



Информация за изпълнение на етап на проект

Наименование на конкурса:
Конкурс за финансиране на научни изследвания – 2017 г.
Основна научна област:
Химически науки
№ на договор:
ДН 19/9 от 10.12.2017
Начална и крайна дата на проекта:
10.12.2017 – 10.12.2020
Заглавие на проекта:
Изследване на наноразмерни материали чрез иновационни спектрохимични анализи (INISA)
Базова организация:
ПЛОВДИВСКИ УНИВЕРСИТЕТ „Паисий Хилендарски“
Партньорски организации:
няма
Ръководител на научния колектив (академична длъжност, научна степен, име):
Доцент д-р Веселин Йорданов Кметов
Общ размер на отпуснатото финансиране за първи етап:
60 000 лв.
Интернет страница на проекта (ако има такава):
http://web.uni-plovdiv.bg/kmetov/INISA/
Научни публикации по проекта:
1. L. Kaynarova, D. Georgieva, V. Stefanova; <i>General characteristics of AgNPs analysis by SP-ICP-MS</i> , Bulgarian Chemical Communications (2019), 51,D, - приета за печат
2. A. Ivancheva, D. Georgieva, Ts. Lazarova, V. Stefanova, <i>Magnetic assisted solid phase extraction of trace elements APDC impregnated silica coated manganese-ferrite nanoparticles</i> ; Bulgarian Chemical Communications (2019), 51,D, - приета за печат
3. M. Kityakova, D. Stoitsov, E. Varbanova, K. Simitchiev, V. Kmetov; <i>Nanoparticles assisted hydride generation</i> ; Bulgarian Chemical Communications (2019), 51,D, - приета за печат
Резултатите от проекта INISA са представени на научни форуми както следва: 5 устни доклада (един в чужбина) 9 постерни доклада (един в чужбина) Разработват се два дисертационни труда



Описание на очакваните резултати по проекта (до 1 стр. в рамките на полето по-долу):

Дейностите по проекта са разпределени в пет работни пакета. Очакваните резултати от работата по всеки един от тях са както следва:

РП-1. Оптимизация на инструментални параметри за регистрация на ENM чрез SP-ICP-MS.

- Получаване на стабилни разредени наноколоидни системи, подходящи за възпроизводимо въвеждане в плазмения разряд с цел последователна регистрация на единични наночастици.
- Създаване на протоколи за въвеждане на наноколоидни системи с минимални загуби при транспорт (и пулверизация) и с максимална ефективност на йонизация. Установяване на надеждни времеви режими за инструменталното измерване, осигуряващи разграничаване на индивидуалните пикове от наночастици.
- Развитие и обогатяване на подходи за математическа и статистическа обработка на времевите сигнали генерирани от единични наночастици.

РП-2. Създаване на аналитични методи за определяне на състава, концентрацията на частици и размерите на ENM от сребро, титанов диоксид и мангано-ферит чрез SP-ICP-MS.

- Създаване на иновативни SP-ICP-MS методи за определяне на елементен състав на наночастици.
- Разработване на SP-ICP-MS метод за определяне на количество наночастици.
- Създаване и валидиране на иновативни аналитични методи за количествена оценка и охарактеризиране на различни наноматериали по отношение размер на частиците.

РП-3. Валидиране на SP-ICP-MS методите за охарактеризиране на размери и състав на ENM.

- Нови знания относно възможностите за инструментално определяне на наноразмерни обекти.
- Потвърдителни факти и разширени познания за възможностите за инструментално определяне на наноразмерни обекти.

РП-4: Изследване потенциала на SP-ICP-MS за получаване на допълнителна информация от изследване на наноколоиди

- Определяне на форми на присъствие на аналитите (йони или твърда фаза) както и равновесието между тях при анализ на суспензии на наночастици от сребро, титанов диоксид и магнитни наночастици. Създаване на възможности за оценка на токсичен ефект на наноматериали.
- Създаване на алтернативен подход за оценка сорбционни качества на повърхността на наноматериали. Комбиниране на твърдофазната екстракция върху нано-размерни сорбенти и SP-ICP-MS детекция при анализ на елементи в следови съдържания.

РП-5: Разработване на подходи за отлъчване и концентриране на ENM от реални проби.

- Нови знания относно възможностите за ефективно разделяне (концентриране) на наночастици от матричните компоненти на реални обекти в унифицирана среда с високо съдържание на ПАВ, осигуряваща дълговременна стабилност на наноколоидната система
- Нови знания за възможности за изолиране на нано-размерните материали от различни матрици с перспектива за достигане на високи фактори на обогатяване.



