

Československá spektroskopická společnost

# Bulletin

30

1979

Čs. spektroskopická spol.  
př. ČSAV  
K N I H O V N A  
Přírůstk. č. 145

27. schůze hlavního výboru Čs. spektroskopické společnosti při ČSAV se konala dne 25. června 1979 v Národním technickém muzeu v Praze 7.

Schůzi zahájil Dr. Josef Kuba a předal vedení schůze prof. Ing. Eduardu Plškovi.

Zprávu o činnosti předsednictva přednesl Dr. Moldan. Znovu upozornil na platné zásady pro pořádání akcí Společnosti; jestliže je pořadatelem ČSSS, je nutno, aby byla zahrnuta v plánu a rozpočtu. Jestliže je Společnost spolupořadatelem, akce musí být předem schválena předsednictvem a všichni zainteresovaní členové Společnosti musí být o akci informováni.

Prof. Plško byl pověřen, aby zastupoval Čs. spektroskopickou společnost na schůzi národních delegátů na XXI. CSI (Colloquium Spectroscopicum Internationale) a 8. ICAS (International Conference on Atomic Spectroscopy) v Cambridgi.

Ing. Trška přednesl návrh plánu odborné činnosti na rok 1980. Hlavní akcí v roce 1980 bude 6. čs. spektroskopická konference v Nitře.

Čs. spektroskopická společnost uspořádala ve dnech 18.-22.6.1979 v Mikulově v Krušných Horách seminář "Metodické otázky analýzy anorganických složek ovzduší". Seminář připravil a řídil Dr. Bedřich Moldan, CSc.

Přednášky byly zaměřeny na otázky odběrů vzorků, metod stanovení plyných, pevných a kapalných složek ovzduší a interpretace a hodnocení výsledků. Důležitou součástí byly přednášky z oboru meteorologie a organizace měřicích sítí. V rámci semináře byla uspořádána exkurze, při které byly shlédnuty rekultivační akce v Severočeském hnědouhelném revíru a lesní porosty vrcholových partií Krušných hor, zasažené

exhalacemi. V závěru semináře proběhla diskuse na tema správnosti, přesnosti a reprezentativnosti výsledků a hlavních zdrojů chyb.

Byly předneseny přednášky :

Dušan Z á v o d s k ý , Magdaléna B r e ž n á , Hydrometeorologický ústav, Bratislava: Problémy kontroly regionálneho znečistenia ovzdušia.

Jaroslav Š a n t r o c h , Irena T e s a ř o v á , Hydrometeorologický ústav-OSOČO, Praha: Měření znečištění ovzduší v Praze.

Magdaléna B r e ž n á , Dušan Z á v o d s k ý , Hydrometeorologický ústav, Bratislava: Experimentálny výskum znečistenia ovzdušia vo vybraných oblastiach SSR.

Jan A b r a h a m , Hydrometeorologický ústav, Ústí nad Labem: Sledování znečištění ovzduší v oblasti Podkrušnohoří systémem Philips.

František R e i n , ČSAV Ústav fyziky atmosféry, Praha: Meteorologické aspekty měření škodlivin v ovzduší.

Ivan O b r u s n í k , Ústav jaderného výzkumu, Řež u Prahy: Některé metodické problémy při aktivací analýze atmosférických škodlivin.

Irena T e s a ř o v á , Hydrometeorologický ústav - OSOČO, Praha : Atmosférické aerosoly.

Tibor G á l , Katedra fyziky Pedagogickej fakulty, Nitra: Niektoré metodické problémy analýzy aerosolov iskrovým hmotnostným spektrometrom.

Natália P l i e š o v s k á , Karol F l ó r i á n , Katedra chémie HF VŠT, Košice: Spektrografické stanovenie stopových prvkov v prašných spádoch.

Jiří N o v á k , Hydrometeorologický ústav, Ústí nad Labem: Analýza sloučenin F a S v imisích.

Jan B r e j c h a , ORGREZ Most: Stanovení kysličníku dusíku a anorganických sloučenin fluora z téhož vzorku.

Pavel S á g n e r , Lubomír K a c e l e , Chemoprojekt Praha, J. M a c n e r , Hydrometeorologický ústav, Praha: Nové poznatky získané při studiu fotometrického stanovení kysličníku siřičitého metodou West-Gaeke.

Jiří Š m e j k a l , Vývojový a racionalizační ústav průmyslu papíru a celulózy IRAPA, Praha: Systém pro kontinuální měření emisí kysličníku siřičitého z výroby sulfitové buničiny.

Miroslav J e l í n e k , Katedra fyzikální elektroniky ČVUT FJFI, Praha: Dálkové měření anorganických složek v ovzduší pomocí laseru.

Dana F o t t o v á , Bedřich M o l d a n , Ústřední ústav geologický, Praha: Zkušenosti s odběrem srážkových vod.

Jiřina K o r e č k o v á , Ústřední ústav geologický, Praha: Analýza srážkových vod atomovou absorpční spektrometrií.

Miroslav V e s e l ý , Ústřední ústav geologický, Praha: Spektrofotometrické metody analýzy srážkových vod, používaných v Ústředním ústavu geologickém.

Vladimír M a r e k , Petr H o l l e r , Státní výzkumný ústav ochrany materiálu G.V.Akimova, Praha: Metodiky sledování úrovně znečištění na korozních atmosférických stanicích SVUOM.

Petr P ü s c h e l , Výzkumný ústav pro hnědé uhlí, Most: Kontaminace ovoce z SHR a referenčních oblastí anorganickými složkami aerosolů.

Eva O u t r a t o v á , OÚNZ - OHS, Praha: Obsah olova v ovoci rostoucím podél frekventovaných komunikací.

Bohumil Ž i t ň a n s k ý , Čs. metrologický ústav, Bratislava: Niektoré metrologické aspekty merania spadov a najmä anorganických zložiek ovzdušia.



## SEKCE OPTICKÉ ATOMOVÉ SPEKTROSKOPIE

24. pracovní schůze se konala dne 30.5.1979 v Havířově na téma "Proces inovace spektrochemické analytické metodiky, přístrojového vybavení a hodnocení technicko-ekonomické efektivity". Schůzi připravil a řídil Dr. Jan Mráz.

Byly předneseny přednášky:

Bohumil P o l e j , VŠCHT Praha: Spektrochemické analytické metody a předpoklady jejich inovací. resumé nedodáno.

Miloslav L u k á š , VÚ ČKD, Praha: Metodika zjišťování a zpracování prognostických informací.

Referát ve své úvodní části objasňuje a zdůvodňuje význam vědeckotechnických a prognostických informací pro práci vědeckých pracovníků a odborníků obecně a vymezuje oblast využívání obou druhů informací.

V dalším se zdůrazňuje význam vědeckotechnických a prognostických informací pro odborníky pracující v oblasti spektroskopie a nutnost předvídání důsledků rychlého rozvoje vědy a techniky pro tento obor, zejména vznik předpokládáných nových zařízení, přístrojového vybavení a metod práce. Upozorňuje se na význam automatizace a uplatnění počítačů v oblasti spektroskopie.

Navrhují se formy zjišťování a zpracování vědeckotechnických a prognostických informací pro odborníky ve spektroskopii, a to v souladu se současnými možnostmi. Doporučuje se odborná časopisecká literatura a upozorňuje se na možnost využívání magnetopáskových systémů INSPEC a CACON pro oblast spektroskopie. Uvádějí se některé základní pokyny pro práci s prognostickými informacemi.

V závěru se podává návrh na pokrytí informačních požadavků odborníků ve spektroskopii vyčleněním pracovníka pro tuto činnost, nebo vytvořením skupiny složené z pracovníků VTEI příslušných pracovišť a spektroskopických odborníků.

Jiří H o u s k a , VÚ ČKD, Praha: Mikroprocesory v inovaci přístrojové techniky.

Významnou možnost racionalizace zpracování toku informací ve spektroskopické laboratoři nabízí výpočetní technika. Ve srovnání s oblastí hromadného zpracování dat a vědeckotechnických výpočtů zde najde efektivní uplatnění i jednotka menší - mikro počítač.

Mikro počítače mohou pracovat se vstupy v přímém elektrickém napojení na zdroje informací nebo povelů. Výstupy mikro počítače jsou napojeny na informační displeje - může být použita tiskárna, dálnopis, video - displej. Právě tak mohou výstupy dávat signály pro výkonné členy jako jsou elektricky ovládané spínače, signalizace, ventily, servopohony atd. Pro komunikaci obsluhy s mikro počítačem lze použít klávesnici pro vstup a displej pro výstup dat.

Některé mikro počítače používají pro uchování dat a programu i magnetické paměťové jednotky - kazetu nebo Floppy disk. Nejčastěji užívané jazyky (blok s firmware) jsou obdobou jazyka BASIC, jehož jedna verze pro mikro počítače má jméno TINY - BASIC.

Mikro počítač samotný může být velkoseriovým a tedy i laciným výrobkem. Pro jednotlivé aplikace jsou specializované jen bloky přizpůsobení na vstupech a výstupech a základ zůstává univerzální.

Odborná skupina laserové mikroanalýzy

7. pracovní schůze se konala dne 29.5.1979 v Havířově.

Schůzi připravila a řídila Ing. Vladimíra Jánošíková.

Byla přednesena přednáška:

Josef K o z á k , Vysoká škola zemědělská, Praha: Otázky přístrojové techniky laserové mikroanalýzy.

