

Spektroskopická společnost
Jana Marci Marci 397
166 29 PRAHA 6, Thákurova 7

SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST JANA MARCA MARCI



BULLETIN
SPEKTROSKOPICKÉ SPOLEČNOSTI
JANA MARCA MARCI

Číslo 92

únor 1998

Kurz praktické AAS

Dle plánu odborných akcí Společnosti uskuteční se kurz praktické AAS od 9. do 12. listopadu 1998 v Karlíku u Prahy. Kurz je určen především začínajícím pracovníkům v oboru nebo pracovníkům, kteří byli dosud zaměřeni na úzké využití metody AAS a rádi by své znalosti rozšířili o další možnosti. Lektorský tým kurzu vede Dr. Jiřina Sysalová, CSc.

Mezi hlavní témata kurzu byly zařazeny základy optické spektroskopie, přehled přístrojové techniky, metody správného měření a vyhodnocování výsledků a jejich zpracování.

Formou přednášek bude podrobně probána plamenová technika, grafitová kyveta a hydridová technika, k čemuž budou uvedeny i možné nabídky současného trhu. Podrobně budou vyloženy otázky vývoje metod, výskytu a třídění rušivých vlivů a možnosti jejich eliminace a budou diskutovány praktické příklady.

Internátní organizace kurzu vytvoří časový prostor pro diskuse k probraným tématům a praktickým problémům, včetně verifikace a validace metod. Frekventantům kurzu bude k dispozici příslušná literatura. Pro zájemce bude zajištěna autobusová doprava z Prahy.

Předpokládaná cena kurzu:

- 1 100,- Kč organizační náklady pro kolektivní členy Společnosti
- 1 430,- Kč organizační náklady pro individuální členy a nečleny Společnosti.
- Ubytování 300,- až 400,- Kč za osobu ve dvoulůžkových pokojích.

Příhláška je přiložena v tomto čísle Bulletinu. Přihlášení zájemci obdrží podrobnější informace do konce srpna, úhradu zaslanou složenkou pak bude třeba provést do konce září.

KATEGORIE A (diplomové práce)

Kateřina Chmelová:

Vibrační stavy složek nukleových kyselin v pevné fázi

Vedoucí diplomové práce : RNDr. Josef Štěpánek, CSc

Pracoviště : Oddělení fyziky organických struktur, Fyzikální ústav MFF UK

Diplomová práce se týká polarizovaného Ramanova rozptylu na monokrystalech modifikovaných bází nukleových kyselin a jejich komplexů, které představují unikátní modelové systémy pro nalezení vztahů mezi charakteristikami Ramanova spektra a parametry popisujícími prostorové uspořádání a mezimolekulové interakce v nukleových kyselinách. Plné využití technik polarizačních měření, která umožňují určit všechny složky veličin charakterizujících vlastnosti studované molekuly, je však podmíněno dostatečnou velikostí, dobrou optickou kvalitou a v neposlední řadě vhodným hábitem krystalu.

Krystaly s opticky kvalitními plochami typu (h01) byly využity pro studium vibračních módů smíšeného krystalu obsahujícího komplex 9-methyladeninu a 1-methylthyminu, který se vyznačuje atypickým párováním Hoogsteenova typu. Byla měřena polarizovaná spektra Ramanova rozptylu při třech různých polohách krystalu. V práci byly odvozeny vztahy, na jejichž základě byly ze spekter určeny kvadráty všech složek Ramanova tenzoru molekulárního komplexu. Tato data budou konfrontována s výsledky ab-initio kvantové chemických výpočtů, které povedou k určení škálových vnitromolekulárních silových konstant.

Z naměřených polarizovaných spekter byly získány údaje nejen o vibračních frekvencích, ale i o geometrii vibračních módů, zejména byly jednoznačně rozlišeny pásy rovinných a nerovinných vibrací. Díky porovnání s výsledky měření na dalších typech krystalů obsahujících pouze jednotlivé složky Hoogsteenova páru, tj. samotný 9-methyladenin nebo 1-methylthymin, bylo určeno, které vibrační módy jsou citlivé na vznik heteropáru. Bylo nalezeno několik vibračních módů, u kterých dochází k signifikantnímu posunu frekvence.

