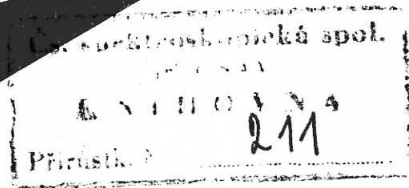


Československá spektroskopická společnost



Bulletin



46
1985

B u l l e t i n
Čs. spektroskopické společnosti

Číslo 46

říjen 1985

Obsah 46. čísla Bulletinu

	str.
XXIV. Colloquium Spectroscopicum Internationale (V. Sychra, Z. Ksandr, V. Hulínský)	2
Aktivní účast čs. odborníků na XXIV. CSI (V. Sychra)	13
Zpráva ze zasedání národních delegátů na XXIV. CSI (V. Hulínský)	14
Post-CSI symposium "Selected Topics from Graphite Furnace and Hydride-Generation AAS" (J. Dědina)	15
Post-sympósiu "Analýza materiálů (kovy, keramika, minerály) za použití spektroskopických metod" (E. Plško)	17
XVII. Evropský kongres molekulové spektroskopie (EUCMOS) (J. Moravec)	18
10. mezinárodní hmotnostně spektrometrická konference (M. Ryska)	20

XXIV. COLLOQUIUM SPECTROSCOPICUM INTERNATIONALE

Dr.V.Sychra, CSc, Doc.Dr.Z.Ksandr, CSc, Ing.V.Hulínský, CSc

Ve dnech 15. - 20.září 1985 se konalo v Garmisch-Partenkirchen v NSR XXIV. CSI, jehož předsedou organizačního i programového výboru byl prof.Dr.K.Laqua z Dortmundu.

Odborný program zahrnoval vyzvané přednášky a původní sdělení formou posterů téměř ze všech důležitých oborů spektroskopie. Kolokvium bylo doplněno výstavou přístrojů předních firem, ev. doplňky a chemikáliemi používanými ve spektroskopii, a výstavou knih se spektroskopickou tematikou.

Přednášky probíhaly paralelně ve třech sekcích vždy dopoledne, odpolední program byl věnován posterům a diskusím v jednotlivých oblastech spektroskopie. Přednášky byly do sekcí řazeny oborově a tvořily určité tematické celky, přesto však někdy došlo k překryvu.

Uvažujeme-li tři základní spektroskopické směry výzkumu - atomovou spektroskopii, molekulovou spektroskopii a spektroskopii elektronů (v oblasti speciálních spektroskopických metod) - bylo rozvrstvení přednášek nerovnoměrné. Relativně největší počet přednášek byl z atomové spektroskopie, nižší počty byly ve zbývajících dvou skupinách. Je ale třeba konstatovat, že organizátoři XXIV. CSI dostáli svému slibu, danému na předcházejícím kolokviu v Amsterodamu, a dali větší prostor tematické mimo oblast atomové spektroskopie.

ATOMOVÁ SPEKTROSKOPIE

Z celkového počtu 61 vyzvaných přednášek na XXIV. CSI pojednávalo o atomové spektroskopii 26 orálních vystoupení, tj. 42 %.

Překvapivě málo místa bylo věnováno atomové absorpční spektrometrii s elektrotermickou atomizací, které se týkaly prakticky pouze tři přednášky a to přednáška prof. Chakrabartiho a spoluautorů "A Thermodynamic Equilibrium Model for Atomization in Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry", Dr. Sturgeona "Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry: Facts and Fiction" a Doc. Dittricha "Molecule Formation in Electrothermal Atomizers - Interferences and Analytical Possibilities by Absorption, Emission and Fluorescence Processes". Zde je však zapotřebí podotknout, že většina předních světových odborníků v tomto oboru si šetřila nejzájemavější materiál na Post-Symposium v Meersburgu, které bylo věnováno výhradně této problematice /o tomto symposiu je dále samostatný příspěvek Dr. Dědiny/. Jediný příspěvek věnovaný plamenové AAS resp. AES přednesl J.B.Willis /"Aerosols in Flame Atomic Spectroscopy"/. Mechanismus Atomizace při generování hydridů v AAS byl předmětem plenární přednášky B.Welze a M.Schuberta-Jacobse "Investigations on Atomization Mechanismus in Hydride-Generation Atomic Absorption Spectrometry".

Problematiku ICP-spektrometrie zastupovali nestoři této metody prof. Fassel, který ve své přednášce zhodnotil současné možnosti, vývojové trendy a perspektivy této metody /"Analytical ICP Spectroscopies: Post, Present and Future"/, prof. Boumans, který dal v podstatě kladnou odpověď na otázku položenou v titulu své přednášky "A Century of Spectral Interferences in Atomic Emission Spectroscopy - Can We Master Them with Modern Apparatus and Approaches?", a prof. Leo de Galan, který předpověděl velkou budoucnost ICP spektrometrii s plazmovými hořáky o nízkém příkonu a nízké spotřebě argonu /"Low Power ICP-Physical Principles and Analytical Applications"/. Atomové emisní spektrometrii s tradičními excitačními zdroji byly věnovány přednášky prof. Fijalkowského "DC-Arc Excitation- Is It Obsolete?", prof. Pavloviče "The DC Arc as Radiation Source for Optical Emission Spectroscopy" a S.Caroli "Hollow Cathode Lamps as Excitation Sources for Analytical Atomic Spectroscopy".

Analytické možnosti atomové fluorescence excitované laserem diskutoval ve své přednášce "Laser Excited Fluorescence and Ionization Spectroscopy-Analytical Applications" N.Ometto.

Většina ostatních vyzvaných přednášek, které zahrnovaly problematiku optické atomové spektrometrie, byla orientována spíše tematicky, jako např. přednášky A.Strasheima "Approaches to Multi-element Analysis of Metals Using Optical Atomic Spectroscopy", J.P.Willise "Applications of Instrumental Analytical Methods in Geochemistry", K.Zimmera "Anwendung von spektrochemischen Methoden in der Archeologie", J.B.Dawsona "Analytical Atomic Spectroscopy in Biology and Medicine" a K.Fuwy "Analysis of Environmental Ma-

terials Using Spectroscopic Methods". Z celkového počtu 341 posterů prezentovaných na kolokviu jich bylo atomové spektroskopii věnováno 188, tj. plných 55%. Postery byly rozříděny metodicky a tématicky do 40 sekcí, z nichž 22 sekcí pojednávalo buď plně nebo z větší části o problematice metod atomové spektroskopie.

Z metodického hlediska byly i na 24. CSI potvrzeny již delší dobu trvající vývojové trendy, a to prudký rozvoj emisní atomové spektrometrie s plazovými zdroji záření, zejména ICP /57 posterů, z toho 48 aplikací/ a atomové absorpční spektrometrie s elektrotermickou atomizací /54 posterů, z toho 47 aplikací/, stagnace emisní atomové spektrometrie s klasickými zdroji záření /oblouk, jiskra, dutá katoda/, jimž bylo věnováno 29 posterů, a další pokles zájmu o plamenovou atomovou absorpční spektrometrii /15 posterů/. Celkem 7 posterů bylo věnováno atomové fluorescenční spektrometrii, 7 emisní atomové spektrometrii /zdroj plamen nebo grafitová kyveta/ a 5 generaci hydridů.

Z příspěvků aplikačního charakteru patřil největší počet analýze vzorků souvisejících s ochranou životního prostředí /18 příspěvků/, dále pak analýze kovů /10/, analýze biologických a klinických materiálů /9/ a dalším průmyslovým aplikacím /10/.

Diskutovat podrobněji jednotlivé sekce posterů je nad rámec tohoto referátu. Tři sekce zahrnovaly základní problematiku ICP - spektrometrie /"ICP-fundamental", "ICP-instrumental" a "ICP-sample preparation and techniques"/. Mezi nejdiskutovanější problémy patřily: studium a praktické měření jednotlivých druhů šumu v ICP, přínos aplikace vnitřního standardu, možnosti analýzy vzorků s vysokým obsahem solí, sledování prostorového rozložení neutrálních atomů a iontů, výhody spojení ICP-FTS /Fourier Transform-Spectrometry/, použití vzduchem chlazených plazmových hořáků s velmi nízkou spotřebou argonu atd.