Přednáška obsahovala kritické zhodnocení technických parametrů mikroanalýzátoru LMA 1 pro nejčastěji využívané pracovní podmínky mikroanalýzy s tímto přístrojem: dvojestupňový systém buzení s laserem v neřízeném provozu.

Byl zhodnocen vliv kapacity a indukce sekundárního zdroje, vliv geometrického uspořádání elektrod sekundárního zdroje a vzorku, kontaminace okolí zásahu laserem sekundárním elektrickým výbojem a byly uvedeny konkrétní výsledky z realizace metody pro analýzu geologických materiálů.

V další části přednášky byly uvedeny výsledky pro reprodukovatelnost úběru hmoty při analýze s různým průměrem kráterku (pro 80  $\mu$ m 10 - 20 % rel.) a praktické využití regresní závislosti intenzity spektrální čáry na úběru hmoty (resp. objemu vzniklého kráterku) ke kalibraci a



vyhodnocení výsledků bez použití referentního prvku. (Uveden příklad pro stanovení Fe v geologických materiálech).

Dále byly hodnoceny i další obecné možnosti využití laserové mikroanalýzy, jako je zmenšení průměru stopy na vzorku při mikroanalýze a využití řízených impulsů.

Byly uvedeny i další aplikace laserů ve spektrální analýze: ve spojení s fotoelektrickým detekčním systémem, ve spojení s hmotovým spektrometrem a s úpravou k realizaci atomové absorpční spektrometrické analýzy.

Odborná skupina spektroskopie kovů

6. pracovní schůze se konala dne 29.5.1979 v Havířově.

Schůzi připravila Ing. Oldřiška Staňková.

Byla přednesena přednáška:

Jindřich L e g o , ČVUT, FEI, katedra fyziky,  
Praha: Současná problematika a další vývoj budících zdrojů pro spektrochemickou analýzu.

Jedním z fundamentálních článků celého spektrochemického analytického procesu při analýze látek ve vizuální a ultrafialové oblasti spektra jsou budící zdroje. Na správné funkci zdroje závisí nejen kvalitativní a kvantitativní výsledek analýzy, ale především jeho správnost a přesnost. Přitom rozšiřování využití spektrochemické analýzy a požadavky na zkrácení a automatizaci celého procesu význam budících zdrojů dále zvyšují.

Zdroje, které dnes přicházejí v úvahu, pracují vesměs v pulsním režimu, který má řadu předností. Lze jím krátkodobě vybudit i výšepoložené energetické hladiny, při přijatelném středním zatížení elektrod, které se často ještě snižuje průtokem inertního plynu.

Až dosud vládne představa, že dostatečný počet výbojů, přes něž se integrace provádí, již zaručuje i dostatečnou reprodukovatelnost výsledku analýzy. Proti této domněnce lze vznést několik námitek zásadního rázu. Je nutno hledat spolehlivé cesty ke stabilizaci výboje. Vedle uplatnění pomocného jiskřiště či zapálení výboje externím zdrojem je možno zlepšit parametry analytického jiskřiště v elektrickém obvodu budícího zdroje.

Z hlediska fyziky plazmatu lze problém stručně charakterizovat tak, že je nutno zajistit okrajové podmínky a některé parametry plazmatu tak, aby se staly zanedbatelnými fluktuačními podmínkami pro analýzu. Toho lze dosáhnout např. vnějším magnetickým polem vhodné konfigurace, výrazným makroskopickým prouděním plazmatu (stabilizace plynovým či kapalinovým vírem) nebo vnějším tlakem.

Další možností realizovat budící zdroj potlaču-

jící nestability plazmatu je zavést zpětnou vazbu od výbojového proudu zpět ke zdroji. Ideální by však bylo, kdyby zpětná vazba byla vedena nikoliv od výbojového proudu, ale od intenzity spektrální čáry. V současné době se teorie dynamiky zpětnovazebních soustav studuje velmi podrobně jak z hlediska jednoduchých soustav s přímým vlivem, tak i soustav složitějších, využívajících moderních kybernetických prvků a schopných programování (mikroprocesory).

Odborná skupina automatické spektrometrie v hutnictví

4. pracovní schůze se konala dne 29.5.1979 v Havířově.

Schůzi připravil Ing. Karel Kuboň, CSc.

Byla přednesena přednáška:

Miloslav D v o ř á k , Výzkumný ústav ČKD,  
Praha: Ovlivnění procesu převodu materiálu do plazmatického stavu strukturou analyzovaných vzorků.

Na základě speciálně připravených vzorků odlišných z tvárné litiny do kokily z čisté mědi rozměru 100 x 100 x 355 mm byl sledován mechanismus transportu materiálu do plazmatu. Odlité vzorky měly průměr 45 mm s odstupňovanou tloušťkou 4 mm, 8 mm a 16 mm. Kromě toho byl poslední vzorek o tloušťce 16 mm odléván do pískového jádra. Pro vzorky č. 1 až 4 byly naměřeny rychlosti chladnutí: 185 K/sec., 130 K/sec., 79 K/sec., 24 K/sec. Po úpravě analyzované plochy pro kvantometrickou analýzu byl každý vzorek zvážen a odjiskřen za stejných parametrů. Úbytky stanovené dalším vážením byly pro vzorek č. 1 až 4: 12,8 mg, 10,9 mg, 9,8 mg a 2,5 mg. Metalografické vyšetření ukázalo, že vzorek č. 1 až 3 má bílou strukturu s různou velikostí jednotlivých strukturních útvarů. Vzorek č. 4 pak představuje tvárnou litinu s vyloučeným kuličkovým grafitem.

Spektrometrická měření provedená za stejných podmínek ukázala, že výstupní signály u prvních tří měření se u uhlíku a křemíku výrazně liší. Nejvýraznější rozdíl byl zjištěn u vzorku č. 4. Z výstupních signálů lze odvodit, že vlastní výboj v první fázi napadá u vzorku č. 4 kuličky vyloučeného grafitu na úkor vlastní kovové matrice.

Rychlost chladnutí vzorku, struktura vzorku, transport materiálu vzorku do plazmatu tvoří řetěz, ve kterém každá jeho část může podstatným způsobem ovlivnit výsledek analýzy. Částečně je možno eliminovat tyto skutečnosti vhodným předjiskřením. Srovnáním předjiskřovacích křivek studovaných vzorků dojdeme k závěru, že totožných výsledků u vzorku č. 1 dosáhneme po 20 sec. předjiskření, u vzorku č. 2 po 80 sec., u vzorku č. 3 po 100 sec. a u vzorku č. 4 po 200 sec.

## Odborná skupina spektroskopie nevodivých materiálů

Ve dnech 11.-15. června 1979 se uskutečnil kurz Metodiky kvantitativní spektrochemické analýzy pořádaný Československou spektroskopickou společností při ČSAV, Odbornou skupinou spektroskopie nevodivých materiálů v Školskom rekreačnom stredisku, Elektrárň II., Senec, Slniečna jazera.

Vedoucím kurzu byla RNDr. Jana Kubová.

Kurz absolvovalo 26 posluchačů s různorodým stupněm vzdělání a různým stupněm praxe v oboru kvantitativní emisní spektrální analýzy.

Prvá část kurzu byla obecná, druhá byla specializována na skupiny geologických materiálů a vodivých kovových materiálů. Semináře byly zaměřeny na popis konkrétních pracovních metodik.

Na závěr kurzu účastníci navštívili spektrochemické pracoviště Geologického ústavu PFUK, Bratislava.

Lze konstatovat, že kurz splnil v celém rozsahu vytčené poslání a lze jej označit za úspěšný. Pro kurz byla vydána skripta.

## Odborná skupina atomové absorpční a plamenové spektroskopie

Kurz atomové absorpční spektroskopie byl uspořádán ve dnech 12.-13. června 1979 na VŠCHT v Praze.

Teoretická část kurzu (8 přednášek) se uskutečnila intenzivní formou (8 hodin denně) ve velké posluchárně na VŠCHT Praha. Na závěr proběhla panelová diskuse, kde všichni přednášející odpovídali na dotazy týkající se praktických analytických problémů jednotlivých účastníků kurzu. Posluchači, kteří se přihlásili i na praktickou část kurzu, byli rozděleni na jednotlivá školící pracoviště. Praktická část kurzu se uskutečnila individuálně v laboratořích VŠCHT Praha, ÚJG Praha, EGU Praha, Lachema Brno a PŘFKU Bratislava a bude ukončena do konce r. 1979.

Kurz se setkal s velkým zájmem a pozorností všech účastníků. Byla oceněna vysoká úroveň všech přednášek a zejména skript (které všichni absolventi kurzu obdrželi), protože v současné době v české literatuře chybí monografie, která by o AAS pojednávala v potřebné šíři a zachycovala vývoj posledních let této významné analytické metody. Kurz přispěl k rozvoji AAS a jistě usnadní začínajícím pracovníkům vstup do tohoto oboru.

## SEKCE MOLEKULOVÉ SPEKTROSKOPIE

Odborná skupina spektroskopie pevného stavu

14. pracovní schůze se konala dne 28.3.1979 v Praze.

Schůzi připravila a řídila Dr. Milena Závětová, CSc.

Byla přednesena přednáška:

Claude M. P e n c h i n a , Department of Physics and Astronomy, University of Massachusetts : Cathodoluminescence from chromium and oxygen in gallium arsenide.

