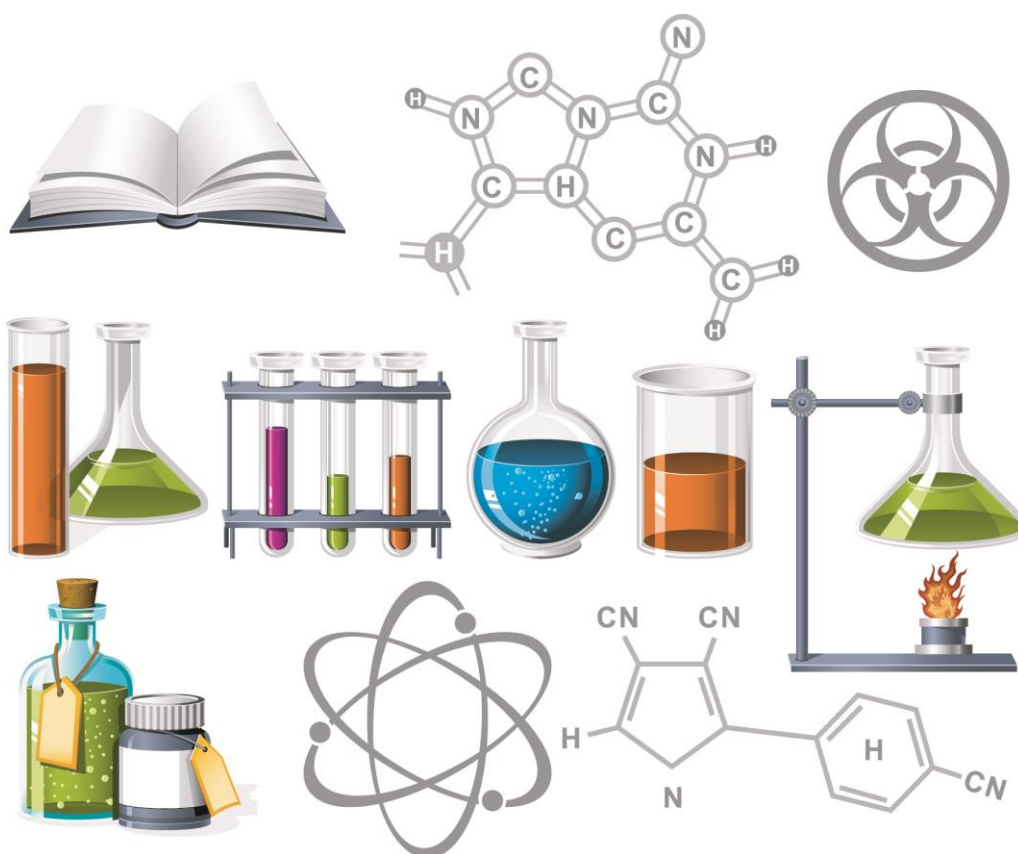


АСМ2



Иновативни техники и методики в областта на аналитичната химия

7 Юни 2016 г.



Thermo
SCIENTIFIC

Authorized Distributor



MILESTONE
HELPING
CHEMISTS

Фирма АСМ2 ЕООД е основана през 1997г. и предлага доставка, инсталиране и сервизно обслужване на аналитична и измервателна апаратура, доставка на лабораторни консумативи и аксесоари, както и обучение на клиенти в теоретичен и практически аспект, разработване, валидиране и внедряване на конкретни методи за анализ и др.

АСМ2 ЕООД е изключителен представител за България на **Thermo Scientific** - част от **Thermo Fisher Scientific**, водещ световен производител на инструментална лабораторна техника. Основните групи продукти на **Thermo Scientific**, са:

- ✓ **Хроматографска апаратура:** Газхроматографски (GC), Йоннохроматографски (IC) и Високоэффективни течено-хроматографски системи (HPLC) с различни конфигурации. Хроматографски колони и консумативи, системи за пробоподготовка и аксесоари;
- ✓ **Масспектрометрия:** Масспектрометри за хроматографски апарати (GC/MS и LC/MS), магнитносекторни, изотопни и мултиколекторни масспектрометри;
- ✓ **Апаратура за спектрален анализ:** UV/VIS спектрофотометри, Инфрочервени и Раман спектрометри, ЯМР спектроскопи, NanoDrop спектрофотометри;
- ✓ **Апарати за елементен анализ:** Атомно-абсорбционни спектрометри, ICP и ICP/MS спектрометри за определяне на елементен състав в различни матрици. Елемент анализатори, Автоматизирани дискретни анализатори за колориметрични, ензимни и електрохимични измервания;
- ✓ **Рентгено-структурен анализ:** рентгено-флуоресцентни (XRF), рентгено-дифракционни (XRD) и оптико-емисионни (OES) спектрометри;
- ✓ **Лабораторни информационни системи, LIMS.**

АСМ2 ЕООД е представител за България и на следните фирми:

- **Erweka GmbH** - Тестери за фармацевтичен анализ и развойна дейност;
- **Elga LabWater** - Системи за пречистване на вода;
- **PEAK Scientific** - Газ генератори за азот, водород и въздух;
- **FEI** – Сканиращи и трансмисионни електронни и светлинни микроскопи;
- **LabTech** - Общо лабораторно оборудване;
- **Milestone Srl** - Микровълнови системи за пробоподготовка и живачни анализатори;

За времето на съществуването си фирмата се утвърди като един от основните доставчици на лабораторна аналитична апаратура за различни контролни, научно-изследователски, токсикологични и заводски лаборатории.

От началото на 2004 г. фирма АСМ2 ЕООД притежава сертификат за управление на качеството на предлаганите услуги съгласно изискванията на стандарт ISO 9001:2008.



Фирма АСМ2 ЕООД предлага портфолио от продукти, даващи цялостно решение за вашите аналитични лабораторни процеси – от системи за пробоподготовка до анализатори и детектори от най-висок клас



Масспектрометърът Thermo Scientific Orbitrap Fusion Lumos Tribrid (MS) е проектиран да разшири работата в съвременните приложения в протеомиката, биофармацията и метаболомиката, включително количествено определяне с помощта на изобарни тагове, PTM анализ, data independent acquisition (DIA), и top-down протеомика.



Новите **UV-VIS** спектрофотометри за микроанализ - NanoDrop ONE и NanoDrop ONE C са вече на пазара. Като дизайн и възможности, запазената марка **NanoDrop** отново е лидер в областта на анализа на нуклеинови киселини, пептиди и протеини.



Новите йоннохроматографски системи **Dionex Integrion IC** работят при високо налягане (HPLC), което ги прави ненадминати в тази област за такъв клас апарат



Новият **хибриден квадрупол-Orbitrap GC-MS/MS - Thermo Scientific Q Exactive GC** е първата по рода си серийна система, предлагаща комбинация от газова хроматография и HRAM Orbitrap масспектрометрия.



Рентгено-структурен анализ рентгено-флуоресцентни (XRF), рентгено-дифракционни (XRD) и оптико-емисионни (OES) спектрометри



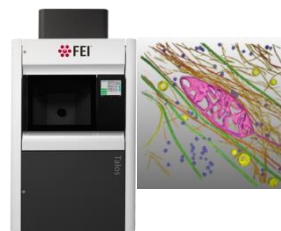
Новият **Thermo Scientific™ iCAP™ RQ ICP-MS** квадруполна масспектрометрия с индуктивно свързана плазма (Q-ICP-MS) идентифициране на органични и неорганични елементи при нива от ppt до под-ppt. Революционни технологии, даващи възможност на учените в сферите на околната среда, промишленост и здравеопазване да работят по-бързо, с увереност и гъвкавост, за да се адаптират към променящите се изисквания.

Хроматографски колони и консумативи

Колони и консумативи за течна хроматография
Колони и консумативи за газова хроматография
Дериватизиращи реактиви за газова и течна хроматография
Хроматографски шишенца и аксесоари
Аксесоари и консумативи за твърдофазна екстракция



Микровълнови системи
за пробоподготовка и
живачни анализатори



Сканиращи и трансмисионни
електронни и светлинни
микроскопи



Системи за чиста и
ултрачиста вода



Газ генератори за
азот, водород и
въздух



Тестери за фармацевтичен
анализ и развойна дейност



Общо лабораторно оборудване за пробоподготовка



Системи за пробоподготовка

- LC-MS On-Line Системи за пробоподготовка
- Автоматизирани системи за пробоподготовка
- Аксесоари и колонки за твърдофазна екстракция



