě firma LECO-Spectroma pro konstrukci echelle polychromátoru Plasmarray ICP nejvyšší cenové třídy se třemi tandemovými mřížkami, z nichž první funguje jako predispersní, ze získaného spektra malého rozlišení vybírají masky ve fokální rovině zvolené spektrální oblasti, které druhá mřížka rekombinuje do kvasibílého paralelního svazku, který je dále dispergován

třetí echelle mřížkou s velkou dispersí do fokální roviny, v níž je umístěn lineární fotodiodový detektor s 1024 prvky zpracovávajícími vybrané oblasti spektra v rozsahu 165-800 nm. K dispozici je 30 souborů analytických čar volených změnou masek s možností reálné korekce pozadí simultánně "off-peak", což u žádného komerčního přístroje dosud nebylo možné. Jako jediný komerční ICP systém je také vybaven polovodičovými 2kW ICP zdrojem pracujícím na frekvenci 27.12 nebo 40.68 MHz, což usnadňuje přenos metodik vypracovaných na jiných systémech (např. pro EPA-CPL).

Jen někteří výrobci (ARL, Jarrell-Ash, Labtam) používají, zejména u simultánních spektrometrů, klasické ryté mřížky, umožňující s využitím vyšších řádů (1.-3.) kompaktnější stavbu přístroje s dostatečně širokým rozsahem vlnových délek a uspokojivou rozlišovací schopností v krátkovlnné oblasti. Rozptyl světla je potlačován úzkopásmovými filtry a volbou fotonásobičů vhodných spektrální citlivosti.

Většina přístrojů umožňuje i měření v krátkovlnné vakuové oblasti UV do 170 nebo 165 nm proplachem systému Ar nebo N<sub>2</sub> s příp. evakuací.

Ojedinelé řešení ICP spektrometrického systému zvolila také firma SpectroAnalytical, SRN. Systém sestává až ze 3 vícekanálových simultánních spektrometrů (polychromátorů) a jednoho monochromátoru. Přímé osvětlení štěrbinou zdrojem je použito pouze u spektrometru pro vakuovou oblast spektra. Spektrometry pro oblasti spektra nad 195 nm jsou osvětlovány pomocí vláknové optiky, která umožňuje jednak kompaktní konstrukci celé sestavy, jednak volit optimální oblast výboje pro měření určité skupiny analytických čar. Řešení s více spektrometry usnadňuje rozmístění prvků ve fotoelektrické kameře, což vede k velmi atraktivní ceně celé sestavy. Její vlastnosti jsou však mezi jiným značně závislé na kvalitě použitých světlovodů.

ICP-OES se uplatňuje stále více jako prvkově selektivní detektor v hybridních technikách, zvl. ve spojení s iontovou a ostatními variantami kapalinové a plynové chromatografie [2]. Rozšiřuje se tak možnost vazebného rozlišení prvků ve složitých vzorcích. Spojení on-line s těmito technikami umožňuje také významné zlepšení detekční schopnosti a potlačení rušivých vlivů v jinak obtížných vzorcích. Pro techniku IC-ICP-OES jsou již komerčně dostupné doplňky použitelné s různými spektrometrickými systémy ICP nebo AAS (Knapp, GmbH, Graz, Rakousko) nebo přizpůsobené určitému typu spektrometrů a softwaru pro automatizovanou analýzu (Dionex IC/ICAP Thermo Jarrell-Ash, Sunnyvale, CA, USA; Breda, Holl.). On-line uspořádání snižuje současně se zlepšením detekční schopnosti až o 2 řády nebezpečí kontaminací. [43, 45] Lze očekávat, že budou vbrzku využívány i jiné vhodné techniky on-line zakoncentrování, např. kapalinová extrakce a difuze.

Další perspektivy rozvoje ICP-OES lze v nejbližší době očekávat :

- 1) V rozšíření možností přímé analýzy pevné fáze různými technikami, zvl. SET a ETV pro malé vzorky, ale i pro koncentráty po úpravě techniky měření spektrálních intenzit a softwaru simultánních spektrometrů.
- 2) V rozšíření použití ICP výbojů ve směsích plynů ke zlepšení podmínek analýzy některých dosud obtížných vzorků (organických rozpouštědel a suchých aerosolů).
- 3) Ve zdokonalení transportu aerosolů a tím spolehlivosti měření.

4) Ve zlepšení techniky měření krátkodobých signálů při pulsním vnášení vzorků (FIA, koncentrační on-line techniky, analýza pevné fáze).

5) Ve zdokonalení instrumentace pro simultánní multielementární analýzu : zlepšení rozlišovací schopnosti, simultánní korekce pozadí, měření pulsních signálů.