Two luminescence bands have been previously reported in gallium arsenide doped with chromium, one centred around 0.80 eV with a no-phonon line at 0.839 eV, the other a featureless band centred around 0.56 eV (1, 2). We present the results of high resolution cathodoluminescence measurements with show that the line at 0.839 eV has 13 components and that there are three broader lines at around 0.57 eV associated with the lower energy band. Temperature dependence measurements have shown that there is no shift in the transition energies between 4K and 25K, and indicate that splitting occurs in both the initial and final states of the transitions. Relative transition rates have been determined from the thermalization measurements on the no-phonon lines. Weak absorption lines close to 0.84 eV are also reported; Their relationship with the luminescence features, the broad absorption band previously seen in this spectral region (3) and photoconductivity (4) will be considered. These lines are correlated to a crystal field model with anharmonic Jahn Teller coupling. The effect of oxygen in these spectra is also considered (5).

1. H.J. Stocker and M. Schmidt, J. Appl. Phys. **47**, 2450 (1976)
2. W.H. Koschel, S.G. Bishop and B.D. McCombe, Solid State Commun. **19**, 521 (1976)



3. D.Bois and P.Pinard, Phys.Rev. **B9**, 4171 (1974)  
Ippolitova et al., Sov.Phys.Semicond. **9**, 864 (1976)
4. Tyler, Jaros and Penchina, Appl.Phys.Letters **31**, 208, (1977)  
Masut and Penchina (unpublished)
5. E.Lightowers, M.Henry and C.Penchina, Int.Conf. on  
Physics of Semiconductors, Edinburgh, 1978.

Supported in part by the Office of Naval Research under contract N00014 - 76 - C - 0890, by the Science Council, and the University of London Central Research Fund.

15. pracovní schůze se konala dne 23.5.1979

v Praze.

Schůzi připravila a řídila Dr.Milena Závětová, CSc.

Byly předneseny přednášky:

P. Š i r o k ý, Fyzikální ústav ČSAV, Praha :  
Magnetooptické vlastnosti feritů se spinelovou strukturou.

Interpretace optických spekter feritů se spinelovou strukturou na základě známých experimentálních údajů je dosud obtížná. Bylo konstatováno, že zdrojem dalších informací by mohla být magnetooptická spektra, která dosud nelze získat z literatury.

Hlavní část přednášky byla věnována rekapitulaci měření polární Kerrovy rotace (PKR), prováděných ve Fyzikálním ústavu. Pozornost byla zaměřena především na rozbor modulačních technik používaných při magnetooptických experimentech a byly shrnuty zkušenosti s modulací pomocí Faradayovy rotace v toluénu, dále pravouhloú modulací navrženou Rinzemou a nakonec s modulací pomocí rotujícího polarizátoru. Tento rozbor byl ukončen celkovým popisem vlastního zařízení a vysvětlením funkce jeho jednotlivých částí.

V závěru byly získané zkušenosti dokumentovány změřenými spektry PKR ve spektrálním oboru od 0.5 do 4.0 eV pro osm vzorků ze systému  $Mn_xFe_{3-x}O_4$ ,  $x \in (0;1,6)$ . Změřené hodnoty PKR se pohybují v hodnotách řádově setin až desetin stupně; reprodukovatelnost je zhruba 10 %, patrně následkem poruch vznikajících při optickém leštění vzorků.

Z. Š i m š a, Fyzikální ústav ČSAV, Praha :  
Optické vlastnosti feritů se spinelovou strukturou.

Nejprve byla charakterizována velká skupina kysličníků 3d- přechodových prvků, jakožto skupina látek s velkým stupněm lokalizace valenčních elektronů odpovědných za význačné magnetické vlastnosti. Z elektrického hlediska patří tyto látky většinou mezi polovodiče s přeskokovým mechanismem vodivosti, při němž je aktivována pohyblivost nositelů proudu. Na základě rozložení elektronů mezi jednotlivé hladiny byl navržen jednoelektronový pásový model, tvořený širokým valenčním pásem 2p hladin aniontů

kyslíku  $O^{2-}$  a vodivostním pásem 4s od kationtů přechodového prvku. V zakázaném pásu, jehož šířka je podle typu kysličníku 5 - 10 eV se nacházejí degenerované lokalizované 3d-hladiny, které se vlivem výměnných interakcí a krystalovým polem štěpí na jednotlivé termy. Optické vlastnosti jsou pak charakterizovány řadou slabých úzkých absorpčních pásem v oboru energií dopadajících fotonů 1 - 3 eV, způsobených přechody mezi jednotlivými 3d-hladinami kationtů, následovaných při vyšších energiích (3 - 5 eV) přechody v důsledku přenosu náboje typu  $2p \rightarrow 3d$ , event. přechody na vyšší orbity kationtů typu  $3d \rightarrow 4s$ . Nástup vlastní absorpce v důsledku přechodů elektronů mezi valenčním a vodivostním pásem nastává až při energiích nad 5 eV. Tyto obecné závěry byly dokumentovány výsledky měření reflektivity, indexu lomu a absorpčního koeficientu manganatých feritů v oboru 0.5 - 5 eV. Vedle absorpčních pásem způsobených přechody na 3d- hladinách iontů  $Fe^{3+}$  a  $Mn^{2+}$  se podařilo identifikovat u některých složení v blízkém infračerveném oboru i příspěvek volných nositelů, který se dal uspokojivě vysvětlit pomocí teorie malého polaronu.

Odborná skupina magnetické rezonanční spektroskopie

Odborná skupina Magnetické rezonanční spektroskopie uspořádala 26.4.1979 svou 13. pracovní schůzi, jejíž téma bylo "Výuka NMR a EPR na vysokých školách". Schůze se konala v Brně v n.p. Lachema a byla pojata jako panelová diskuse na tato témata: Stav výuky v základních a specializovaných přednáškách, přístrojové vybavení a pomůcky včetně skript a učebnic a představy o tom, jak by měla výuka vypadat. Schůze se zúčastnilo 20 pedagogů z jednotlivých československých vysokých škol a to z VŠCHT Praha a Pardubice, z Matematicko-fyzikální fakulty KU Praha, Chemicko-technologické fakulty SVŠT Bratislava a z Přírodovědeckých fakult v Bratislavě, Olomouci a Brně.

Panelovou diskusi zahájil a účastníky přivítal Dr.M.Holík z n.p. Lachema. Po té informovali jednotliví účastníci diskuse o stavu výuky na svých vysokých školách.

Závěrem se většina diskutujících shodla v tom, že s NMR charakteristikami organických sloučenin by měli být studenti důkladněji seznamováni již v základních přednáškách z organické chemie, tak jak to vyžaduje současný trend, což se projevuje např. i v publikacích čistě syntetického charakteru. Dále bylo navrženo, aby byli zájemci o magnetickou rezonanční spektroskopii informováni v rámci korespondence odborné skupiny též o publikaci nových skript z tohoto oboru. K tomu je třeba, aby příslušní autoři oznámili název skript a jejich vydavatele jakmile skripta vyjdou předsedovi OS Doc.J.Komendovi na katedru fyzikální chemie PF UJEP v Brně.



## S e z n a m s k r i p t

- M. Popl a kol.: Základy instrumentální analýzy (VŠCHT Praha, VŠCHT Pardubice)
- P. Adámek, E. Janečková, J. Kuthan, J. Paleček, V. Skála, P. Tráška : Příklady z fyzikálních metod organické chemie (VŠCHT Praha, fak.organické technologie)
- Š. Kováč, A. Piklerová : Fyzikálne metódy zisťovania štruktúry organických zlúčenin - experimentálna technika a príklady (SVŠT Bratislava)
- Š. Kováč a kol.: Fyzikálne metódy zisťovania štruktúry organických zlúčenin (SVŠT Bratislava)
- O. Exner : Fyzikálna organická chémia-štruktúra a fyzikálne vlastnosti organických zlúčenin (SVŠT Bratislava)
- M. Holík : NMR spektroskopie pro chemiky (PF UJEP Brno)
- J. Ševčík: Protonová NMR spektroskopie (PF UP Olomouc)

14. pracovní schůze se konala ve dnech 30.5.-1.6.1979 v rekreačním středisku SAV v Pezinskej Babe. Schůzi připravil a řídil Doc.Ing.Dr.Jaro Komenda, CSC. Byly předneseny přednášky:

Alexandr T k á ě , Ústav chemickej fyziky, Chemickotechnologická fakulta, SVŠT, Bratislava: Voľné a koordinované radikály v biológii a vo výskume rakoviny študované metódou EPR

Nádorové bunky unikajú z integrálnej kontroly celého organizmu a chovajú sa ako nezávislé jednobuněčné organizmy. Po strate medzibuněčnej kontaktnej inhibície ich množenie a rast prebieha nekontrolovateľne bez koordinácie s potrebami celého organizmu. Táto antievolučná tendencia je charakterizovaná znížením obsahu informácií a vzrastom neporiadku. Neporiadok je silne nešpecifický a môže byť indukovaný veľkým počtom faktorov: žiarením, vysokou teplotou, fyzikálnym poškodením, chemickými karcinogénami, kyslíkovým stresom, vírusmi a tiež nekontrolovanou hladinou voľných radikálov.

Metódou EPR v období posledných desiatich rokov sa nazhromaždili experimentálne dôkazy o existencii voľných radikálov v biologickom prostredí zúčastňujúcich sa jednak normálnych buněčných procesov, jednak počas patologických procesov.