Nejzajímavějším zjištěním je však to, že zřejmě dochází ke spřažení frekvenčně blízkých vibračních módů adeninu a thyminu. Tento jev se projevuje výraznou změnou Ramanova spektra, která se zdá být zcela specifická pro vznik daného páru a tedy nezaměnitelná s tvorbou jiných typů vodíkových můstků (například mezi bází a vodou). Tyto poznatky přinášejí nové podněty pro hledání ramanovských markerů, které by měly sloužit pro identifikaci jednotlivých typů vodíkových můstků mezi bázemi nukleových kyselin v roztocích (například při studiu dvojšroubovicových a trojšroubovicových struktur nukleových kyselin).

Nicolet
INSTRUMENTS OF DISCOVERY

SPECIALISTÉ V OBORU FTIR

- infračervené spektrometry s Fourierovou transformací pro náročné aplikace i rutinní použití
- příslušenství k IR a FTIR spektrometrům
- specializované databáze IČ spekter
- rychlá kvantitativní analýza ropného znečištění včetně jeho identifikace
- modemové napojení na rozsáhlou databanku spekter
- analyzátor olejů
- analyzátoři plynů - multikomponentová analýza až 20 složek bez separace
- infračervené mikroskopy
- spojení FTIR se separačními metodami a TGA
- zakázkový vývoj analytických metod včetně programování
- bezplatné předvedení přístrojů zájemcům s možností měření vlastních vzorků

NICODOM, REP. NICOLET INSTRUMENT, HLAVNÍ 2727, 141 00 PRAHA 4
Tel.: 02 - 76 68 59, - 76 49 97, Fax: - 76 68 59

PERKIN ELMER

Nad Ostrovem 1119/7
147 00 Praha 4
tel. 02-61222164-7, fax 02-61222168

Firma Perkin Elmer zajišťuje prodej a servis přístrojů v těchto oblastech:

- ◆ spektroskopie (AAS, ICP-OES, ICP-MS, UV/VIS, FTIR, Fluorescence)
- ◆ termická analýza (DSC, DTA, TGA, DMA, DPA)
- ◆ plynová chromatografie (GC, GC-MS)
- ◆ polarimetrie
- ◆ kapalinová chromatografie (LC, LC/MS, LC/MS/MS)
- ◆ laboratorní informační systémy (LIMS)
- ◆ elementární analýza

Firma Perkin Elmer uvádí na trh novou řadu aplikačně orientovaných FTIR spektrometrů:

- Spectrum RX:** plně integrovaný a výkonný systém se snadným ovládáním
- Spectrum BX:** počítačem řízený flexibilní systém s vestavěnými validačními standardy a plně validovaným softwarem Spectrum 2
- Spectrum GX:** špičkový FTIR systém pro nejnáročnější aplikace s možností postupného rozšiřování
- Spectrum Used Oil Analyzer:** jednocelový systém pro zjišťování degradace olejů

MIMOŘÁDNÁ CENOVÁ NABÍDKA
PLATNÁ DO 30. 6. 1998:

FTIR Spectrum RXI za 600 000,- Kč (bez DPH)

Jaroslava Šperková:

Validace stanovení některých kovů v biotických matricích metodou ICP-MS

*Vedoucí diplomové práce: Doc. Ing. Miloslav Suchánek, CSc
Pracoviště: VŠCHT, Ústav analytické chemie*

Diplomová práce byla zaměřena na stanovení stopových množství chromu, kadmia, mědi, niklu a zinku v rostlinných materiálech metodou hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS) a na odhadu nejistot souvisejících s celým analytickým procesem. Cílem diplomové práce bylo i navrzení standardního operačního postupu pro stanovení těchto vybraných kovů v rostlinných materiálech metodou ICP-MS. Při měření pomocí ICP-MS byly využity dvě metody, metoda kalibrační přímky a metoda přidávku standardního roztoku. Pro ověření správnosti měření byly analyzovány dva druhy certifikovaného referenčního materiálu rostlinného původu, jilek (CRM Rye Grass) a jehličí (CRM Pine Needles).