Ve dvou sekcích věnovaných AAS s elektrotermickou atomizací /"Furnace AAS:fundamental" a "Furnace AAS:techniques"/ byly diskutovány zejména tyto problémy: nová modifikační činidla pro úpravu matrice, využití nových materiálů pro výrobu elektrotermických atomizátorů, možnost využití kontinuálního zdroje záření pro simultánní víceprvkovou analýzu pomocí ETA-AAS, studium reakcí analytu s povrchem podložky, charakterizace rušivých vlivů a možností jejich eliminace.

V jediné sekci věnované emisní atomové spektrometrii s klasickými excitačními zdroji /"Arc, spark"/ byla hlavním společným znakem většiny příspěvků snaha korelovat elektrické/ev. magnetické/ parametry zdroje s vlivem matrice na vypařování a excitaci analytu.

MOLEKULOVÁ SPEKTROSKOPIE

Hned v úvodu kolokvia byla zajímavá přednáška autorů Pretsche a Clerca "Spectroscopic Data Banks". Byla v ní diskutována otázka, co by měl splňovat systém data banky pro identifikaci látek. Názor na kvalitu vyhledávacích programů je

nejednotný, existují dvě rozdílné strategie - identity a podobnosti. Byly diskutovány i obtíže u jednotlivých spektroskopických metod, např. závislost parametrů u NMR na magnetické indukci použitého pole.

Několik přednášek a řada posterů potvrdily moderní trend v analytice směsí - účelového využívání přímého spojení separačních metod s metodami spektroskopickými, identifikujícími jednotlivé látky oddělené ze směsi. Tak např. přednáška Wilkinsova prezentovala spojení plynové chromatografie, infračervené a hmotnostní spektrometrie. Rovněž přednáška Grasselliho a spolupracovníků byla věnována analytické problematice směsí - kombinaci plynové chromatografie s infračervenou spektroskopií /GC - FT IR/ a TGA - FT IR v průmyslových laboratořích.

Z posterů z oblasti infračervené a Ramanovy spektroskopie lze připomenout alespoň názvy těch nejzajímavějších: "Ab initio molecular orbital calculation of the infrared spectra of hydrogen bonded complexes of water, ammonia and hydroxylamine"; "Identification of Solid and Gaseous Inclusions in Glass by Laser Raman Spectroscopy"; "In situ FT IR - ATR - Spectroscopic Study of the Protein Adsorption on Hydrophilic and Hydrophobic Surfaces"; "Analytical Applications of FT - infrared Spectroscopy". Z řady posterů zabývajících se studiem komplexů měl zásadnější povahu příspěvek Vilaplana a spolupracovníků: "Applications of Infrared Spectroscopy to the Thermal Study of Metal Complexes with Chelating Agents", dále pak několik posterů věnovaných strukturálním studiím krystalů a tuhých látek /skel/.

Přednáška Hansta "IR-Spectroscopy of the Atmosphere" se zabývala stanovením stopových množství plyných imisí v atmosféře, např. NH_3 , CO , SO_2 , NO , NO_2 , uhlovodíků, peroxidů dusíku, HCl , HF a dalších, pomocí FT IR.

Měření naadsorbovaných látek na hladkých površích i porézních látkách absorpční a reflexní infračervenou spektroskopií byla věnována přednáška P.R.Griffithse, zatímco přednáška H.H. Mantsche a spolupracovníků diskutovala použití infračervené spektroskopie v biologii.

V oblasti vysokofrekvenční spektroskopie byla řada zajímavých přednášek i posterů.

V přednášce "Some Structural and Analytical Applications of multidimensional NMR" podal J.N.Shoolery stručný výklad podstaty 2D-NMR spektroskopie, diskutoval specifické pulsní sekvence používané při korelačních experimentech ^1H - ^{13}C , ev. ^{13}C - ^{13}C , a výhody i obtíže těchto metod. Ukázal, co dovoluje moderní spektrometr s automaticky řízenými operacemi - ne destruktivní analýzu, korelaci protonových, uhlíkových, DEPT a 2D ^1H - ^{13}C spekter. Jako příklad uvedl určení struktury přírodní látky.

Jiným příspěvkem byla aplikace ^1H /vysokého rozlišení/ a ^{13}C NMR spektroskopie pro strukturální charakterizaci fosilních paliv. Autor /C.E.Snape/ ukázal možnosti získat podrobnější strukturální informace použitím dvoudimenzionální a vícejaderné NMR spektroskopie. Použití technik měření pevného i kapalného stavu umožňuje kvantifikaci komplexního vzorku paliva ev. porovnání s výsledky chemické analýzy či jiných spektroskopických metod.

Velkému zájmu se těšila přednáška z NMR tomografie, přednesená Schmidtem. Autor podal stručný popis principu metody a na konkrétních příkladech ukázal její aplikační možnosti.

Z posterů v oboru NMR spektroskopie byly obecněji zaměřeny /na rozdíl od posterů úzce specializovaných na konkrétní problémy/ příspěvky, které opět připomínáme jen prostřednictvím jejich názvů: "Role of Interdependent Analyses of ^1H - and ^{13}C - NMR Spectra in Structure Elucidation System"; "Rotational Dynamics in Liquids - Orientation of the Rotational Diffusion Tensor Principal Axis System by Interpretation of ^{13}C Spin - Lattice Relaxation Data"; "Magnetic Resonance Experiments in NO_2 "; "Application of Characteristic Vector Analysis to ^{13}C NMR Spectra of Substituted Flexible and Rigid Alicyclic Compounds".

SPECIÁLNÍ SPEKTROSKOPICKÉ METODY

Rtg fluorescenční spektrometrie

J.L. De Vries charakterizoval minulost a budoucnost rtg. spektrometrie ve své přednášce, která se týkala pouze vlnové disperzních systémů, kterých je v současné době nasazeno v laboratorních celého světa asi 10 000. Konstatoval, že metoda od roku 1965 až do současnosti nedoznala přílišných změn a nachází se nyní ve stadiu stabilizace. Zlepšila se analytika lehkých prvků, citlivost a spolehlivost, zvýšením intenzit analyzovaného záření, účinnější excitací, lepší odrazivostí krystalů a optimální geometrií. Použití počítačů znamená především lepší zpracování naměřených dat, které je spojeno současně s lepším porozuměním fyzice procesu buzení, který vede k lepším korekčním vztahům. XRF je nyní velmi přesnou a spolehlivou metodou vyžadující pouze několik standardů ke kalibraci. Další pokrok omezuje především příprava vzorků. Zdá se, že další vývoj bude postupný, nikoliv skokový.

Van Grieken z Antverpské univerzity pojednal o energeticky disperzní rtg spektrometrii, kde uvedl, že při stálém zlepšování rozlišení krystalů Si/Li jsou snahy vyrábět komerčně krystaly HgI_2 jako detektory. Pozornost se nyní soustřeďuje na polarizované záření, použité v excitaci vzorku a na uspořádání s totálním odrazem, které je již dostupné komerčně a je možné jím provádět analýzu nanogramových množství. Stále více se využívá synchrotronového záření a vzrůstá počet protonových mikrosond. Zjednodušuje se postup ZAF korekcí a ke spektrální analýze se více používá teorie informace. Využití polarizovaného rtg záření a rtg záření získaného totálním odrazem k analytickým účelům bylo předmětem přednášky P.Wobrauscheka a H. Aigingera. Autoři uvedli značné zlepšení meze detekce v rtg fluorescenční analýze způsobené především redukcí pozadí vyvolaného primárním zářením. Na podobné téma byla přednesena přednáška W.Michaelise "Mnohoprvková analýza vzorků spadu rtg fluorescenční spektrometrií s totálním odrazem, neutronovou aktivační analýzou a ICP emisní spektroskopii". O stavu metody PIXE /proton - induced X-ray emission/ referoval s. Johans-

son ze Švédska, který uvedl, že zejména v poslední době nastal prudký rozvoj této metody. Její předností je konstantní citlivost pro prvky $Z = 13$ až $Z = 92$, mez detekce činí $0,1 - 1$ ppm u normální matrice. Jinak je mikroanalýza PIXE identická s elektronovou mikroanalýzou, ale je mnohem citlivější.