EPR spektroskopie sa úspešne aplikovala pri štúdiu prenosu vodíka ako aj elektrónového prenosu u reakcií chemických karcinogénov, u biologických a syntetických antioxidantov, ako aj pri štúdiu biologických

terčov reagujúcich s reaktívnymi kyslíkatými radikálmi alebo s radikálmi karcinogénov. Podstatne nové tendencie na úrovni metalenzymami katalyzovaných biologických reakcií boli odhalené štúdiom koordinácie peroxy radikálov na hémových skupinách kontrolných enzýmov respiračného cyklu. V príspevku boli diskutované nasledujúce oblasti chémie voľných radikálov v oblasti biológie a pri výskume chemicky indukovanej rakoviny:

1. Faktory kontrolujúce reaktivitu voľných radikálov v biologickom prostredí.
2. Jednoelektrónové redox reakcie v prítomnosti prechodných kovov a úloha kyslíkatých radikálov pri normálnych, enzymaticky kontrolovaných ako aj patologických radikálových reakciách.
3. Klasifikácia karcinogén-potenciálnych a karcinogén-prevenčných antioxidantov na základe reaktivity ich voľných radikálov a synergetických mechanizmov v prítomnosti E a C vitamínu a glutatiónu.

Stanislav B i s k u p i ě , Katedra fyzikálnej chémie, Chemickotechnologická fakulta SVŠT, Bratislava: Kvantovo-chemický prístup k výpočtom g-tenzora a konštant hyperjemnej interakcie.

Vychádzajúc z kvázirelativistického hamiltoniánu boli sformulované kvantovomechanické operátory dominantné pri výpočte konštant izotropnej hyperjemnej interakcie a zložiek elektrónového g-tenzora. Načrtol sa postup poloempirického prístupu pri výpočte konštant hyperjemnej interakcie z vypočítaných hodnôt spinových hustôt na s-orbitáloch jednotlivých atómov. Na odvodenie vzťahov pre výpočet zložiek g-tenzora sa využila poruchová teória do 2. poriadku. Boli diskutované problémy spojené s výpočtom jednotlivých maticových elementov a otázky invariance takto získaných výsledkov voči zmene polohy počiatku súradnicového systému. Tabuľkovou formou sa prezentovali výsledky výpočtov uvedených parametrov EPR spektier ab initio a semiempirickou INDO metódou.

G. P l e s c h , Ústav anorganickej chémie SAV, Bratislava: Použitie EPR pri štúdiu komplexov prechodných kovov fixovaných na povrchu anorganických nosičov.

Študovali sa EPR spektrá komplexu  $TiCl_3 \cdot 2THF$  viazaného na povrch anorganických nosičov ( $MgO$ ,  $SiO_2$ ) modifikovaných Grignardovým činidlom. Povrchové komplexy  $Ti(III)$  vykazujú asymetrické línie EPR  $g=1,94$ ,  $\Delta H=5$  mT, čo svedčí o tom, že  $Ti(III)$  je zabudovaný v ligandovom poli nízkej symetrie. Intenzita signálu EPR zodpovedá množstvu  $Ti(III)$  stanovenému cerimetricky, čo znamená, že  $Ti(III)$  je viazaný na povrchu vo forme magneticky izolo-

vaných komplexov. Pri zahriatí povrchového komplexu na 190°C prebieha pravdepodobne disproporcionačná reakcia  $2 \text{Ti(III)} \rightarrow \text{Ti(II)} + \text{Ti(IV)}$  a možno pozorovať nový úzky ( $\Delta H=0,95 \text{ mT}$ ) signál  $g=2,003$ , ktorý prislúcha pravdepodobne organickému radikálu fixovanému na povrch nosiča.

P. Stopka, D.M. Wagnerová, Ústav anorganické chémie ČSAV, Praha: EPR studie redukce tetrasulfoftalocyaninu vanadylu kyselinou askorbovou.

Metodou EPR spektroskopie bylo zjištěno, že při autooxidaci askorbátových iontů ve vodném alkalickém roztoku, katalysované tetrasulfoftalocyaninem vanadylu /VO (tspc)/ dochází k redukci katalysátoru na vanaditý komplex. Komplex  $\text{V}^{3+}$  lze reoxidovat kyslíkem na původní formu. Jsou diskutovány rovnováhy mezi monomérem a dimérem VO (tspc) za různých podmínek. Produkt autooxidace, kyselina dehydroaskorbová i kyselina askorbová tvoří adukt s VO (tspc), jak vyplývá z hyperjemné struktury spekter. Redukci VO (tspc) i reoxidaci komplexu  $\text{V}^{3+}$  lze v cyklech opakovat. Tvorba aduktů brání dimerisaci VO (tspc).

A. Staško, P. Pelikán, F. Tománovič, V. Patoprstý, Katedra fyzikální chemie SVŠT, Bratislava: Anion radikály vznikající při kationické redukci 2-furánových derivátů.

Furál a jeho deriváty sú v dimetylformamide reverzibilne redukované na príslušné anión radikály. Pomocou ESR boli merané a analyzované ich spektrá. Vypočítané hodnoty štiepných konštánt a polvlnových potenciálov INDO-metódou sú v dobrej zhode s experimentom. Maximálna hodnota štiepnej konštanty sa pozorovala pre aldehydický protón furánového anionu  $/a_H=1,01 \text{ mT/}$ , štiepne konštanty pre ostatné protóny furánového kruhu sú;  $a_H^3=0,115 \text{ mT}$ ,  $a_H^4=0,49 \text{ mT}$ ,  $a_H^5=0,64 \text{ mT}$ .

Pri substitúcii protónu v polohe 5 furánového kruhu dochádza k presunu spinovej hustoty nespáreného elektrónu na jadro dusíka  $/a_N=0,53 \text{ mT/}$  a k zníženiu na aldehydickom protóne  $/a_H=0,334 \text{ mT/}$ . Zmena polvlnového potenciálu pri jednotlivých substituentoch dobre koreluje s ich Hammetovými konštántami.

P. Balgavý, Farmaceutická fakulta a Ústav fyziky a biofyziky UK, Bratislava: Stabilné radikály v štúdiu štruktúry membrán.

Základnou zložkou biologických membrán sú dvojvrstvy fosfolipidov, ktoré pri fyziologických teplotách sa nachádzajú v oblasti fázového prechodu medzi tekutokryštalickou a gélovou fázou. K štúdiu štruktúry a dynamiky týchto sústav sa využívajú stabilné radikály nitroxylového typu. Pomocou spinových značiek (stabilný radikál kova-

lentne naviazaný na zložku membrány) možno získať údaje o segmentálnom parametre usporiadania (trans-gauche) pohyblivosti (korelačný čas) a polárnom profile membrány (difúzia  $\text{H}_2\text{O}$  do hĺbky membrány). Pomocou spinovej sondy (malá molekula stabilného radikálu) možno studovať rotačný a translačný pohyb radikálu a rozdeľovací koeficient radikálu medzi membránou a ju obklopujúcom  $\text{H}_2\text{O}$ . Vo všetkých prípadoch získanie príslušných parametrov predpokladá dôkladnú teoretickú interpretáciu EPR spektrier.

Zmerali sme aktivačné energie rotačného ( $E_r$ ) a translačného ( $E_t$ ) a difúzny koeficient translačného ( $D_t$ ) pohybu stabilného radikálu 2,2,6,6-tetrametyl-4-oxopiperidín-N-oxyl v tekutokryštalickej fáze  $R_\alpha$  sústavy lecitín +  $\text{H}_2\text{O}$ . Získané hodnoty:

$$E_r = 23,6 \text{ KJ} \cdot \text{mol}^{-1} \quad E_t = 23,7 \text{ KJ} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$D_t = 9,2 \pm 2,6 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

J. Pilař, Ústav makromolekulární chemie ČSAV, Praha: Další výsledky studia polymeru metodou spin-labelu.

V příspěvku byly porovnány výsledky získané při vyhodnocování korelačních dob z EPR spekter nitroxidů v oblasti výměnného zúžení za použití různých modelů. Model axiálně symetrické anizotropní rotační reorientace vede k získání hodnot korelačních dob  $\tau(0)$  a  $\tau(2)$  respektive složek axiálně symetrického rotačního tenzoru  $R_1$  a  $R_3$ . Tyto hodnoty jsou velmi citlivé na hodnoty složek tenzorů hyperjemné interakce z g-faktory studovaného nitroxidu. Hodnoty korelační doby  $T_p$ , které jsou do určité míry středními hodnotami  $\tau(0)$  a  $\tau(2)$ , na hodnoty tenzorů hyperjemné interakce z g-faktoru citlivé nejsou. Model isotropní rotační reorientace vede pouze k získání isotropní korelační doby  $\tau$ .

L. Omelka, A. Tkáč, J. Pospíšil, L. Jiráčeková, Katedra fyzikální chemie ČHTF SVŠT, Bratislava: EPR štúdium oxidácie orto a paraalkylidénbisfenolov.

Rôzne substituované orto a paraalkylidénbisfenoly boli oxidované 3 typmi iniciačných systémov na báze  $\text{Co}(\text{acac})_2$  a terabutylhydroperoxidu resp.  $\text{Co}(\text{acac})_2$  a molekulárneho  $\text{O}_2$ . V prípade paraalkylidénbisfenolov je možné v závislosti od použitého iniciačného systému pozorovať EPR spektrá primárne vybudovaných fenoxyllov (ktoré v prípade paraalkylidénbisfenolov s mostíkmi  $-\text{CH}_2-$  resp.  $-\text{CH}-$  ( $X = \text{alkyl, fenyl}$ ) pred-

cházejú na radikály galvinoxylového typu) alebo EPR spektrá radikálových komplexov cyklohexadienonyloxylových radikálov na kobalte. Oxidácia ortoalkylidénbisfenolov vedie podľa použitého iniciačného systému buďto k vzniku pomerne málo stabilných fenoxyllových radikálov alebo ku vzniku radikálových komplexov na kobalte.