V případě niklu byl připraven vlastní standardní roztok tohoto kovu a obsah niklu v tomto roztoku byl stanoven primární metodou - gravimetricky a byly odhadnuty nejistoty tohoto stanovení. Největším příspěvkem nejistoty celkového výsledku byla nejistota vyvážky. Na této nejistotě se nejvíce projevila zjištěná náhodná chyba vážení, která by v tomto případě mohla být zmenšena použitím přesnějších vah. Odhad byl proveden i pro nejistoty týkající se přípravy kalibračních srovnávacích roztoků ze základních standardních roztoků jejich postupným ředěním.

Nakonec byla odhadnuta kombinovaná nejistota navrženého standardního operačního postupu. Největším příspěvkem k celkové nejistotě byla nejistota u (x_{obs}) odpovídající hodnoty x_{obs} (která byla odhadnuta z kalibračních údajů), nejistota stanovené hodnoty sušiny a také nejistota rozkladu vzorku. K určitému zmenšení této kombinované nejistoty by mohlo dojít např. při provedení většího počtu experimentálního stanovení obsahu vlhkosti ve vzorku nebo také při volbě větší navážky vzorku pro stanovení vlhkosti. Podobně nejistota rozkladu vzorku by mohla být snížena větším počtem provedení experimentálních rozkladů

KATEGORIE B (publikace)

Tomáš Matoušek:

On-line atomizace selenovodíku v grafitových atomizátorech: Odhad atomového absorpčního koeficientu a spektroskopické teploty

J. Dědina, T. Matoušek, W. Frech : On-line atomization of selenium hydride in graphite furnaces: Estimate of atomic absorption coefficient and spectroscopic temperature. *Spectrochimica Acta B* 51: 1107-1119, 1996.

On-line atomizace selenovodíku v grafitových atomizátorech využívá dávkování analytu v plynné fázi. V takovém systému je vstupní funkce analytu nezávislá na teplotním pro-

gramu květy. Navíc můžeme dávkovat analyt do atomizátoru o známé a ustálené teplotě. On-line atomizace hydridů může být tedy vhodným nástrojem k určování některých fyzikálních konstant důležitých pro ETA AAS, například atomových absorpčních či difúzních koeficientů.

Použitý příčně vyhřívaný atomizátor zajistil konstantní teplotu v pozorovaném objemu. Naše metoda dávkování zředěného plynného selenovodíku ze zásobní nádoby dovolila úplnou kontrolu složení atomizační atmosféry. Trubička z nitridu bóru utěsněná v injekčním otvoru atomizátoru se ukázala jako velmi vhodné spojení dávkovací aparatury s atomizátorem až do teplot okolo 2 400°C.

Ke zjištění vlivu průtokové rychlosti nosného plynu na efektivní teplotu plynné fáze v atomizátoru pro nastavené teploty 1 800°C a 2 200°C byla použita měření spektroskopické teploty založená na atomové absorpci čar selenu o vlnové délce 196,1 a 204,0 nm. Při těchto nastavených atomizačních teplotách byly zjištěny charakteristické hmotnosti m_0 na čáře 196,1 nm za různých průtoků nosného argonu. Získaná data byla použita k určení experimentální hodnoty atomového absorpčního koeficientu : $(17,1 + 0,8) \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$. Tato hodnota se výrazně neliší od hodnoty teoretické. Hodnoty m_0 nalezené v teplotním rozsahu 188 - 2400°C pro dávkování plynného hydridu do atomizátoru při minimálním průtoku nosného plynu byly porovnány s charakteristickými hmotnostmi při tradičním dávkování kapaliny. Z toho plynoucí odhad ztrát volných atomů analytu injekčním otvorem pro tradiční dávkování kapalného vzorku činí zhruba 20 - 25%.