6) V podstatném rozšíření hybridních technik s ICP-OES, které umožní zpracovávat ekonomicky velké počty vzorků v simultánní multielementární analýze různých materiálů, zvl. objektů životního prostředí na stopové koncentrace prvků.

#### Literatura :

- 1 J.Marshall, S.J.Haswell, S.J.Hill, J.A.A.S., 4, 111R (1989)
- 2 M.E.Tatro, Spectr.Internat. 2, 24(1990)
- 3 B.L.Sharp, J.A.A.S., 3, 613, 939 (1988)
- 4 K.A.Vermeiren, P.D.P.Taylor, R.Dams, J.A.A.S., 3, 571(1988)
- 5 J.A.Koropchak, H.Aryamany-Mugisha, D.H.Winn, J.A.A.S., 3, 799 (1988)
- 6 R.Peng, J.J.Tiggelman, M.T.C. de Loos-Vollebregt, Spectrochim.Acta, 45B, 189 (1990)
- 7 W.Nisamanepong, D.L.Haas, J.A.Caruso, Spectrochim.Acta, 40B, 3 (1985)
- 8 D.D.Nygaard, F.Bulman, Spectr.Internat., 2, 44 (1990)
- 9 F.J.M.J.Maessen, P.J.H.Seeverens, G.Kreuning, Spectrochim.Acta, 39B, 1171 (1984)
- 10 F.J.M.J.Maessen, G.Kreuning, J.Balke, Spectrochim.Acta, 41B, 3 (1986)
- 11 G.Kreuning, F.J.M.J.Maessen, Spectrochim.Acta, 42B, 677 (1987)
- 12 G.Kreuning, F.J.M.J.Maessen, Spectrochim.Acta, 44B, 367 (1989)
- 13 B.Magyar, P.Lienemann, H.Vonmont, Spectrochim.Acta, 41B, 27 (1986)
- 14 L.Ebdon, E.Hywell Evans, N.W.Barnett, J.A.A.S., 4, 505(1989)
- 15 R.C.Ng, H.Kaiser, B.Meddings, Spectrochim.Acta, 40B, 63 (1985)
- 16 Y.Q.Tang, C.Trassy, Spectrochim Acta, 41B, 143 (1986)
- 17 P.E.Walters, C.A.Barnardt, Spectrochim Acta, 43B, 325(1988)
- 18 S.E.Long, R.F.Browner, Spectrochim. Acta, 43B, 1461 (1988)
- 19 M.Murillo, J.M.Mermet, Spectrochim. Acta, 44B, 359 (1989)
- 20 G.Angleys, J.M.Mermet, Appl.Spectr., 38, 647 (1984)
- 21 A.Montaser, R.H.Clifford, S.A.Sinex, S.G.Capar, J.A.A.S., 4, 499 (1989)
- 22 J.Davies, Ch.M.Du, J.A.A.S., 3, 433 (1988)

- 23 E.H.Choot, G.Horlick, Spectrochim.Acta, 41B, 889, 907, 925, 935 (1986)
- 24 A.Montaser, Shi-Kit Chan, G.R.Huse, P.A.Viera, R.L.VanHoven, Appl.Spectr., 40, 473 (1986)
- 25 G.A.Meyer, M.D.Thompson, Spectrochim.Acta, 40B, 195 (1985)
- 26 K.Liu, N.Kovacic, R.M.Barnes, Spectrochim.Acta, 45B, 145 (1990)
- 27 P.Yang, R.M.Barnes, Spectrochim.Acta, 45B, 167 (1990)
- 28 J.W.Olesik, S.J.Den, Spectrochim.Acta, 45B, 731 (1990)
- 29 E.Plško, Vestn.Slov.Kem.Drus. 35, 81 (1988)
- 30 J.Sneddon, P.G.Mitchel, Internat.Lab, 1987, 18
- 31 M.Riesch, H.Nickel, M.Mazurkiewicz, Spectrochim.Acta, 44B, 307 (1989)
- 32 V.Karanassios, G.Horlick, Spectrochim.Acta, 45B, 85 (1990)
- 33 V.Karanassios, G.Horlick, M.Abdullah, Spectrochim.Acta, 45B, 105, 119 (1990)
- 34 J.P.Matousek, R.T.Satumba, R.A.Bootes, Spectrochim.Acta 44B, 1009 (1989)
- 35 J.A.C.Broekaert, F.Leis, B.Raeymaekers, Gy.Zaray, Spectrochim.Acta, 43B, 339 (1988)
- 36 L.Ebdon, A.R.Collier, Spectrochim.Acta, 43B, 355 (1988)
- 37 L.Ebdon, A.R.Collier, J.A.A.S., 3, 557 (1988)
- 38 L.Ebdon, M.E.Foulkes, M.G.H.Parry, J.A.A.S., 3, 753 (1988)
- 39 Huang Min, Shen Xi-En, Spectrochim.Acta, 44B, 957 (1989)
- 40 M.Yamamoto, Y.Obata, Y.Nitta, F.Nakata, T.Kumamaru, J.A.A.S., 3, 441 (1988)
- 41 X.Wang, R.M.Barnes, J.A.A.S., 3, 509 (1988)
- 42 S.T.Hartenstein, J.Růžička, G.D.Christian, Anal.Chem., 57, 21 (1985)
- 43 G.Knapp, K.Müller, M.Strunz, W.Wegscheider, J.A.A.S., 2, 611 (1987)
- 44 N.Furuta, K.R.Brushwyler, G.M.Hieftje, Spectrochim.Acta, 43B, 349 (1989)
- 45 G.Knapp, sdělení na semináři kat.anal.chem., přír.fak. MU Brno, 15.5.90
- 46 P.W.J.M.Boumans, J.J.A.M.Vracking, Spectrochim.Acta, 42B, 553 (1987)
- 47 J.Toman, Ref. 6.Čs.konf.at.spektr., Širava, květen 1989
- 48 J.Toman, V.Kanický, Poster PA-27, 8.Čs.spektr.konf. a IX. CANAS, Č.Budějovice, červen 1988
- 49 J.Toman, Ref. 3.Čs.ICP seminář, Smolenice, březen 1990
- 50 V.Karanassios, G.Horlick, Appl.Spectr. 40, 813 (1986)