Членове на научния колектив

<i>Организации/участници¹</i>	<i>Бележка²</i>
Базова организация:	
Пловдивски университет „Паисий Хилендарски“	
Ръководител на научния колектив	
Доц. д-р Веселин Йорданов Кметов	
Участници:	
Доц. д-р Виолета Миленкова Стефанова	
Доц. д-р Николай Тодоров Кочев	
Доц. д-р Кирил Костов Симитчиев	
Гл. ас. д-р Деяна Любомирова Георгиева	ПД
Гл. ас. д-р Евелина Костадинова Върбанова	МУ; ПД
Нора Георгиева Сотирова	МУ; ДО
Ваня Йорданова Запрянова	МУ; ДО
Мина Тенева Кирякова	ДО
Ас. Лидия Иванова Кайнарова	МУ; ДО
Ани Андреева Иванчева	СТ
Проф. д-р Ирина Богданова Караджова	СУ „Св. Кл. Охридски“
Доц. д-р Пенка Василева Цанова	СУ „Св. Кл. Охридски“
Ас. д-р Деляна Митева Давчева	ДО ТЦСМ МУ- Пловдив
Гл. ас. д-р Гергана Кирилова Кирова	МУ; ПД ТЦСМ МУ- Пловдив
Проф. д-р Антонио Каналс	уч Университет Аликанте - Испания

¹ Отбележете академичната длъжност, научната степен, име и фамилия на всеки участник като включите и участниците, които са работили по проекта не през целия период за изпълнение на проекта

² Отбележете дали участникът в колектива е млад учен (МУ), постдокторант (ПД), докторанти (ДО) или студенти (СТ), или учен от чужбина (УЧ).



Постигнати резултати от изпълнението на проекта и кратък анализ на тяхната приложимост (до 1 стр. в рамките на полето по-долу)

Първият етап реализира дейностите от работните пакети РП 1, РП-2 и РП 3, като в хода на проекта се обособи и нов РП-2А. Постигнати са следните резултати:

- Избрани са подходи за хомогенизиране и носещ разтворител за получаване на стабилни суспензии на разреждени Ag наноклоиди. Предложен е миеш разтвор и протокол за промиване отстраняващи „ефектите на памет“ при spICP-MS анализ на Ag NPs. (РП-1)
- Създаден е теоретичен модел за намиране на оптимален фактор на разреждане на нано-суспензии въз основа на базова информация за обща масова концентрация, състав и среден размер на наночастиците. В него е заложен критерий (Поасонова статистика) за надеждна (P= 95%) последователна spICP-MS регистрация на единични NPs. (РП-1)
- Оценено е влиянието и са избрани подходящи инструментални параметри за регистриране на възпроизводими пикови сигнали на единични Ag NPs. Установени са времеви режими на ICP-MS регистрация, осигуряващи разграничаване на индивидуалните пикове, без компромис с чувствителност и възпроизводимост на анализа. (РП-1)
- Направен е критичен анализ на статистическите критерии за разделяне на двата домейна на сигналите при spICP-MS (постоянен и от кондензирана фаза) и е избран подход за определяне на „границата“ разделяща двата домейна. (РП-1)
- Сравнени са три калибрационни стратегии при определяне на размер и разпределение по размери на Ag NPs. Предложен е нов подход за определяне на неопределеността по отношение на регистрирания диаметър на наночастиците. (РП-2)
- Оценени са аналитичните характеристики на spICP-MS метода за определяне на сребърни NPs по отношение минимален диаметър на наночастиците, линеен диапазон при определяне на „частичковата“ концентрацията на NPs в пробата. (РП-2)
- Получените от spICP-MS резултати за диаметър и разпределение по размери на наноклоидни системи от Ag NPs са проверени чрез анализ на сертифицирани референтни материали (*Sigma Aldrich*) с деклариран среден размер на NPs и съответстваща неопределеност. За валидиране са използвани и алтернативни методи като трансмисионна електронна микроскопия (TEM) и спектрофотометрична детекция във видимата и УВ областта (UV-VIS). (РП-3)
- Доказано е, комбинирането на данни от UV-VIS спектри и ICP-MS анализ на общото съдържание на Ag в неизвестна проба е осигурява събирането на необходимите данни, за прилагане на теоретичния модел за разреждане позволяващ надеждно охарактеризиране на Ag NPs в реални проби чрез spICP-MS.

Разработени са методи за определяне на масова фракция, „NPs концентрация“ и разпределение по размери на Ag NPs синтезирани в ПУ и търговски козметични продукти. (РП-2)

Натрупаните резултати и опит са основа за развитие на spICP-MS метода в направленията: i) охарактеризиране на наноклоидни системи съдържащи оксиди (TiO_2 и MnFe_2O_4); ii) оценка сорбционните свойства на наноматериали; iii) разработване на подходи за отлъчване и концентриране на ENM от реални проби

- Предложена е иновативна модификация на хидридна генерация в MSIS камера чрез магнитни наночастици. Поради стабилизиране на хидриращия реагент и потискане на пенообразуването в камера се подобрява съществено прецизността на MP-AES анализа, при което LOD за As, Se и Sb са понижени в пъти спрямо досега декларираните. (РП-2А)