V posterové sekci nazvané Kvantifikace rtg spektroskopie představil NBS /National Bureau of Standards/ nový program pro kvantitativní RFA napsaný ve Fortranu IV pod názvem NBSGSC. Na dalším posteru byla uvedena korekce na absorpci RFA při analýze popílku a cementu, dále stojí za zmínku poster nazvaný Metody pro charakterizaci matrice při energeticky disperzní rtg analýze. Několik posterů se zabývalo hodnocením korelačních algoritmů, využitím teorie informace k optimalizaci mnohaprvkové kvalitativní XRF novým přístupem k derivační dekonvoluci při ED XRF.

Analytické aplikace XRF byly soustředěny zejména na otázky použití radionuklidů k buzení analytických čar, dále na analýzu aktinidů, analýzu tenkých vrstev biologických materiálů, určení valence chromu pomocí XRF s vysokým rozlišením a na chemické vlivy na rtg emisní spektra.

Speciální posterová sekce byla věnována excitaci rtg záření k analytickým účelům. Zda byla především uváděna metoda PIXE a např. analytická aplikace této metody na vodu na úrovni PPT /Parts per trillion/ Evy a Svena Johanssonových z Lundu. Byla udána absolutní citlivost metody $0,01$ mikrogramů na litr pro většinu prvků periodického systému, přičemž prvky těžší než Al mohou být analyzovány kvantitativně. Stejně zajímavý byl i příspěvek "Protony a elektrony pro rtg spektrální analýzu biologických materiálů - mikroanalýza kůže", autorů Malmquist, Forslinta, Roomanse, Thernera a Hiltena z Lundu. Zde bylo uvedeno, že protonová sonda je vynikajícím doplňkem mikrosondy, má vyšší analytickou citlivost a že obě techniky mohou být užity pro kvantitativní studium.

Přesností analýzy PIXE při určování interferujících prvků se zabýval poster Dobrny a spoluautorů. Zpracovali spektrální data metodou nejmenších čtverců fixující fyzikální model procesu. Další příspěvek Gervinského a Goerze z Hamburku "Nasazení rtg fluorescenční analýzy s totálním odrazem budícího svazku v půdoznalství". Byly zkoumány prvky Ca, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, As a Pb, interference mezi nimi a provedeno hodnocení energiově disperzní analýzy. Podobný poster "Mnohoprvková stopová analýza za použití TXRF" uvádí TXRF jako variantu energeticko disperzní rtg fluorescenční analýzy s totálním odrazem budícího svazku rtg záření. Vzorek je přitom nanesen na leštěné křemenné podložce. Tato metoda je vhodná pro simultánní analýzu S, K, Ca, Ti, V, Ba, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, As, Pb, Se, Rb, Sr, Y, Zr, Mo, Ag, Cd, Sn, Sb v půdách, kořínkách, dřevě, listech, v prachu a dešťové vodě /Autor: Kmoth a spolupracovníci, Geesthacht, NSR/. V této posterové sekci je vidět silné zastoupení švédské školy v oboru analýz PIXE je pionýrské výsledky německé školy zejména z Hamburku při nasazení totální reflexe primárního svazku na rtg emisní analýzu.

Analýza povrchů a mikroanalýza

Dalším dobře obsazeným oborem byly metody analýzy povrchů a mikroanalýzy. Tato sekce byla uvedena vyzvanou přednáškou od J.C.Riviere "Povrchová analýza - současné možnosti". Autor uvedl, že nasazení metod na řešení technologických problémů je v současnosti tak masivní, že požadavky technologie diktuje nové trendy, ve kterých by se měla analýza povrchů dále rozvíjet, a to je zejména lepší laterální a prostorové rozlišení. V současnosti se zavádí nové iontové zdroje pomocí kapalných kovů u metody SIMS, které dovolují snížit ozařovanou plochu až na průměr 1 μm . Nové uspořádání metody UHV dovoluje analyzovat povrchy těkavých kapalin v přítomnosti relativně vysokých tlaků reaktivních plynů. Další vyzvaná přednáška pojednávala o povrchové analýze korozních vrstev a slitin. David M. Herkules referoval o povrchové analýze polymerů a katalyzátorů při využití metod SIMS, ESCA, ICS a Laserové Ramanovy spektroskopie.

M.Grasserbauer z Technické univerzity Vídeň nazval svoji přednášku „Mikroanalýza in situ - současný trend a perspektivy“. Zabývá se zde problematikou získání informace o mikrodoménaech v pevných látkách pomocí fyzikálních činidel jako jsou elektrony, ionty, fotony a ostatní elementární částice použitelné ke generaci analytických signálů, které obsahují informaci o prvkovém složení nebo o struktuře a jež mají vysoké laterální a hloubkové rozlišení. Klasifikuje je takto: nejvýznamnější pro prvkovou analýzu jsou elektronová mikroanalýza, metoda SIMS a tzv. nanoanalýza pomocí spektroskopie charakteristických ztrát elektronů a rtg záření. Informace o chemické vazbě a molekulární informace dávají IČ mikroskopie, XPS, LAMMS, SIMS a LRMA. Důležitá je též elektrony indukovaná RTG spektrometrie valenčního pásu. Strukturální informace lze získat mikroskopickými technikami pro přímou vizualizaci struktur jako je ARM, XRM, FYM, STM a EXAFS.

Vyzvané přednášky v mnoha směrech přesvědčivě doplnila a rozšířila posterová sekce o povrchové analýze a profilování. Tak např. velice zajímavý poster autorů Noda, Okutani, Tamura a Watanabe z Tokia pojednával o iontových zdrojích s kapalným kovem s uzavřeným rezervoárem a s emitorem zahříváním elektro- novou tryškou. Detailně je popsán nový typ iontové trysky pracující s kapalným césiem, zvláště vhodné pro iontovou mikroskopii. Poster autorů Nikui, Tamura, Owari a Kudo z Tokia se zabývá rtg fotoelektronovou difrakcí /XPED/ a jejím využitím ke studiu struktury tenkých oxidických vrstev kovů. Popsali experimentální zařízení a způsoby výpočtu difrakčních linií pro singl-scattering model. Oxidickými vrstvami se zabýval též poster A.Naomidise a H.Nikela z Jülichu, kde byly uvedeny možnosti studia a charakterizace oxidických vrstev na žárovzodorných litinách různými spektrálními metodami jako je SIMS, EPMA, SAM, GDOS a rtg difrakce. Metodě LEEIXS/Low-energy-electron-induced-X-ray spectrometry/ byl věnován poster Romanda, Charbonniera, Gaillarda, Conteho z Lyonu "Nové aplikace LEEIXS ve výzkumu tenkých a povrchových vrstev". Měkké a ultra měkké rtg záření vybuze- né nízkoenergetickými elektro-

ny se použije pro rtg spektrometrii. Aplikace této metody např. na oceli ukazuje, jak chemické, elektrochemické a fyzikální působení různých podložek mění složení těchto povrchů. Chabronier, Roche, Romand, Berneron z Lyonu zkoumali ještě metodu LEEIXS rozšířenou o metodu GDOS /glow discharge optical spectrometry/ tenké anodické vrstvy narostlé na hliníkových slitinách na čistém Al a Ti. Pro prvky se Z větším než 5 lze získat informace z hloubek 5 - 150 nm; metoda GDOS /která je však destruktivní/ dává hloubkový profil pro všechny prvky včetně vodíku. Technika však vyžaduje vodivé vzorky. Stanovením interdifuzního koeficientu mědi a niklu temperovaných za různých teplot měřením difuzních koeficientů pomocí nízkoenergetického SIMSU byla vypočtena analytická hloubka SIMSU a srovnána s uvedenými tabelovanými hodnotami /autoři posteru Jamamoto, Tadaši, Keiichi z Tokia/. V této posterové sekci, pojednávající převážně o nových technikách povrchové analýzy a velmi speciální metodice, dominovali především japonští badatelé.