Jaro K o m e n d a , Katedra teoretické a fyzikální chemie PF UJEP, Brno: K výpočtu spinových hustot a štěpících konstant semiempirickými metodami.

Vycházejíc z obecné Karplus Fraenkelovy teorie bylo pojednáno o výpočtu štěpících konstant ze spinových populací vypočtených dle MacLachlanova vztahu na základě jednoduchých HMO výpočtů radikálů. Na příkladu radikálu cyklohexadienylu bylo poukázáno na problematiku systémů, které se nedají dobře popsat v rámci -elektronového přiblížení; INDO metoda se jeví být nejvhodnější ze semiempirických metod, je však náročná na spotřebu strojového času a kapacitu počítače.

Autor testoval možnost využití výsledků výpočtu molekul EHT metodou a odvodil korelační vztahy pro použití této metody ke studiu ESR spekter substituovaných fenoxyl-radikálů, takže lze vedle hodnot celkových energií využít i ESR dat k určení konformace těchto molekul.

A. S t a š k o , Ľ. M a l í k , A. H r i v í k , M. M i k u l a , Katedra fyzikální chemie CHTF SVŠT, Bratislava: Stabilizačný účinok hydroxylamínov a nitronov v polymerizačných systémoch sledovaný EPR.

Uskutočnila sa ESR analýza produktov vznikajúcich pri blokovej polymerácii styrénu iniciovanej  $\alpha, \alpha'$ -azo-bis-izobutyronitrilom, dibenzoylperoxidom a termicky iniciovanej polymerácie za prítomnosti hydroxylamínov a nitronov. Získané údaje boli korelované s kinetickými parametrami polymerácie.

V priebehu inhibičnej periódy polymerácie za prítomnosti hydroxylamínov dochádza k abstrakcii hydroxylamínového protónu a k tvorbe príslušných nitroxiradikálov, koncentrácia ktorých počas inhibičnej periódy prechádza cez maximum. Ak príslušným substrátom bol  $\alpha, \alpha'$ -N-difenylnitron, vznikal počas inhibičnej periódy pri všetkých typoch iniciácie spinový adukt nitronu a rastového radikálu a jeho koncentrácia v polymeračnom systéme spojitě narastala. Ak vo funkcii nitronu byl použitý substrát, ktorý mal v susednej polohe nitroxu skupiny metylénovú skupinu (napr. fenyl-benzyl-nitron), pozorovala sa zmes radikálových produktov, ktoré vznikajú postupnou abstrakciou protónov metylénovej skupiny.

V. C h o l v a d , A. T k á č , A. S t a š k o , Ľ. M a l í k , Katedra fyzikální chemie CHTF SVŠT, Bratislava: Radikálové produkty oxidácie hydroxylamínov a ich nitronov koordinovanými peroxy radikálmi.

V práci bylo EPR metodou študované oxidatívne odbúravanie metylových resp. metylénových protónov nasledovných hydroxylamínov: Benzylfenylhydroxylamín, benzoyl-fenylhydroxylamín, dibenzylhydroxylamín a dietylhydroxylamín. Ako oxidačné činidlo boli použité koordinované RO<sub>2</sub>

radikály na Co<sup>+3</sup>(acac)<sub>2</sub>, ktoré boli pripravené reakciou rôznych typov hydroperoxidov s Co<sup>+2</sup>(acac)<sub>2</sub>. Rýchlosť oxidatívneho odbúravania nezávisí od typu peroxy radikálu, ale od jeho koncentrácie v systéme. Abstrakcia protónov prebieha v cykle spinový adukt-nitron-spinový adukt. Interpretácia spektier radikálových meziproduktov potvrdila predpokladaný mechanizmus oxidatívneho odbúravania a štruktúry vznikajúcich radikálov.

P. P e l i k á n , M. H r i c o v i n i , A. S t a š k o , Katedra fyzikální chemie CHTF SVŠT, Bratislava: Program pre automatickú optimalizáciu vysokorozlíšených ESR spektier.

Bol uvedený do chodu QCPE program ESR CON 197 pre automatickú simuláciu ESR spektier na počítači SIEMENS 4004/150. Experimentálne spektrum je možné zadať do počítača buď na páске, alebo vo forme manuálne odčítaných hodnot. Ďalej je potrebné odhadnúť počet interagujúcich jadier, ich spinové číslo a štíepne konštanty ako aj pološírku čiar. Metódou najmenších štvorcov potom dochádza k optimalizácii vypočítaných konštant.

Boli testované spektrá rôznej náročnosti na simuláciu. Ukázalo sa, že program je schopný simulovať len relatívne veľmi dobre rozlíšené spektrá, ktoré sa svojimi relatívnymi intenzitami bližšie k teoretickým. Je potrebný veľmi presný odhad parametrov s väčšou presnosťou ako cca 3%. Takúto vysokú presnosť odhadu pri bežne rozlíšených spektrách je možné dosiahnuť iba časove pomerne veľmi náročnou simuláciou. Tým sa možnosť využitia programu zužuje na mimoriadne kvalitné spektrá, alebo na jemné doladenie analyzovaných spektier a vyčíslenie chýb získaných parametrov. V súčasnej dobe pracujeme na vlastnej verzii programu, ktorý by mal mať širšie možnosti praktického využitia.



## SEKCE SPECIÁLNÍCH SPEKTROSKOPICKÝCH METOD

Odborná skupina rentgenové spektrometrie

19. pracovní schůze se konala dne 15. 5. 1979  
v Praze.  
Schůzi připravila a řídila Dr. Jaroslava Waňková, CSc.

Byly předneseny přednášky:

Miloš B u r i a n , Ústav pro výzkum rud, Praha:  
Stanovení mědi, olova a zinku v odpadních produktech po  
úpravě polymetalických rud.

Metoda rentgenové fluorescenční spektrální analýzy byla použita ke stanovení obsahu mědi, olova a zinku v odpadních produktech úpravy polymetalických rud z ložiska Horní Benešov, Zlaté Hory, Báňská Štiavnica. Stanovované koncentrace se pohybovaly v rozmezích 0,00X - 0,1X % Cu, 0,0X - 0,1X % Pb, a 0,0X - 0,1X % Zn.

V první fázi výzkumu byly pro každou lokalitu a pro každý prvek nalezeny podmínky stanovení, stanoveny rovnice kalibračních křivek, jejich korelační koeficienty a přesnost jednotlivých stanovení. Pro zjednodušení navržených metodik bylo zkoušeno stanovení jednotlivých prvků ve vzorcích z různých lokalit podle jedné kalibrační křivky pro každý prvek. Ve většině případů nebylo možno tento záměr uskutečnit bez dalších měření a zavedení příslušných korekcí. Jednotlivé lokality se jednak přece jenom liší svým složením, jednak jsou postupy a cíle jednotlivých úpravenských procesů různé, takže výsledné produkty se svým složením někdy dost značně liší. Pro překonání tohoto úskalí byla zkoušena t.zv. Andermannova korekce. Tento postup je oproti jiným korekčním metodám časově i technicky nejméně náročný. Navíc je zvláště vhodný pro vzorky s malým obsahem analyzovaných prvků. Dosažené výsledky

byly hodnoceny na základě hodnot korelačních koeficientů kalibračních křivek a maximálního rozptylu vnesených intenzit okolo proložené kalibrační přímky. V některých případech neměly tyto pokusy úspěch. Důvodem byly zřejmě daleko větší rozdíly ve složení analyzovaných vzorků než je tato korekce schopna obsáhnout.

Zélie H o u d k o v á , Ústav geologie a geo-  
techniky ČSAV, Praha: Stanovení lehkých prvků (Z=13-15)  
na rentgenovém spektrografu VRA-2 Zeiss Jena.

Bylo referováno o stanovení Al(13), Si(14), a P(15) v nerostných materiálech na rentgenovém spektrografu VRA-2 firmy Zeiss Jena. Měření byla provedena za použití krystalu PE pro všechny tři stanovované prvky. Pro srovnání byl křemík měřen ještě pomocí krystalu ADP.

Přednášející upozornila na velkou časovou nestabilitu tohoto přístroje v měřené oblasti a to nejen pro krystal PE, který je značně tepelně nestabilní, ale i v případě použití stabilního krystalu ADP (15% pokles intenzity za 5 hod.). Potlačení této nestability lze dosáhnout jen použitím metody měření proti vnějšímu standardu.

František B r ů n a , Chemické závody ČSSP,  
Litvínov: Použití rtg spektrometrické metody k analýze  
katalyzátorů.

V současné době se provádí na přístroji Philips PW 1410 stanovení Co, Mo, Ni, W a Cu, Pt, Rh a Pd na nosiči kysličníku hlinitém. Dále se provádí stanovení Cr, S a Ti na nosiči kysličníku železitém. V přírodní křemelině, která je po úpravě používána rovněž jako nosič katalyzátoru stanovujeme Ni a Cr. Dále se určuje obsah Pd na aktivním uhlí. Z nečistot se stanoví obsah Fe v kysličníku hlinitém.

Stanovení prováděná na kysličníku hlinitém a železitém se provádí z tablet, které jsou připravovány přímo slisováním materiálu do hliníkových misek. Pro přípravu tablet z přírodní křemeliny se jako pojídlo přidává 20 % stearanu hlinitého.