## SOUTĚŽ MLADÝCH SPEKTROSKOPIKŮ 1989

V návaznosti na oznámení výsledků Soutěže mladých spektroskopiků za rok 1989 v Bull. 59/1989 přinášíme stručná resumé soutěžních prací (resp. souboru prací), jak nám je poskytli ocenění autoři.

V. Anděra, ÚFCHE J.H. ČSAV, Praha: Studium dispergovaného rhodia metodou XPS a XAES

Soubor tří prací se zabývá studiem systémů rhodia dispergovaného na podložkách uhlíku a  $TiO_2$  metodou fotoelektronové a rentgenovskými buzenými Augerovými elektronovými spektroskopie. V prvním z nich jsou studovány klastry rhodia vzniklé po napaření kovu na slabě interagující podložku - uhlík. Závislosti parametrů spekter na množství deponovaného kovu jsou diskutovány z hlediska velikosti klastrů. V druhé práci jsou sledovány děje, ke kterým dochází zahříváním systému Rh/C ( do teploty  $600^\circ C$  ), kdy rhodium difunduje do podložky nebo se klastry rhodia shlukují na povrchu ve větší agregáty. V poslední práci je studována interakce rhodia s podložkou  $TiO_2$ , jev který je označován jako SMSI (strong metal-support interaction). Změny pozorované při přechodu do stavu SMSI jsou vysvětlovány elektrochemickými ovlivňováními rhodiových klastrů podložkou.

I. Jirka, ÚFCHE J.H. ČSAV, Praha: Studium měděných klastrů na uhlíku metodou elektronové spektroskopie chemickou analýzou

V předloženém souboru prací jsou metodou elektronové spektroskopie pro chemickou analýzu /ESCA/ studovány měděné klastry na modifikovaných povrchích grafitu. Nejprve je analyzován charakter interakce mědi s povrchovým kyslíkem grafitu, který byl oxidován in situ, resp. oprášen argonovými ionty. Výsledky studia jsou užity k analýze závislosti elektronové struktury měděných depositů na stupni jejich dispersity. Takto charakterizované systémy lze použít jako modely reálných heterogenních katalyzátorů na bázi dispergované mědi.

M. Miglierini, SVŠT EF KJFT, Bratislava: Justification of various fitting profiles for the Mössbauer spectrum analysis of metallic glasses

V dôsledku neekvivalentnosti jednotlivých atomárnych polôh v amorfnom materiáli sú čiary Mössbauerovho spektra široké a navzájom sa prekrývajú. Hyperjemné parametre spektra teda podliehajú určitým distribúciám. Na ich zistenie je potrebné analyzovať experimentálne spektrum podľa vhodne zvoleného modelu. Táto úloha však v súčasnosti ešte nemá jednoznačné riešenie.

Jeden z možných prístupov spočíva v pokrývaní spektra rozšírenými čiarami. Problém je však vo výbere ich adekvátneho analytického vyjadrenia. V práci sú diskutované rôzne typy čiar ( Gaussova, pseudo-Lorentzova, Pearsonova distribúcia VIII-ho typu a konvolúcia Gaussovej a Lorentzovej čiary) z pohľadu mechanizmu rozšírenia spektrálnej čiary. Simulované aj experimentálne Mössbauerové spektrá kovového skla typu Fe-B sú analyzované metódou DISPA-plotov. Najvhodnejším typom čiary je konvolúcia Gaussovej a Lorentzovej čiary, ktorá umožňuje zároveň aj skúmanie vzájomných korelácií medzi príslušnými hyperjemnými parametrami.