Hybridní techniky

Problémy a novinky hybridních technik byly na programu ve čtvrtek a pro nás zajímavou tematiku vedl A.L.Gray z univerzity v Surrey /Anglie/ v přednášce nazvané "Ionty nebo fotony - odhad vzájemných vztahů mezi emisní a hmotnostní spektrometrií z ICP budícím zdrojem". Současné komerční přístroje ICP-MS jsou vyvíjeny tak, že umožňují podobné využití jako systémy ICP-AES a základní rozdíly mezi nimi jsou zamlžovány, i když jsou asi významnější než podobnosti, které obě metody spojují použitím ICP. Obvykle se jako výhoda hybridu ICP-MS proti ICP-AES uvádí nižší mez detekce, možnost určit izotopy a jejich zastoupení, nízký šum a jednoduchá spektra vedoucí k přímé interpretaci. Většina nevýhod ICP-MS systému je spojená s mezičlenem, který zajišťuje převod iontů z plazmy o vysoké teplotě a atmosférickém tlaku do vysokého vakua hmotnostního spektrometru.

Posterová sekce ICP-MS rozvedla a doplnila téze Greyovy přednášky. Tak např. poster "Současný vývoj ICP-MS ve SCIEEX", Ontario, Kanada, uvádí, že zásadní problém je převod plazmy do vakua hmotnostního spektrometru za současného vytvoření a hoření ICP, který představuje několik set voltů vysokofrekvenčního napětí vzhledem ke vstupní šterbině hmotnostního spektrometru, která je na potenciálu země. Výzkumný charakter měly též poster "Analýza vysokofrekvenčního výboje na vzduchu", "Studium 100 MHz ICP generátoru jako zdroje iontů pro MS spektrometrii" a "Charakterizace některých interferencí ICP-MS v hybridní technice". Analytické aplikace nám představily např. poster: "Aplikace v námořní analytice", "Analýza geologických materiálů pomocí ICP-MS", "Stopová elementární analýza binárních a termálních aktinidů metodou ICP-MS, ICP-AES". Obsahem posteru "Kvantitativní ICP-MS" bylo studium kvantitativního využití ICP-MS přístroje firmy SCIEEX-ELAN, kde se uvádí, že mez detekce je 100x až 1000x lepší než u ICP-MS a že citlivost je tak veliká, že roztoky s koncentrací

větší než 10 ppm je třeba dále ředit, aby nenastalo přesycení detektorů. Dosahovaná přesnost stanovení je uváděna 1%. Na tomto poli konají pionýrskou práci především badatelé z Anglie a z Kanady.

Hmotnostní spektrometrie

Úterý bylo věnováno problémům hmotnostní spektrometrie. Zdá se, že účast badatelů, zabývajících se touto metodou, byla značně snížena vlivem speciální konference o hmotnostní spektroskopii uspořádané v Anglii v tu dobu. Vyzvaná přednáška P. Derricka "Nové techniky v hmotnostní spektroskopii vysokých hmotností" uvedla, že v 70. letech se praktická horní hranice hmotnostní spektroskopie zvedla z 1000 jednotek na 10 000 jednotek vývojem technik jako je desorpce polem, desorpce plazmou a bombardováním rychlými atomy. Tato hranice nebyla překročena ani v 80. letech. V přednášce byl uveden přehled současných technik užívaných v rozsahu $M/Z = 1000 - 10\ 000$. Dále zde byl diskutován problém detekce pomalých iontů. Byly uvedeny příklady analýz peptidů, polymerů a anorganických vzorků. Posterová sekce byla rozdělena na dvě části: atomární MS a molekulární MS. V první části byly vystaveny poster:

"Počítačem řízený mikrodenzitometr pro mnohoprvkovou analýzu hmotnostním spektrometrem a jiskrovým zdrojem"

"Hmotnostní spektrometrie prvků Si, Ge, Sn a Pb s ionizací plamenem"

"Nový zdroj iontů pro hmotnostní spektrometrii anorganických látek pracující s doutnavým výbojem"

"Laserová rezonanční ionizace v pulzním doutnavém výboji"

"Termální extrakce kryptonu z hliníku pomocí hmotnostního spektrometru"

"Rezonanční ionizační hmotnostní spektrometrie pro prvkovou a izotopovou analýzu".

V oddělení molekulární hmotnostní spektrometrie byly prezentovány poster:

"Hmotnostní spektrometrická studie dithiokarbamát-derivátů substituovaných fenylem"

"Použití MS ke sledování víceúrovňového deuterizačního procesu"

"MS studie čistých keto a enolových tautomerů 1,3-diketonů"

"MS identifikace těžkých složek v kombinaci se statickou headspace analýzou"

"Vývoj a použití postakceleračního detektoru pro MS se sektorovým polem".

Prakticky vůbec nebyla zastoupena instrumentální radiochemická aktivační analýza. Proto snad tak smutně vyzněla vyzvaná přednáška Lado Kosty z Lublaně "Radiochemická analýza - přehled současného stavu". Autor uvádí, že navzdory možnostem méně obvyklých aktivačních technik /14 MeV neutrony, termální neutrony, fotony, atd/ lze pozorovat v současné době odklon od jejich používání. Hlavním důvodem se zdá být nežádoucí klima směřující proti používání radiačních zdrojů jako jsou reaktory, neutronové generátory a dokonce i radioaktivní indikátory. V přednášce bylo ukázáno na několika reprezentativních příkladech, že jaderné techniky jsou esenciální komponentou

většiny hlavních výzkumných a vývojových programů vyžadujících analytická data stopového charakteru a že gama spektroskopie je mnohdy nezastupitelná pro svoji spolehlivost a účinnost.

Poster se k problémům radiochemické analýzy bohužel neobjevily, rovněž nebyla zastoupena Mössbauerova spektrometrie.

VÝSTAVA PŘÍSTROJOVÉ TECHNIKY

Výstavy přístrojů a zařízení pro spektroskopii se zúčastnilo 43 předních světových výrobců.

Z přístrojové techniky pracující v oblasti optických atomových spekter nebyly na výstavě prezentovány žádné mimořádné novinky. Přední světové firmy vystavovaly již dříve předvedené AAS a ICP spektrometry, z nichž světovou špičku dnes představují AAS spektrometry SpectraAA 30/40 /Varian/, Zeeman 5000 /Perkin-Elmer/ a kolekce ICP spektrometrů fy ARL. Pouze firma Kontron Spektral-analytik představila nový simultánní emisní spektrometr využívající "FANES" techniky /Furnace Atomic Nonthermal Emission Spectrometry/ a méně známá firma Grün - Analysengeräte GmbH /Wetzlar, NSR/ nový Zeeman-AAS spektrometr Grün SM 20, konstruovaný speciálně pro analýzu pevných vzorků. Velmi zaujaly kolekce příslušenství a doplňků pro atomovou spektrometrii /zejména zdrojů/ některých tradičních výrobců; zde je na místě jmenovat novou generaci laditelných barevných laserů /FL 3001, FL 3002, Lambda Physik GmH/ z kolekce kontinuálních zdrojů a zobrazovací optiku, filtry a detektory fy Oriol GmbH.