Stanovení Pd v aktivním uhlí se provádí v novodurových miskách přikrytých polyetylenovou folií.

Všechna stanovení jsou prováděna metodou vnějšího standardu, kromě stanovení paladia na aktivním uhlí, které je prováděno metodou vnitřního standardu. Jako vnitřní standard je používáno kadmium.

Pro vyhodnocení byly uměle připraveny řady standardů s odpovídajícími obsahy určovaných prvků, které byly analyzovány chemicky. Při analýze je současně se vzorky vždy analyzován minimálně jeden ze standardů.

Kromě kvantitativní analýzy je prováděna řada kvalitativních rozborů vzorků.

V plánu je stanovení Al, Ca, K, Fe v přírodní křemelině a stanovení veškerých aktivních složek katalyzátorů v kapalných vzorcích sytících roztoků.

Jaroslav Č e c h u r a , Ústřední výzkumný ústav Škoda o.p., Plzeň: Současný stav a perspektivy RTG spektrometrie v ÚVZÚ Škoda.

Byla přednesena informace o využití rtg spektrometrie při řešení analytických problémů v Chemických laboratořích ÚVZÚ. Laboratoře jsou vybaveny rtg fluorescenčním spektrometrem Philips PW 1450 ADP.

Provozně je zavedena metoda pro stanovení Mn, Si, P, Cr, Ni, Cu, Mo, V, Ti, W, Nb v nízko i vysocelogané oceli a metoda pro stanovení Mn, Si, P, Cr, Ni, Cu v šedé litině, včetně optimálního odběru vzorku tekutého kovu.

V dalších etapách bude řešena problematika rtg spektrální analýzy cínových pájek a ferroslitin.

Odborná skupina hmotové spektrometrie

9. pracovní schůze se konala dne 28. 2. 1979 v Bratislavě.

Schůzi připravil a řídil Dr. Miroslav Ryska, CSc.

Byly předneseny přednášky:

Vladimír K o v á č i k , Vincent M i h á l o v , Chemický ústav SAV, Bratislava: Využitie e.i. a c.i. hmotnostných spektier pri stanovení štruktúry oligosacharidov.

V štúdiu detailnej štruktúry látok, obsahujúcich sacharidy, je v popredí záujmu identifikačných metód hmotnostná spektrometria najmä v jedinečnom spojení s plynovou chromatografiou ako metódou separačnou. Pri riešení najzávažnejšieho problému určovania sekvencie jednotiek v polysacharidoch najviac prispieva hmotnostné spektrometrické stanovenie štruktúry oligosacharidov. Pri rozpracovaní metodiky pomohli i štúdiá prevedené v laboratóriu hmotnostnej spektrometrie CHÚ SAV. Ako modelové látky boli študované aldobionové, pseudoaldobionové kyseliny a ich 4,5-olefiny všetkých teoretických možných typov väzieb medzi jednotkami vo forme per-O-metyl derivátov.

K objasneniu fragmentačných zákonitostí peretylovaných oligosacharidov boli pripravené trideuterometylovými skupinami špecificky značených analógov študovaných látok a merané 70 i 12 eV nízko i vysokorozlíšené e.i. hmotnostné spektrá. Jednotlivé rozpadové prúdy boli sledované metastabilné stavy meraním defokusačnou technikou. Niektoré charakteristické štiepenia boli sledované i meraním potenciálov vzniku iónov (a.p.) semilogaritmickou metódou. Na základe štúdií sa podarilo opísať fragmentačné mechanizmy po e.i. Niektoré fragmentačné série sú charakteristické pre určitý typ väzby medzi jednotkami.

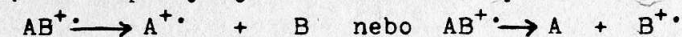
Z e.i. spektier možno vypočítať hmotnosť diméru, určiť monosacharidové jednotky i typ väzby medzi nimi, čiže s výnimkou stereochemických údajov určiť ich štruktúru.

Pri chemickej ionizácii sa najlepšie osvedčil amoniak. Dominujúcim procesom je tvorba  $[M + NH_4]^+$  iónov. Z fragmentových iónov možno vypočítať hmotnosť cyklov. C.i. spektrá však neposkytujú žiadne informácie o type väzby medzi jednotkami.

Porovnávanie hodnot a.p. iónov, vzniklých štiepením glykozidickej väzby poskytlo údaje, korelovateľné s rýchlostnými konštantami kyslej hydrolýzy kyslých disacharidov.

František T u r e č e k , Vladimír H a n u š , Ústav fyzikálnej chémie a elektrochémie J. Heyrovského ČSAV, Praha: Vznik monomerných iónov pri ionizácii nesymetrických dimerov.

Hlavní rozpadovou reakcií ionizovaných molekul 4-vinylcyklohexenu (1), 1,4-dimetyl-4-vinylcyklohexenu (2), 1-metyl-4-isopropenylcyklohexenu (3), tricyklo (5.2.1.0<sup>2,6</sup>)-3,8-dekadienu (4) a tricyklo (6.2.2.0<sup>2,6</sup>)-3,9-dodekadienu (5) je retro-Diels-Alderovo (RDA) štiepení, ktoré poskytuje ion a molekulu príslušného dienu:



Isotopickým značením lze fragmenty A a B rozlíšit a z poměru zastoupení pak lze určit distribuci náboje mezi dva formálně identické fragmenty. Z hmotových spekter 1 - 2 bylo zjištěno  $(B)^+ / (A)^+ \approx 1,10$  pro 1 a 2, resp.  $(B)^+ / (A)^+ \approx 1$  pro 3, 4 a 5. Detailně byl studován vznik iónů  $A^+$  i  $B^+$  pomocí rozpadů metastabilních iónů v prostorech bez pole a studiem vlivu energie elektronů a způsobu značení. Pro dimery 1 a 2 je podán nový výklad nesymetrického rozdělení náboje mezi A a B, který spočívá v různé populaci rotačně excitovaných stavů v  $A^+$  a  $B^+$ .

Rovněž byla studována distribuce náboje při McLaffertyho štiepení 2,5-difenyl-1-hexenu a jeho značených derivátů, při čemž vznikají ion a molekula metylstyrenu. V této práci jsme zjistili, že náboj je rozdělen rovnoměrně mezi fragmenty vznikající z různých částí molekulárního iontu. Oba nabitě fragmenty také poskytl identická metastabilní spektra. Z toho plyne, že ion i molekula metylstyrenu, vzniklé McLaffertyho rozpadem mají stejné struktury a podobné populace vibronických stavů. Toto zjištění je v rozporu s teoretickým modelem přechodového stavu McLaffertyho reakce, který byl navržen Doughertym.



Miloslav R y s k a , Výzkumný ústav pro farmacii a biochemii, Praha: Některé zkušenosti s použitím metody vnitřních izotopických standardů v kvantitativní organické hmotové spektrometrii.

Vnitřní izotopické standardy jsou ve hmotové spektrometrii vyhledávány jako nejideálnější srovnávací standardy v kvantitativních metodách hmotové fragmentografie. Některé firmy a laboratoře poskytují již dnes bohatý sortiment izotopických standardů, speciálně pro tyto účely syntetizovaných. U nás stále ještě aplikace této metody nenabyla širšího uplatnění vzhledem k omezeným možnostem získávání značených standardů. Na několika příkladech je ukázáno, že i v našich podmínkách může být metoda vnitřních izotopických standardů snadno realizovatelná a úsilí vynaložené na přizpůsobení metodiky pro jednotlivé účely může být dostatečně kompenzováno přednostmi metody.

Byla vyvinuta metoda vnitřního izotopického standardu pro stanovení acetonu ve složitých polymerních směsích. Jako standard byl použit perdeuteroaceton 99,5% izotopické čistoty užívaný jako rozpouštědlo v NMR spektroskopii. Aceton byl stanoven ze spekter zbytkových par, vydestilovaných ze vzorku do rezervoárového vstupu hmotového spektrometru MS-902 při teplotě výparníku -40 až -60° C.

Cyklohexanol, adsorbovaný ve zbytkových koncentracích na polymerních sorbentech lze úspěšně stanovit s použitím 2,2,6,6-tetrauteriumcyklohexanolu jako standardu s použitím speciální metodiky jeho dávkování v roztoku diisooktylfthalátu. Standard a měřený cyklohexanol jsou do rezervoárového vstupu desorbovány termicky.

Glycin, kyselina iminodioxová a kyselina nitrotrioctová jako produkty Streckerovy syntézy lze kvantitativně stanovit pomocí přímého vstupu po okyselení reakční směsi, bez použití separačních a čistících operací.

Pro stanovení jednotlivých esterů kyseliny kapronové, vznikajících při složité esterifikační reakci fenylometylenoxiranu, lze s úspěchem použít kyselinu kapronovou, jejíž alifatický řetězec obsahuje 4-5 atomů, deuteria. Všechny estery lze stanovovat bez předběžného dělení frakční destilací v přímém vstupu.

Mikrostanovení DDT v biologických objektech a v půdě lze snadno provádět bez předběžného čištění získaných extraktů při vysoké rozlišovací schopnosti přístroje. Z multipletů tvořených ionty o stejné nominální hmotnosti jsou snadno odlišitelné ty píky, které náleží DDT od píků nečistot. Metoda SIM při vysoké rozlišovací schopnosti poskytuje údaje o množstvích DDT kolem  $10^{-9}$  g. Měření nejsou ovlivněna adsorbčními jevy a nenastává termický rozklad DDT, často doprovázející analýzy metodou plynové chromatografie nebo GC-MS.