Předsednictvo hlavního výboru

upřímně blahopřeje k životnímu jubileu dlouholetých funkcionářů Společnosti

Dr. Miroslavu Ryskovi, CSc (2. 2.)

a Dr. Milanu Farovi, CSc (5. 3.).

NABÍDKOVÁ A POPTÁVKOVÁ SLUŽBA ČLENŮ SPOLEČNOSTI

VŠCHT, Centrální laboratoře o d k o u p í

spektrální fotografické desky ORWO, typ U.

Informace: Ing. Lejčková, tel. (02) 2435 4153.

Spektroskopická společnost Jana Marci Marci

adresa sekretariátu: Thákurova 7, 166 29 Praha 6

redakční rada: Dr. M. Fara, Dr. K. Jurek, Dr. J. Sysalová, Dr. B. Vlčková
tech. redakce: P. Vampolová

redakční uzávěrka: únor 1998, uzávěrka příštího čísla: duben 1998

Výrobní program LECO

Analytika pevných látek - Kovové a anorganické matrice

Analyzátory uhlíku, síry, kyslíku, vodíku, povrchového uhlíku, volného a vázaného uhlíku, vlhkosti a vázané vody

Elementární analýza - makro- a mikronavážky

Analyzátory uhlíku, vodíku, dusíku, síry, kyslíku, vlhkosti, popele, ztráty žháním

Analytika paliv

Analyzátory síry, C-H-N-O-S, vlhkosti, prchavých látek, popele, výhřevnosti, bodu tání popele

Optické emisní spektrometry

Simultánní kvantitativní stanovení více prvků v pevných (GDOS) nebo kapalných vzorcích (OES-ICP)

analýzy povrchových vrstev a koncentrační profil do hloubky pod povrchem (GDOS) u kovů

Přetavovací zařízení

Příprava homogenních vzorků pro emisní a rentgenovou spektrometrii.

Tavicí přístroje

Výroba tavených tablet pro rentgenovou spektrometrii nebo kyselinových výluhů pro analytiku AAS a ICP

Metalografie, zkoušení materiálů

Přístroje na automatickou přípravu vzorků, rozbrušovací pily, lisy na zalisování do umělých hmot, systémy na broušení a leštění, tvrdoměry.

Přístroje ke kvalitativnímu a kvantitativnímu zkoušení materiálů, mikroskopy, obrazové analyzátory.

Laboratorní pucky, vysokoteplotní pucky s ochrannou plynovou atmosférou

LECO Pegasus II GC/MS systém

Od obdržení vzorku až po vytisknutí závěrečné zprávy se žádný jiný hmotnostní spektrometr nemůže v rychlosti, přesnosti a jednoduchosti vyrovnat systému LECO Pegasus II GC/MS.

Pegasus poprvé kombinuje technologie plynového chromatografu, time-of-flight MS a technologie vysokorychlostního vyhodnocování signálu. Pegasus II způsobuje převrat jak ve výzkumu tak v provozních analýzách GC/MS pro velkou řadu organických sloučenin.

LECO INSTRUMENTE PLZEŇ

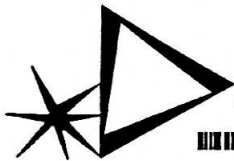
spol s.r.o.

Plaská 66, 323 25 Plzeň, ČR

Telefon : (019)7259301

(019)7259302

Telefax : (019)521114



SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST JANA MARCA MARCI

.....

Spektroskopická společnost Jana Marci Marci
Thákurova 7
166 29 Praha 6

**Závazná přihláška
na kurz praktické AAS
(Karlík u Prahy, 9. - 12. 11. 1998)**

Příjmení, jméno, titul:

.....
Zaměstnavatel:

.....
Adresa:

.....
Mám zájem o smluvní dopravu autobusem:

tam:

zpět:

.....
datum

.....
podpis

Přihlášku odeslat na adresu Společnosti do 15. června 1998