Přístroje z oblasti molekulové spektrometrie

Z prostorových a technických důvodů nebylo možno vystavovat NMR ev. EPR spektrometry, proto v této disciplíně bylo nutno se omezit na prospektovou literaturu /běžně dostupnou/.

Bohatou škálou přístrojů byla zastoupena infračervená spektroskopie a to téměř výhradně FT-IR spektrometry. Širokou paletu FT-IR spektrometrů prezentovala firma Nicolet Analytical Instruments - spektrometry 5DX FT-IR, 5SX FT-IR a 5MX FT-IR. Spektrometr 20SXB GC-IR a nejnovější typ 60SXB FT-IR Spektrometersystem představují současný směr v přístrojové technice infračervené spektroskopie - přímé spojení plynového chromatografu s infračerveným spektrometrem. Po doplnění FT IR Spectral Data Base s možností automatického vyhledávání a identifikace spekter ze standardních atlasů umožňuje analýzu i velmi složitých vzorků. Systém používá jak digitální tak i grafický způsob zpracování dat.

Rovněž firma Bruker Analytische Messtechnik nabízí serii FT IR spektrometrů od jednodušších, servisních přístrojů /s rozlišovací schopností $0,1\text{ cm}^{-1}$ / až po přístroje pro vědecký výzkum /rozlišení lepší než $0,01$ až $0,004\text{ cm}^{-1}$ u typu IFS 120HR/. Ke všem typům lze použít vyhledávací a identifikační systém. Rovněž je možné spojení s plynovým chromatografem.

Dalšími firmami nabízejícími FT IR spektrometry jsou Bo-densewerk Perkin-Elmer a Bio-Rad Digilab Division - např. typ FTS60 či FTS80 /standardní rozlišení 0,25 cm⁻¹, optimální 0,12-0,08 cm⁻¹, interface dovoluje spojení s HP5880A plynovým chromatografem Digilab data systém 3280/.

Infračervený spektrometr PU 9510 ve spojení s data systémem SP3-080 prezentovala firma Philips.

Firma Jenoptik Jena, NDR vystavovala mikroprocesorově řízený infračervený spektrometr SPECORD M 80.

Kromě vlastních spektrometrů byly vystaveny, ev. formou prospektů prezentovány, doplňky pro měření absorpčních spekter. K dispozici byl i stánek firmy Merck se současnou nabídkou chemikálií pro spektroskopická měření.

Z výstavy přístrojů pro oblast speciálních spektroskopických metod zaujal rtg spektrometr firmy Philips RW 1404 zejména automatizací vyhodnocovací a výpočetní techniky a bohatou knihovnou programů. Podobný typ vystavovala ještě firma SIEMENS. Firma ARL předvedla 6-krystalový goniometr řízený mikroprocesorem, který se vždy nastavuje na optimální hodnotu splňující přesně podmínky fokuzace pro danou vlnovou délku. Bylo velice zajímavé sledovat složité pohyby krystalu a detektoru a "dolaďování" spektrometru v každé poloze na optimum. Velké přístroje z oboru elektronové a iontové spektroskopie vystavovány nebyly, rovněž tak rtg mikroanalýzátory nebo protonové mikrosondy a hmotnostní spektrometry. Zde byly dostupné pouze prospekty a firemní literatura.

AKTIVNÍ ÚČAST

československých odborníků na 24. CSI zahrnovala 2 vyzvané přednášky a 8 posterů, převážně z oboru atomové spektrometrie, jak ukazuje následující přehled.

K.Florián, M.Matherny /IL-18/
Informationstheorie - Ein Mittel für die Bewertung der spektrochemischen Mehrkomponent-Methoden

E.Plško /IL-40/
Anwendung und Bedeutung der spektrochemischen Analyse in den Geowissenschaften

J.Říhová, Z.Hladký, J.Izak /E 347/
Application of Atom Trapping Atomic Absorption Spectrometry in Trace Analysis of High Purity Acids

O.Rohoň, L.Daňková, J.Lesný, J.Tölgýessy /E 385/
The Relationship Between Chemical Form of Organometallic Compounds, Strictly Optimized Instrumental Conditions and Achieved Sensitivity in Flame AAS

J.Korečková /H 209/
Determination of Beryllium in Surface Waters by Atomic Absorption Spectrometry with Graphite Furnace

K.Florián, L.Koller, E.Krakovská, E.Reitznerová, V.Pliešovská /H 282/

Überwachung der Konzentration von Spurenelementen in Oberflächenwässern und Sedimenten

V.Spěváčková /C 035/
Determination of Some Impurities in Ammonium Diuranate by Atomic Absorption Spectrometry

H.M.Ortner, V.Sychra /H 039/
Scanning Electron Microscopy Studies on Tungsten Atomizers

R.Hlaváč, J.Doležal, D.Kolihová, V.Sychra, L.Pětroš, S.Valenta, P.Püschel, Z.Formánek /E 417/
Trace Mercury Analyzér TMA-254 and its Application in Environmental Analysis

S.Gergely, J.Garaj /K 473/
Determination of Molar Ratio MANEB/ZINEB in their Mixtures by IR - Spectrometry

ZPRÁVA ZE ZASEDÁNÍ NÁRODNÍCH DELEGÁTŮ NA 24.CSI V GARMISCH-PARTENKIRCHENU

Ing. V.Hulínský, CSc, VŠCHT Praha

Zasedání národních delegátů se konalo v kongresové hale ve čtvrtek 19. září. Zasedání se skládalo z 10 bodů jednání. Přítomno bylo cca 50 delegátů z 29 zemí světa. Československo zastupoval prof. E.Plško, DrSc a Ing. V.Hulínský, CSc. Každá země měla obvykle dva delegáty a jeden platný hlas. Ve své uvítací řeči předseda 24.CSI prof. Laqua sdělil, že kongresu se zúčastnilo 890 aktivních účastníků a 142 doprovodných osob ze 32 zemí. Výstavy přístrojů se zúčastnilo 43 významných firem. Byly realizovány dva druhy prezentace příspěvků a to vyzvané přednášky a poster. Abstrakty všech příspěvků včas došlých jsou uveřejněny ve 4dílném sborníku abstraktů, vyzvané přednášky jsou otištěny v plném znění ve speciálním vydání "Fresenius Zeitschrift für Analytische Chemie" /za cenu 50 DM/. Jako nedostatky CSI uvedl prof.Laqua hluk a příliš mnoho posterů.

Prof. Laqua dále referoval o konstituci pro mezinárodní kongresy kolokvium spektroskopikum, která byla přijata na 23. CSI v Amsterdamu a která byla odsouhlasena národními spektroskopickými organizacemi členy Continuation Committee a delegáty. Tato ústava je nyní závazná pro všechny členy a jednání CSI. Prof. Laqua dále upozornil na stále rostoucí náklady spojené především s tiskem materiálu a poštovním, které pak značně zvyšují konferenční poplatky. Dále vystoupil Dr.Berman, předseda organizačního výboru příštího 25.CSI, které se bude konat v Torontu 1987. Informoval delegáty o místě konání, kterým bude velký hotel s příslušnými prostory tak, aby se účastníci nerozptylovali dojížděním a aby se optimalizovala výměna výsledků a informací. Všechny příspěvky budou prezentovány orálně, nebudou poster. Národní delegáti v souhlase s ústavou rozhodli hlasováním mezi

Bulharskem a Francií v počtu 22 hlasů pro Bulharsko, 1 pro Francii, že 26.CSI se bude konat v roce 1989 v Sofii v kongresovém paláci. Francouzský delegát potom učinil návrh, že by se Francie ráda ujala 27.CSI v roce 1991. Continuation Committee však obdržel dopis od společnosti Britských spektroskopiků, že by rádi 27.CSI uspořádali v Anglii. Pan A.Willis obnovil pozvání a bylo rozhodnuto, že o tom, kde se bude příští 27.CSI konat, rozhodne schůzka národních delegátů na 25.CSI v Torontu.