10. pracovní schůze se konala ve dnech 30.-31. 5. 1979 v Praze. Schůzi připravil a řídil Dr. Miroslav Ryska, CSc.

Seminář byl společně organizován Čs. spektroskopickou společností, Výzkumným ústavem pro farmacii a biochemii a firmou Varian. Jako přednášející byli pozváni Dr. D.H. Hunneman z univerzity v Göttingenu a Dr. P. Weibel od firmy Interchem GmbH (Švýcarsko). Seminář byl spojen s předvedením a praktickou demonstrací přístroje Varian MAT 44 S.

Byly předneseny přednášky:

P. W e i b e l : Innovation in GC/MS Techniques - The GC/MS System MAT 44S.

D.H. H u n n e m a n : Application of Mass Spectrometry and Mass Fragmentography in Clinical Chemistry and Biochemistry (introduction and some examples out of the literature).

D.H. H u n n e m a n : Chemical Ionization and its practical application in GC/MS.

P. W e i b e l : Pollution Analysis of TCDD - contaminated environment by GC/MS using glass capillary columns.

Odborná skupina instrumentálních radioanalytických metod

Konference o instrumentální aktivační analýze IAA 79 byla uspořádána ve dnech 4.-8.6.1979 v Klučenicích. Schůzi připravil a řídil Ing. Miloslav Vobecký, CSc.

Konference byla věnována převážně metodickým otázkám instrumentální aktivační analýzy a aplikacím instrumentální neutronové aktivační analýzy. Bylo referováno též o radioanalytických metodách mimo oblast aktivační analýzy (radionuklidová rentgenfluorescenční analýza, PIXE, analýza pomocí promptního záření). Z diskusí vyplynuly některé podněty k vytvoření čs. banky aktivačních konstant použitelných na našich pracovištích a vytvoření společných polykomponentních standardů.

Účastníci byli informováni o konání Čs. spektroskopické konference v Nitře a připravovaném semináři sekce.

Konference se zúčastnil též Dr. Kolesov z Ústavu geochemie a anal. chemie AV SSSR, který byl hostem ČSAV.

Byly předneseny přednášky:



P. K o t a s , ČSUP Ústřední laboratoře, Stráž pod Ralskem: Problémy rutinní instrumentální neutronové aktivační analýzy.

G.M. K o l e s o v , Institut geochimii i analitičnoj chemii AN SSSR, Moskva: Stanovení obsahu zácných a stopových prvků neutronově aktivační metodou v pozemských a kosmických materiálech.

V. H n a t o w i c z , Ústav jaderné fyziky ČSAV Řež u Prahy: Princip a současné možnosti metody PIXE.

J. F r á n a , O. D r a g o u n , A. M a š t a l k a , A. S. S a n y a l , Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež u Prahy: Otázka chyb při instrumentální aktivační analýze.

Z. J a n o u t , S. P o s p í š i l , Fakulta jaderné a fyzikálně inženýrské ČVUT, M. V o b e c k ý , Izotopová laboratoř biologických ústavů ČSAV, Praha: Pozorování dopplerovského rozšíření linky záření gama 4438 keV uhlíku  $^{12}\text{C}$  v procesech  $^{12}\text{C}(n,n'\gamma)^{12}\text{C}$  a  $^9\text{Be}$  (alfa,n gama)  $^{12}\text{C}$ .

Z. K o s i n a , Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež u Prahy: K použití kapesního kalkulátoru ve spektrometrii gama.

P. D r y á k , V. Z d e r a d i č k o v á , L. K o k t a , P. K o v á ř , P. N o v o t n á , Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha: Sledování dlouhodobé stability základních parametrů Ge(Li) detektoru.

P. D r y á k , L. K o k t a , P. N o v o t n á , Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha: Zkušenosti z jednoročního provozu systému Canberra v ÚVVVR.

M. H o š p e s x) , J. V l č e k , Krajská hygienická stanice, Hradec Králové, P. D r y á k x) , x) Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha: Problémy analýzy spekter záření gama s analyzátory o malém počtu kanálů.

P. P o d r a c k ý , J. Š n é v a j s , Ústav geologie a geotechniky ČSAV, Praha: Možnosti snižování objemu vzorků při gamaspektrometrických analýzách přirozených radionuklidů.

J. P a v l í č k o v á , Ústřední informační středisko pro jaderný program, Praha-Zbraslav: Příprava vstupních dat pro systém INIS.

J. F r á n a , A. M a š t a l k a , Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež u Prahy: Využití systému Hewlett-Packard HP 1000 při aktivačních analýzách.

J. Š a n t r o c h , Hydrometeorologický ústav, Praha, I. O b r u s n í k , Ústav jaderného výzkumu, Řež u Prahy: Neutronová aktivační analýza stopových prvků v aerosolech.

A. M a š t a l k a , J. F r á n a , Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež u Prahy, M. Z á p o t o c k ý , Archeologický ústav ČSAV, Praha: Možnost identifikace keramických výrobků v archeologii pomocí INAA.

M. B u r i a n o v á , P. T e n d e r a , Státní výzkumný ústav materiálu, Praha: Analyza stopových prvků ve feroslitinách metodou INAA.

M. V o b e c k ý , Izotopová laboratoř biologických ústavů ČSAV, Praha: Interference v aktivační analýze.

J. K u n c í ř , Ústav nerostných surovin, Kutná Hora: Využití radioanalytických metod při výzkumu nerostných surovin v mořích a oceánech.

I. O b r u s n í k , Ústav jaderného výzkumu, Řež u Prahy, B. S t á r k o v á , J. B l a ž e k , Výzkumný ústav vzduchotechniky, Praha: Instrumentální neutronová aktivační analýza úletů a aerosolů v okolí závodu na výrobu feroslitin.

B. Š t v e r á k , P. D r y á k , M. H o š p e s , Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha: Možnosti aktivační analýzy pro ověření pravosti uměleckých předmětů.

J. M a y e r , Výzkumný ústav hutnictví železa, Dobruška: Stanovení barva ve struskách metodou NAA se 14 MeV neutrony.

L. K u c h a ř , B. W o z n i a k o v á , J. D r á p a l a , P. K u b í č e k , Hutnická fakulta Vysoké školy báňské, Ostrava-Poruba: Využití aktivační analýzy pro stanovení rozdělovacích koeficientů příměsí v pásmově tavených vysokotavitelných kovech.

J. J o h n , J. S e d l á č e k , F. Š e b e s t a , Fakulta jaderné a fyzikálně inženýrské ČVUT, Praha: Možnosti gamaspektrometrického stanovení  $^{235}\text{U}$  na různých detektorech.

J. K v í t e k , V. H n a t o w i c z , J. Č e r v e n á , Z. K o s i n a , J. H o f m a n n , Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež u Prahy, P. O n h e i s e r , I. Z á r u b a , Tesla n.p., Rožnov: Možnosti zlepšení hloubkového rozlišení u prostorově citlivých analytických metod.

Z. K o s i n a , Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež u Prahy: Realizace principu klidné země spektrometrické aparatury.

T. B o u d a , P. K o t a s , Ústřední laboratoře ČSÚP, Stráž pod Ralskem, M. F l o r e k , Katedra jaderné fyziky PF UK, Bratislava: Stanovení uranu měřením zpóźděných neutronů  $^3\text{He}$ -detektorem pomocí zdroje  $^{252}\text{Cf}$ .

J. B e n a d a , B. Š p a č e k , Ústav nerostných surovin, Kutná Hora: Radionuklidová rentgenfluorescenční analýza s polovodičovými detektory.

J. Š i l a r , Ústav biofyziky a nukleární medicíny FVL UK, Praha: Současné detekční systémy pro hodnocení rozložení zářičů gama v lidském těle.

Odborná skupina Mössbauerovy spektroskopie

13. pracovní schůze se konala ve dnech 11.-12.6.1979 v Novém Městě na Moravě na téma "Nové možnosti aplikace Mössbauerovy spektroskopie" Schůzi připravil a řídil Ing. Jozef Sitek, CSC.

Byly předneseny přednášky:

T. Z e m č í k , Y. K r e i s l e r o v á , Ústav fyzikální metalurgie ČSAV, Brno: Detekce atomového uspořádání v  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  Spektroskopií  $^{119}\text{Sn}$ .

Jak je vyřčeno v práci [1], jeví se Mössbauerova spektroskopie  $^{119}\text{Sn}$  vhodná pro studium atomového uspořádání slitiny  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ . V těchto experimentech byla zjiřtěna překvapující citlivost efektivního magnetického pole na rychlosti ochlazování v kritické oblasti kolem  $500^\circ\text{C}$ .

Bylo proto započato se systematickým studiem tohoto efektu metodou izotermního žíhání. Použitím čtyřbodové metody bylo nejdřív zjiřtěno zvýšení kritické teploty uspořádání o 10 K slitiny  $\text{Ni}_3\text{Fe} - 1 \text{ at} \% \text{ Sn}$  vzhledem k  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ . Mössbauerova transmisní spektra byla měřena na  $\text{Ni}_3\text{Fe}(\text{Sn})$  fólii (ca  $45 \mu\text{m}$  tlouřtky) se zdrojem  $\text{BaSnO}_3$  (ca 0,5 mCi) při pokojové teplotě. Vzorek byl žíhán v teplotním intervalu od 823 K do 723 K/24 h s krokem 10 K. Rozkladem do 4 Zeemanovských sextetů byla metodou nejmenřích čtverců stanovena střední hodnota magnetického řtěpení základního stavu  $g_0$  jádra  $^{119}\text{Sn}$ . Reprodukovaná silná změna tohoto řtěpení v těsném okolí teploty  $500^\circ\text{C}$  svědčí o primární roli místního uspořádání.