### Informace o soutěži mladých spektroskopiků

Československá spektroskopická společnost při ČSAV pořádá každoročně SOUTĚŽ MLADÝCH SPEKTROSKOPIKŮ, do níž jsou přijímány práce ze všech oborů spektroskopie autorů mladších 35 let. Cílem soutěže je podpořit zájem mladých pracovníků aktivně činných v oborech atomové a molekulové spektroskopie či ve speciálních spektroskopických metodách (rtg. spektrometrie, elektronová mikroanalýza, hmotnostní spektrometrie, radioanalytické metody, Mössbauerova spektroskopie, elektronová a iontová spektroskopie apod.) o vědeckou práci a zejména o praktické využití spektroskopie v technické praxi.

Do soutěže lze přihlásit práci dosud neoceněnou, publikovanou či přijatou k publikaci a to i jako soubor dílčích prací v daném oboru. Při spoluautorství je třeba přiložit prohlášení autorů starších 35 let o podílu soutěžícího autora na vzniku práce. Soutěžní práce v dvojím vyhotovení a s dokladem o publikaci práce (separát nebo potvrzení o přijetí k publikaci) se zasílají každoročně k 1. říjnu na adresu :

Čs. spektroskopická společnost  
sekretariát  
160 00 Praha 6, Kozlovská 1

Odbornou úroveň prací posoudí dva recenzenti z příslušného oboru spektroskopie a hlavní výbor Čs. spektroskopické společnosti pak rozhodne o udělení cen (1. cena 2000 Kčs, 2. cena 1000 Kčs, 3. cena 500 Kčs) a diplomů. Při posuzování soutěžních prací je zejména oceňován přínos praxi, zavedení nových metodik a jejich praktické využívání nebo vlastní konstrukční řešení přístrojového vybavení.

Československá spektroskopická společnost při ČSAV se obrací na vedoucí pracovníky průmyslových závodů, vědeckých institucí i vysokých škol, aby na svém pracovišti podpořili zájem mladých spektroskopiků o tuto soutěž.

### INFORMACE

#### Informace o možnosti dovozu a vývozu referenčních materiálů

Komise pro standardy a referenční materiály ČSSS upozorňuje všechny uživatele a výrobce referenčních materiálů, že byla zřízena nová agentura, zabývající se dovozem a vývozem referenčních materiálů a poradenskou činností v této oblasti. Zájemci mohou získat další informace na adrese :

Ing. Jan Čarík  
Obchodní agentura Hlávkovy nadace ČVUT  
Jungmannova 14  
110 00 Praha 1

telefon 235 1147 (sekretariát)

#### Připravované konference

EMAS 91 Modern Developments and Applications in Microbeam Analysis  
14 - 18 May, 1991, Dubrovnik, Yugoslavia  
Prof. M. K. Pavičević, University of Belgrade  
Faculty of Mining and Geology, University  
Laboratory for Electron Microanalysis  
Dušina 7, P.O. Box 244  
YU-11000 Belgrade

12th IMSC International Mass Spectrometry Conference  
26 - 30 August, 1991  
Conference Secretariat IMSC-XII  
c/o RAI Organisatie Bureau Amsterdam by  
Europaplein 12, 1078 GZ Amsterdam, The Netherlands

Upozornění na možnost získání křemenného spektroskopu  
(odkoupení z likvidačního řízení) uvitá

Ing.František Haselman, U plynárny 64, 140 00 Praha 4  
(telefon 732751-7, linka 756).

#### NABÍDKA PUBLIKACÍ

V sekretariátě Čs.spektroskopické společnosti je možno objednat :

- Kurs metodiky kvantitativnej spektrochemickej analýzy (30 Kčs)
- Vybrané metody analytické atomové spektrometrie (skripta) (42 Kčs)
- Optimalizace elektron. trasy (1982) (30 Kčs)
- Podzimní škola hmotnostní spektrometrie (1988) (14 Kčs)
- Kurs RTG 1987 (93 Kčs)
- Škola hmotnostní spektrometrie (1990) (20 Kčs)

Československá spektroskopická společnost při ČSAV

adresa sekretariátu : 160 00 Praha 6, Kozlovská 1

Redakce : Dr.Milan Fara, CSc

Techn.redakce : P.Vampřlová. Redakční uzávěrka srpen 1990.

Pouze pro vnitřní potřebu