Ve volné diskusi bylo zdůrazněno mnoha delegáty, že by vždy měly být zahrnuty všechny reprezentace atomové a analytické molekulární spektroskopie tak, aby CSI bylo skutečně reprezentativní spektroskopickou konferencí a zahrnulo pokud možno všechny spektroskopické disciplíny. Vzhledem k stále rostoucím nákladům budou se tiskové materiály zasílat přímo národním spektroskopickým organizacím, redakcím časopisů a účastníkům posledních tří kongresů. Členi příštího Continuation Committee jsou Dr.S.Berman, prof.S.Koirtyohann, prof.K.Laqua, prof.A.Petrakiev a Dr.J.Mermet /IUPAC/. Na závěr americká delegátka paní Sobelová navrhla výměnu informací o činnosti každé národní organizace nebo společnosti, která je na kongresu reprezentována.

POST-CSI SYMPOSIUM "SELECTED TOPICS FROM GRAPHITE FURNACE AND HYDRIDE-GENERATION AAS"

Dr.J.Dědina, CSc ČSAV ÚNBR, Praha

Na 24. CSI navazovalo několik monotematických symposií. Symposium věnované problematice grafitových atomizátorů a generování hydridů se konalo v malebném městečku Meersburgu na břehu Bodamského jezera. Tohoto setkání se zúčastnilo kolem šedesáti odborníků, kteří zde hledali a našli protiváhu XXIV. CSI - intimnější prostředí a homogennější složení kolektivu, což umožnilo důkladnější a hlubší diskuse. K celkovému zdaru přispěla značnou měrou perfektní organizace Dr.B.Welze nejen v průběhu symposia, ale i v přípravné fázi, kdy se mu podařilo zajistit reprezentativní účast příslušných specialistů.

Odborný program setkání byl rozdělen do čtyř tematických půldenních okruhů. Každý z nich sestával z úvodní přednášky, navazujících ústních sdělení a ze závěrečné diskuse "u kulatého stolu". Celkem bylo předneseno 24 přednášek.

První tematický okruh byl věnován vlivu povrchu v grafitových atomizátorech. V úvodní přednášce /J.A.Holcombe a kol.: Surface reactions in graphite atomizers/ byl s využitím matematického modelování diskutován vliv typu interakce analytu s povrchem atomizátoru na tvar analytického signálu. D.L.Styris /Elucidating atomization mechanism by simultaneous mass spectrometry and AAS/ pak dokázal, že napojení hmotového spektrometru na grafitový atomizátor může poskytnout neocenitelné informace o mechanismu ztrát analytu během tepelné úpravy vzorku. Další přednášky byly převážně věnovány struktuře různých druhů povrchů atomizátorů, až na malé výjimky grafitových

a jejich reaktivitě v průběhu analytického cyklu.

V úvodu následujícího půldne W.Frech /Atomization mechanisms and gas phase reactions in graphite furnaces/ poukázal na zásadní vliv složení plynné fáze v atomizátoru na účinnost a mechanismus atomizačního procesu. Další příspěvky se zabývaly jednak atomizačními mechanismy jednotlivých prvků, jednak modifikacemi matrice. Byla rovněž popsána zajímavá aplikace tvorby těkavého chelátu přímo v atomizátoru k selektivnímu stanovení Cr/VI/ vedle Cr/III/. J.M.Ottaway /Probe methods in electrochemical atomization/ hovořil o posledních pokrocích v konstrukci "constant temperature" grafitových atomizátorů založených na Lvovově koncepci vnášení vzorku na grafitové sondě do předem vyhřátého atomizátoru.

Třetí tematický okruh, otevřený přednáškou H.Falka /Spatially and temporally resolved temperature profiles in graphite furnaces/, se týkal měření teplot, korekce pozadí a simultánních stanovení v grafitových atomizátorech.

Poslední půlden byl věnován generování hydridů. Kromě úvodního referátu /J.Dědina: Optimization of hydride generation in AAS/, kde byly rozvedeny možnosti matematického popisu celého procesu generování a atomizace hydridů, a kromě sdělení D.E.Schradera /Automated atomic absorption vapour generation - applications and interferences/ byly všechny přednesené příspěvky zaměřeny na atomizaci hydridů ať už v klasických křemenových nebo v grafitových atomizátorech. Z hlediska budoucího vývoje hydridových atomizátorů byly zvláště zajímavé příspěvky R.E.Sturgeona /Hydride generation - GFAAS: New aspects/ o atomizaci hydridů v komerčním grafitovém atomizátoru po předchozí kolekci "in situ" a K.Dittricha /Hydride atomization in graphite furnace atomizers/ o speciálním atomizátoru z grafitové folie. Oba tyto přístupy redikují atomizační interference o několik řádů.

Všechny přednesené příspěvky budou publikovány ve Fresenius Z.Anal. Chem.

POST-SYMPÓZIUM "ANALÝZA MATERIÁLOV /KOVY, KERAMIKA, MINERÁLY/
ZA POUŽITIA SPEKTROSKOPICKÝCH METÓD" 23. - 24. 9. 1985, Jülich
Prof. Ing. E. Plško, DrSc. Geologický ústav UK, Bratislava

Post-sympóziu pripravil a riadil Prof. Dr. H. Nickel a prebiehalo v Centre jadrového výskumu v prednáškovvej sieni Ústavu fyziky tuhej fázy.

Program tvorilo viac na sebe naväzujúcich odborných podujatí informatívneho, vedecky tématického, poučného a exkurzného rázu. Vlastný odborný program bol veľmi dobre vyvážený viacerými spoločenskými podujatiami umožňujúcimi viac než 40 účastníkom z 10 krajín prísť i do neformálneho styku vedúceho ku upevneniu starých a naviazaniu nových nie len odborných, ale aj priateľských stykov tvoriacich neodmysliteľnú súčasť tvorivej vedeckej spolupráce.

V zahajovacej časti boli účastníci formou prednášky a inštruktívneho filmu zoznámení s organizáciou a výskumnou problematikou Centra jadrového výskumu v Jülichu patriaceho ku jedným z najväčších moderne vybavených vedecko výskumných komplexov v NSR.

V ďalšej časti programu odznelo 5 vyžiadanych prednášok od odborníkov z NSR venovaných novým trendom v aplikácii spektroskopie na analýzu kovov, jadrových materiálov, výskum tuhej fázy, ako aj možnostiam vysokoteplotnej hmotnostnej spektrometrie a organizácii analytickej služby.

V popoludňajších hodinách bola organizovaná exkurzia na rôzne pracoviská Centra podľa záujmu účastníkov, kde bolo možné zoznámiť sa s technikou, vedeckým zameraním a výsledkami dosiahnutými pomocou rôznych spektroskopických princípov /ICP, XRF, EDAX, AF s laserovým budením i atomizáciou v ICP, laserová mikrohmotnostná analýza, hmotnostná spektrometria s iskrovým zdrojom i vysokoteplotná, ionová mikrosonda, Augerova spektroskopía a pod./.

Druhý deň rokovania bol venovaný krátkym príspevkom a diskusiám účastníkov sympózia, ktorých tematika bola zameraná, ako na prípravu vzoriek, tak i na zlepšenie základných parametrov spektrálnych metód a aplikáciu nových techník. Osobitný význam mali príspevky venované správnosti výsledkov a s ňou spojeným problémom atestovaných referenčných materiálov.

Osobitný dojem zanechala v účastníkoch sympózia exkurzia ku zariadeniu TEXTOR - tokamak pre štúdium v oblasti jadrovej fúzie s cieľom zabezpečenia "čistej" energie, ako aj exkurzia do Ústavu medicíny, kde sa vykonáva funkčná diagnostika srdca a mozgu pomocou radioizotópov.