Pod touto teplotou leží atomy Sn s vyšřím polarizačním polem pravděpodobně ve vybraných polohách uspořádané struktury  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ , zatímco nad kritickou teplotou se mohou tvořit oblasti bohaté Ni v okolí atomů Sn a výrazně toto pole sniřovat.

Pro ověření této hypotézy jsou prováděny další experimenty směřující k nalezení kvazispojitě distribuce efektivních polí při delřím izotermním žíhání.

[1] Zemčik T.: phys.stat.sol. (a) 51 (1979), K 13.

Jozef S i t e k , Elektrotechnická fakulta SVŠT, Bratislava: Mössbauerova spektroskopie vo viaczložkových amorfných kovových zliatinách.

V poslednom období sa stále väčšia pozornosť venuje štúdiu vlastností nekryštalických materiálov, medzi ktorými majú významné miesto amorfné kovové zliatiny. Z celého radu týchto materiálov, označených aj ako METGLAS, sme sa zamerali na sledovanie vlastností zliatin  $\text{Fe}_{47}\text{Ni}_{25}\text{B}_{18}\text{Si}_{10}$  a  $\text{Fe}_{70}\text{Ni}_{10}\text{B}_{17,5}\text{Al}_2\text{Si}_{0,5}$ . Vzhľadom na to, že ide o feromagnetické amorfné látky, hodnoty vnútorného magnetického poľa H nie sú diskrétnne, ale rozložené s pravdepodobnosťou P(H) okolo najpravdepodobnejšej hodnoty  $H_m$ . Namerané spektrá boli analyzované za predpokladu P(H) má charakter Gaussovej funkcie. Vzorky boli žíhané vo vákuu až do teploty  $350^\circ\text{C}$ , kedy začali prechádzať do kryštalického stavu.

Z analýzy Mössbauerových spektier takto spracovaných vzoriek bola určená stredná poloha osi ľahkej magnetizácie, ktorá v oboch prípadoch sa s rastúcou teplotou vychýlila z roviny vzorky. Ďalej sa ukázalo, že Curieho teplota leží v oboch prípadoch za teplotou prechodu do kryštalického stavu a preto sme ju mohli určiť len extrapoláciou. V prvom prípade bola  $T_c = 693 \text{ K}$ , v druhom  $T_c = 773 \text{ K}$ .

Tieto výsledky potvrdili ďalšie možnosti aplikácie Mössbauerovej spektroskopie a to najmä pri sledovaní magnetických vlastností amorfných kovových zliatin.

M. J a k e š o v á , T. Z e m č í k , Ústav fyzikální metalurgie ČSAV, Brno: Fázová analýza slitin metodou Mössbauerovy spektroskopie.

Mössbauerova spektroskopie je vhodnou metodou pro provedení kvantitativní a kvalitativní fázové analýzy. Užití moderních detektorů pro měření odrazem (1) ji umožňuje provádět nedestruktivně a z metodického hlediska znamená konstantní penetrační hloubku záření (pro  $^{57}\text{Fe}$  cca  $30 \mu\text{m}$ ).

Mössbauerovská fázová analýza je obzvláště výhodná v případě stanovení malého množství nemagnetické



fáze v magnetické matici. Např. stanovení zbytkového austenitu je velmi citlivé (menší 1 %) i přesné (pod  $\pm 0,5\%$ ), méně strukturně závislé než Rentgenografie a méně závislé na standardech než metoda magnetometrická.

Také dublet nemagnetického karbidu lze snadněji rozlišit uprostřed spektra feromagnetické matrice, než magnetický karbid, jehož plocha je rozložena do 6 čar a nejsilnější čáry leží blízko čar matrice.

Mössbauerovské fázové analýzy bylo použito ke stanovení množství karbidů, které zůstávají nerozpuštěny v matici po různém tepelném zpracování oceli NLO. K rozdělení čar karbidu od čar austenitu je zapotřebí znát parametry karbidu ze spektra izolátu nebo nezakaleného materiálu, který neobsahuje austenit.

(1) Chow H.K. et al.: Mössbauer Effect Spectrometry for Analysis of Iron Compounds, Report ICN 1969.

P. V r a b ě k , Elektronická fakulta SVŠT, katedra jadrovej fyziky, Bratislava: Elektrónová relaxácia iónov Fe<sup>3+</sup> v iónomeničových živiciach.

Súčasným použitím absorpčného a emisného variantu Mössbauerovskej spektroskopie boli študované relaxačné procesy v elektrónovom obale trojmocných iónov <sup>57</sup>Fe. Zatiaľ čo pri absorpčnom experimente pozorujeme magnetickú hyperjemnú štruktúru spektra (čo je dôsledkom pomalej relaxácie v porovnaní s Larmorovou procesiou magnetického momentu jadra železa v magnetickom poli na jadre), emisné spektrá <sup>57</sup>Co sú superpozíciou len dvoch dubletov prislúchajúcich iónom Fe<sup>2+</sup> a Fe<sup>3+</sup>, ktoré vznikajú po rozpade kobaltu. Aby sme vyšetrili vplyv dvojmocného železa na relaxáciu iónov Fe<sup>3+</sup>, študovali sme sériu vzoriek s rôznym pomerom obsahov Fe<sup>2+</sup> i Fe<sup>3+</sup>. Ukázalo sa, že ani značná relatívna časť Fe<sup>2+</sup> z celkového obsahu železa (45%) nezrýchľuje relaxáciu natoľko, aby sa odstránilo magnetické rozštiepenie spektra. Na vysvetlenie zrýchlenia relaxácie v zdroji sme vyslovili hypotézu, že vzniká cross-relaxácia medzi spinmi iónov Fe<sup>3+</sup> a Augerovými elektrónmi, zachytenými v blízkosti týchto iónov. Túto hypotézu podporuje fakt, že v zdroji, do ktorého sme pridali okrem rádioaktívneho izotopu <sup>57</sup>Co aj železo, stúpol výťažok Fe<sup>3+</sup>, čo svedčí o väčšej miere zachytávanie elektrónov mriežkou.

O. S c h n e e w e i s s , T. Z e m ě í k ,  
T. Ž á k , Ústav fyzikální metalurgie ČSAV, Brno : Před-  
nostní umístování atomu <sup>57</sup>Co v mřížce slitin Fe<sub>3</sub>(Si,Al).

Byl sledován vliv postupné substituce atomů Al atomy Si ve slitinách Fe<sub>3</sub>(Si<sub>x</sub>Al<sub>1-x</sub>) s vysokým stupněm pořádku DO<sub>3</sub> na přednostní obsazování některých poloh mřížky atomy Co. Ze čtyř vzorků (x = 0,0; 0,4; 0,7; 1,0) byly připraveny mössbauerovské zdroje nanesením <sup>57</sup>Co a difuzním

žiháním. Po uspořádávacím žihání s pomalým chlazením byla měřena spektra pomocí obohaceného ferokyanidu sodného jako absorberu. Získány byly tyto výsledky:

1. Atomy Co dávají přednost polohám B s osmi nejbližšími sousedy atomů Fe.
2. Preference poloh B vzrůstá s rostoucí koncentrací atomů Si.

U slitiny Fe<sub>3</sub>Si nedošlo k difuzi atomů Co do objemu vzorku. Vysoké hodnoty magnetického hyperjemného pole nasvědčují vytvoření povrchové vrstvy se značnou koncentrací atomů Co. To je v souladu se známou skutečností, že difuze do vysoce uspořádaných slitin probíhá velmi pomalu.

J. S i t e k , SVŠT Elektrotechnická fakulta, katedra jadrovej fyziky, Bratislava: Debye-Wallerov faktor v amorfných látkach.

Pri skúmaní vlastností amorfných látok sa venuje stále väčšia pozornosť metódam ich skúmania, pričom sa sleduje stále širší okruh ich parametrov.

Jedným z parametrov Mössbauerovho je Debye-Wallerov faktor, ktorý v kryštalických látkach odráža dynamické zmeny kmitov mriežky. Ako je doteraz známe, v amorfných látkach je Debye-Wallerov faktor citlivý na rôzne štruktúrálné zmeny.

Predmetom nášho skúmania bola nemagnetická amorfná kovová zliatina Pd<sub>67</sub>Fe<sub>13</sub>Si<sub>20</sub> v amorfnom a čiastočne kryštalickom stave, pričom sme porovnávali Debye-Wallerove faktory, ako i ostatné parametre Mössbauerovho spektra, namerané pri izbovej teplote a teplote tekutého dusíka. Výsledky ukázali, že Debye-Wallerov faktor pri prechode látky do kryštalického stavu má v určitom intervale teplôt menšiu hodnotu ako v amorfnom stave. Túto skutočnosť je možné vysvetliť existenciou metastabilného mikrokryštalického stavu, ktorý bol potvrdený i meraniami na elektrónovom mikroskope.



Vydává Československá spektroskopická společnost při ČSAV  
se sídlem ve Výzkumném ústavu ČKD v Praze 9, Na Harfě 7  
Za ČSSS zodpovídá Dr.B.Moldan, CSc  
Redakce M.Večerková. Redakční uzávěrka červen 1979  
Pouze pro vnitřní potřebu.