V závere sympózia mali účastníci možnosť navštíviť najväčší povrchový hnedouhlný lom na svete, čo prispelo vhodným spôsobom ako všeobecne poučné vyváženie ku opísanému zdarnému odbornému programu, ktorého jednoznačnou výslednicou bol poznatok o potrebe kombinovania radu náročných postupov umožňujúcich riešenie narastajúcich požiadaviek na analytické charakterizovanie surovín a materiálov potrebných na zabezpečenie rýchle sa rozvíjajúcich progresívnych technológií.

XVII. EVROPSKÝ KONGRES MOLEKULOVÉ SPEKTROSKOPIE /EUCMOS/

Ing. J. Moravec, CSc. ÚJV Praha

Ve dňoch 8.9. až 13.9.1985 se konal v Paláci výstav a kongresů v Madridu XVII. EUCMOS. Kongresu se zúčastnilo cca 400 pracovníků z 39 zemí. Odborná část byla rozčleněna do 12 plenárních přednášek /trvání 60 min./, cca 25 pozvaných přednášek /30 min./, cca 50 ústních sdělení /15 min./, která byla prezentována paralelně ve 3 sekcích, a výstav cca 380 posterů. Postery tvořily přibližně 80% odborné náplně kongresu, která se větvila do následujících zájmových oblastí:

1. Pokroky ve spektroskopické technice
2. Vibrační a rotační analýza
3. Spektra a elektronová struktura, excitované stavy
4. Intenzity a tvary pásů
5. Kvantově-mechanické výpočty spektroskopických vlastností
6. Molekulová struktura a konformační analýza
7. Spektroskopie vysokého rozlišení a nelineární jevy
8. Molekulární dynamika a přenos energie
9. Matricová spektroskopie
10. Spektroskopie pevného stavu
11. Spektra molekul v hraničních vrstvách a adsorbovaných molekul
12. Intermolekulární interakce
13. Molekuly biologického významu
14. Průmyslové a analytické aplikace.

Některé své výrobky vystavovaly a další nabízely pomocí informací, panelů a prospektů následující firmy: Bruker, Bomem, Spectra-Physics /Lasing S.A./, PRA /Photochemical Research Associates, Inc./ ARC /Acton Research Corporation/, Quantel, Teoptics, Coherent, Pacisa /Mattson Instruments, Inc./, Baird Milton Roy Co. /dříve Bausch a. Lomb/, Perkin-Elmer a Nicolet /Izasa/. Firma Bruker prodává m.j. FT-IR spektrometry, od levnějších přístrojů pro rutinní práce a aplikovaný výzkum /IFS 45, IFS 85, IFS 88/ až po náročné kompletní linky spektrometrů, pracujících s vakuem nebo proplachováním, a pro vědecké účely, 4 - 25 000 cm^{-1} /IFS 110, IFS 112v, IFS 113v, IFS 114/. Dále produkuje hlavně zařízení pro měření NMR spekter s železnými a supravodivými magnety /AC 80 - 250/ a standardními a širokými otvory v magnetech /AM 200 - 400/, mnohoúčelové NMR spektrometry řady MSL pro pevné vzorky a kapaliny, dále EPR spektrometry serie ER 200 E/D-SRC, FT hmotnostní spektrometr CMS-47 a mobilní hmotnostní spektrometr MM1, zařízení pro HPLC chromatografii a různá přídavná a pomocná zařízení.

Firma Bomem nabízí FTIR spektrometry řady DA 3 /5 - 45 000 cm^{-1} /, fa Spectra-Physics vyrábí He-Ne lasery /0,5 - 25 mW/, fa PRA inzeruje picosekundový barvivový laser LN 105 /400 - 900 nm/ a údajně nejvýkonnější komerčně vyráběný dusíkový laser LN 1000 /2mW/, fa ARC prodává monochromátory pro volný rozsah od měkkého rtg. záření přes vakuovou UV oblast do 1 300 nm, fa Quantel nabízí barvivové a další lasery, fa Peoptics se zabývá interferometri Fabry-Perot, laditelnými

etalony, ultraúzkopásmovými filtry a dalšími podobnými přístroji, fa Coheret nabízí celou škálu vědeckých a průmyslových laserů /Innova 60 - 100/, Ar a Kr lasery a další, fa Pacisa nabízí FT-IR spektrometry Sirius 100 včetně datasytému Starlab /cena < 50 000 \$/, Cygnus 25, Alpha, Centauri /400 - 4800 cm^{-1} , rozlišení 0,5 cm^{-1} / a dále zařízení pro techniku maticové izolace /Ar/ Cryolet atd., fa Baird přichází s programovatelným spektrofluorimetrem Nova 2, fa Milton Roy Co. nabízí elektronově-absorpční spektrometry Spectronic 501 /325 - 999 nm/ a 601 /195 - 999 nm/ a konečně renomovaná firma Perkin-Elmer představuje především FTIR spektrometr 1710 se zlepšeným Michelsonovým interferometrem a s rozsáhlým příslušenstvím.

V rámci kongresu byla vedena jednání o uspořádání některého z příštích EUCMOS v ČSSR z podnětu Čs. spektroskopické společnosti při ČSAV. Vzhledem k okolnosti, že podobnou kandidaturu vnesla i NDR, nebylo zatím rozhodnuto, kde se EUCMOS bude konat v roce 1989 /v roce 1987 je pořadatelem Amsterdam/; v každém případě však, ať už bude pořadatelem kongresu v r. 1989 ČSSR nebo NDR, bude o 4 roky později pověřena organizací kongresu druhá z těchto zemí. Tak ze 4 příštích kongresů se 2 budou konat v socialistických zemích, což je proti dřívější praxi úspěch, podmíněný dobrým mezinárodním ohlasem spektroskopických prací i organizace spektroskopie jak v ČSSR, tak i v NDR.

Za mimořádnou zmínku stojí plenární přednáška T.Hirschfelda/Dept. of Chemistry, Lawrence Livermore National Lab., Livermore, California, USA/, jejíž název byl "New developments in infrared spectroscopy". Posluchač se dozvěděl, že enormní změny na poli IČ spektroskopie, které nastaly v posledních letech, budou zcela zastíněny současným vývojem a nejbližší budoucnosti. Možnost užívání miniaturizovaných detektorů dovolí vzorkování na úrovni pikogramů měřené látky, doba pro změření spektra v potřebném rozsahu vlnočtů se bude počítat na milisekundy a rutinní záležitosti se stanou infračervené mikrosondy pro scanning. Díky pokroku ve vývoji algoritmů nebude nutno interpretovat IČ spektra pracně a zdlouhavě jako dosud na základě srovnání se sbírkami spekter a podstatně se zvýší význam IČ spektroskopie pro kvantitativní analýzu. Do značné míry se též prohloubí využívání infračervené oblasti pro analytické aplikace.

Kongres byl organizován dobře, přestože někdy docházelo k nedodržení délky přednášek, takže nebylo vždy možné podle zájmu o jednotlivé přednášky přecházet z jedné sekce do druhé, a docházelo i k posunům u plenárních přednášek. Na druhé straně je možno vyzvednout mimořádnou ochotu a přátelskou pohostinnost organizátorů.

10. MEZINÁRODNÍ HMOTNOSTNĚ SPEKTROSKOPICKÁ KONFERENCE

Dr.M.Ryska,CSC, VÚFB, Praha

10. mezinárodní hmotnostně spektroskopická konference se konala ve dnech 9.-13. září 1985 v jižním Walesu ve Swansea. Konference se zúčastnilo kolem 1100 hmotnostních spektrometrů z 38 zemí. Nejpočetněji byla zastoupena pochopitelně domácí Velká Británie, dále USA /125 účastníků/, NSR /115/, Holandsko /41/ atd. Ze socialistických států bylo nejvíce účastníků z Jugoslávie a MLR /12/, z Československa se zúčastnilo 5 hmotnostních spektrometrů.

Konference se konala v areálu University College of Swansea, kde byla ve studentských kolejích též ubytována většina účastníků. Plenární přednášky, jichž bylo celkem 5, se konaly v městské hale Brangwyn Hall, která měla dostatečnou kapacitu pro umístění všech účastníků. Plenární přednášky byly na téma: 1/ Použití hmotnostní spektrometrie v biologii, farmakologii a medicíně /prof. E.C.Horning/, 2/ Mechanické aspekty organické hmotnostní spektrometrie na příkladech experimentálního a teoretického studia ionisovaných ketoenol tautomerů /prof. H.Schwarz/, 3/ Přístroje pro hmotnostní spektrometrii /prof. J.F.J.Todd/, 4/ Vývoj v teorii hmotnostní spektrometrie /prof. J.C.Lorquet/, 5/ Fyzikální chemie iontových reakcí. Clustery a makromolekuly /prof. P.J. Derrick/. Celkem 26 přednášek zvaných autorů spolu se 121 ústními sděleními byly přednášeny paralelně podle jednotlivých sekcí ve 3 posluchárnách university se současným videopřenosem do dalších 3 poslucháren. Převážná část /434/ vědeckých sdělení byla prezentována formou plakátových sdělení (posterů), rozdělených do 15 sekcí, denně ve 2 sálech. Každé plakátové sdělení bylo k nahlédnutí po jeden celý den v době povinné přítomnosti alespoň jednoho z autorů do 14.00 do 15.30 hod. se žádná jiná sekce nekonala. Moderní směry hmotnostní spektrometrie se odrážely jednak v množství sdělení v jednotlivých sekcích, jednak v sekcích prakticky zcela nových. Nejpočetněji byla zastoupena sekce Desorpční ionisace /62 posterů/, představená kromě hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů /SIMS/ a desorpční chemické ionisace /DCI/ především pracemi v oblasti ionisace rychlými atomy /FAB/. Připočteme-li k těmto sdělením ještě řadu aplikačních sdělení v dalších sekcích, jako např. v sekci biolékařských aplikací, je dnes metoda FAB nejintenzivněji se rozvíjející metodou ionizační hmotnostní spektrometrie. Pozornost na konferenci byla věnována nejen hlavním aplikačním směrům této metody v biochemii, farmakologii, sekvenční analýze, ale zejména mechanistickým aspektům /S.C.Davis, P.J.Derrick, S.S.Wong, F.W.Röllgen, G.Dube a další/. Zajímavé bylo sdělení J.E. Bartmesse a L.R.Phillipse o nové technice FAB vhodné pro nepolární látky s použitím mikroelektrochemické cely umístěné na terči ionizační sondy FAB. Význam techniky desorpce polem /FD/ v důsledku jednodušší a experimentálně méně náročné techniky FAB naproti tomu výrazně klesá.

Z kombinovaných technik byla sice nejpočetněji zastoupena kombinace plynové chromatografie a hmotnostní spektrometrie /GC/MS/, kde však vývoj možno považovat za dokončený a nové aspekty lze pozorovat v kombinaci plynová chromatografie - tandemová hmotnostní spektrometrie /GC/MS/MS/, kdy na plynové chromatografické dělení složitých směsí je kladen podstatně menší důraz. Největší pokroky bylo možné pozorovat v kombinaci kapalinová chromatografie - hmotnostní spektrometrie /LC/MS/ a v tandemové hmotnostní spektrometrii /MS/MS/. U kombinace LC/MS lze dnes thermospray považovat za zcela rutinní ionizační techniku ve spojení s kvadrupólovými analyzátoři a rutinně se začíná uplatňovat i u přístrojů sektorových. Velkou pozornost budila 2 plakátová sdělení M.L.Alexandrova a spoluautorů z Ústavu analytické instrumentace AN SSSR v Leningradu, kteří navrhli nový způsob spojení kapalinového chromatografu s hmotnostním spektrometrem na principu elektrohydrodynamického rozprašování.

Tradičně značným počtem sdělení byla zastoupena sekce Iontové struktury a mechanismy. Kvalita sdělení v této sekci byla garantována tak významnými autory jako prof. Mc Lafferty, prof. Schwarz, prof. Beynon, prof. Harris, prof. Grützmacher, prof. Nibbering, prof. Gäumann a dalšími.

Tandemová hmotnostní spektrometrie /MS/MS/ se stává rutinní metodou při zjišťování stopových množství látek ve složitých směsích. Ve srovnání s metodou GC/MS snižuje až o 2 řády meze detekce, zvyšuje rychlost provádění analýs a tudíž produktivitu až na 100 vzorků/hod. Je využívána v nejrůznějších kombinacích od trojitých kvadrupólů až po nejnovější hybridy typu BEQQ, vyvinuté prof. Cooksem. Zajímavá byla práce týkající se inverzního hybridu /QEB/.

Lasery nacházejí v hmotnostní spektrometrii stále širší uplatnění jednak v mikrosondové hmotnostní spektrometrii /LAMMA/, jednak při laserové ionisaci /LIMMA/. Perspektivní se jeví laserem indukovaná disociace iontů, vyvíjená prof. Beynonem. Účinnost disociace dosahuje až 90%.

Anorganická analýsa, studie při vysokých teplotách, isotopická analýsa byly zastoupeny asi 30% celkového množství prací. Na rozdíl od metod organické hmotnostní spektrometrie, které stále procházejí bouřlivým vývojem zahájeným v minulém desetiletí, soustřeďuje se anorganická hmotnostní spektrometrie již téměř výhradně na aplikační oblast.

Součástí konference byla výstava přístrojů předních světových výrobců hmotnostních spektrometrů, servisních středisek, výrobců náhradních dílů, výstava knih, časopisů a databank předních nakladatelství. Novými přístroji se představila zejména firma VG Analytical. Její trojsektorový přístroj s dvojitou fokusací TS-250 je novou koncepcí v kategorii přístrojů s rozlišovací schopností do 7500 vhodnou zejména pro rutinní účely. Nová konstrukce bezhysteresního magnetu umožňuje pracovat při vysokém rozlišení bez používání referenčních látek. Jako nový přístroj v řadě 7070 vystavovala VG vysoce citlivý VG 70-S s maximální rozlišovací schopností 40000/10%. Jeho citlivost je až o řád větší než citlivost obdobných přístrojů ostatních firem. Velkou pozornost budil nový hybridní Finnigan MAT H-SQ 30, na jehož vývoji se podílela škola prof. Cookse. Firma Kratos upoutala kompaktním LC/MS/DS systémem

MS-25RFA. Zároveň zastupovala firmu BIO-ION Nordic AB při představení prvního komerčního průletového hmotnostního spektrometru se zdrojem na principu ionisace v plasmě²⁵² Cf. Uplatňovat v analytické praxi se začínají i hmotnostní spektrometry na principu iontové cyklotronové resonance. Vedle firmy Nicolet, která jako první začala vyrábět komerční FTMS a představila se svými FTMS-2000, se díky zkušenostem v technologii supervodivých magnetů začíná prosazovat firma Bruker svým modelem CMS-47.

Československá hmotnostní spektrometrie byla na konferenci reprezentována jednou vyzvanou přednáškou /RNDr. F.Tureček/ a 3 plakátovými sděleními /RNDr. M.Ryska, Ing. I.Koruna, Ing. J.Mitera/. Zejména přednáška RNDr. F.Turečka jak vysokou úrovní, tak i vynikajícím přednesem měla veliký ohlas mezi zahraničními účastníky a důstojně reprezentovala československou hmotnostní spektrometrii na tomto mezinárodním fóru. Zastoupení naší vědy pouze 5 účastníky nelze považovat v době zvýšené pozornosti vědeckotechnickému rozvoji za adekvátní významu této konference. Svědčí o tom konečně počet účastníků z řady jiných evropských států.

Československá spektroskopická společnost při ČSAV
adresa sekretariátu : 160 00 Praha 6, Kozlovská 1
za ČSSS zodpovídá Dr.M.Fara, CSc
Redakce P.Vampolová. Redakční uzávěrka listopad 1985
Pouze pro vnitřní potřebu.