Фирма АСМ2 ЕООД разполага с оторизирана сервизна база в РБългария и висококвалифицирани сервизни инженери



Chiller

Rotary evaporator

Vacuum pump

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

ПРОГРАМА

08 ⁴⁵ – 09 ¹⁵	Регистрация
09 ¹⁵ – 09 ³⁰	Откриване на семинара <i>проф. д-р Запрян Козлуджов, Ректор на ПУ „Паусий Хилендарски” Андон Минков, АСМ2 ЕООД</i> <i>доц. д-р Веселин Кметов, Декан на ХФ, ПУ „Паусий Хилендарски”</i>
09 ³⁰ – 10 ¹⁵	Традиционни проблеми с нетрадиционни решения. Анализ на нови полярни замърсители чрез различен вид масспектрометри <i>Dr. Michal Godula, Thermo Fisher Scientific</i>
10 ¹⁵ – 10 ⁴⁵	Кафе пауза
10 ⁴⁵ – 11 ³⁰	От неизвестното към известното – инструменти за определяне на замърсители в храни и околна среда <i>Dr. Michal Godula, Thermo Fisher Scientific</i>
11 ³⁰ – 12 ¹⁵	Биодостъпни концентрации на химичните елементи в природни води - европейско законодателство, аналитични проблеми <i>Проф. д-р Ирина Караджова, ФХФ при СУ „Св. Климент Охридски”</i>
12 ¹⁵ – 13 ¹⁵	Обяд
13 ¹⁵ – 13 ⁴⁵	Интерпретационно търсене в библиотеки от напълно отнесени ¹³C-ЯМР спектри <i>Доц. д-р Пламен Пенчев, ХФ при ПУ „Паусий Хилендарски”</i>
13 ⁴⁵ – 14 ¹⁵	Микро екстракция на следи от елементи чрез въглерод модифицирани магнитни наночастици <i>Daniel Huertas Sanchez, University of Alicante (Spain), Erasmus+ Магистърска програма към ХФ на ПУ</i>
14 ¹⁵ – 14 ⁴⁵	Кафе пауза
14 ⁴⁵ – 15 ³⁰	Мисли чисто. Инструменти за пробоподготовка без химическо замърсяване при атомно-спектрометричния анализ <i>Mattia Locatelli, Milestone Srl.</i>
15 ³⁰ – 17 ⁰⁰	Постерна сесия
17 ⁰⁰ –	Коктейл

АСМ2



Thermo
SCIENTIFIC
Authorized Distributor

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

Организационен комитет:

Доц. д-р Веселин Кметов – Химически факултет ПУ
Д-р Христо Йорданов – АСМ2
Гл. ас. д-р Деяна Георгиева – Химически факултет ПУ
Гл. ас. д-р Кирил Симитчиев – Химически факултет ПУ

Научен комитет :

Председател:

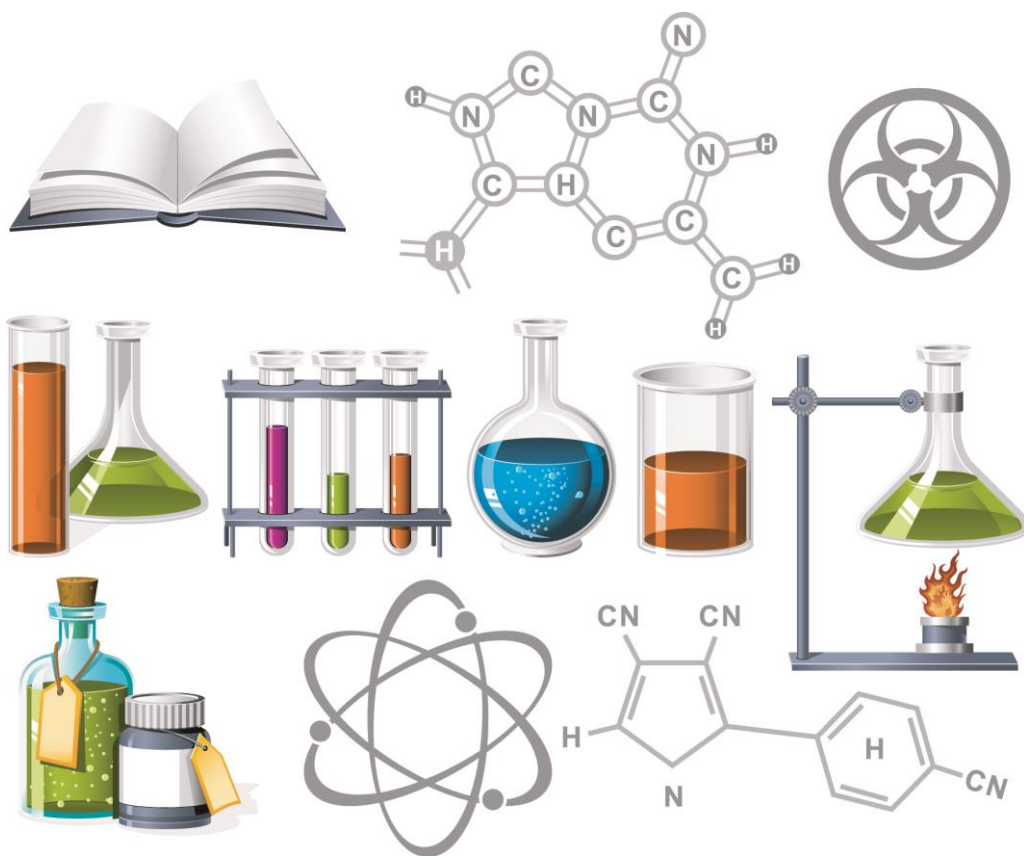
доц. д-р Гинка Антова Зам. декан на ХФ

Членове:

Проф. д-р Магдален Златанов – Р-л катедра ХТ
Доц. д-р Кирил Гавазов – Р-л катедра ОНХМХ
Доц. д-р Веселин Кметов – Декан на ХФ
Доц. д-р Стела Статкова-Абегхе – Р-л катедра ОХ
Доц. д-р Елена Хорозова – Р-л катедра ФХ

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

ЛЕКЦИИ



**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

Traditional problems – non-traditional solutions: Analysis of emerging polar contaminants by hyphenated mass spectrometry

Michal Godula, Ph.D.,

*Special Solutions Center, Thermo Fisher Scientific
Slunecna 27 Praha, Czech Republic, michal.godula@thermofisher.com*

The analysis of very polar contaminants in surface and drinking water has become an urgent issue in recent years. Polar pesticides such as glyphosate and glufosinate have become very popular in the agricultural practice due to their excellent herbicidal properties. However, due to the widespread use of those compounds they have also become emerging water pollutants. There are concerns about potential adverse effects of those substances on human health such as carcinogenicity, although latest toxicological assessments do not predict genotoxicity risk in humans under normal conditions of human or environmental exposures. However according to current regulations it is important to monitor levels of glyphosate and its metabolite aminomethylphosphonic acid (AMPA) down to very low concentration levels (100 ng/L in drinking water).

The analysis of glyphosate and other polar compounds presents a difficult analytical challenge. Their polarity does not allow the direct analysis by reversed phase HPLC, alternative methods need to be applied.

Recent developments in ion chromatography and mass spectrometry however offer many advantages especially for the analysis of very polar substances. Ion chromatography is the preferred separation technique for many polar substances, such as anions, cations and small polar molecules. Mass spectrometry, namely in triple quadrupole MS/MS setup offers very low detection limits and robustness for routine applications.

The aim of the presentation is to describe the alternative methods including IC-MS/MS for direct analysis of polar pesticides in water samples, both drinking and surface and to assess the applicability of the method in routine practice.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

From unknowns to knowns – tools for ultimate identification of food and environmental contaminants

Michal Godula, Ph.D.,

*Special Solutions Center, Thermo Fisher Scientific
Slunecna 27 Praha, Czech Republic, michal.godula@thermofisher.com*

The occurrence of chemical residues and contaminants in food and environment is of a major concern both from public as well as regulatory agencies around the world. Effective monitoring of the large groups of possible contaminants and residues is therefore required. Although in most existing studies, multi-analyte methods were employed, typically only one group of the above hazardous compounds was targeted.

In the recent years the high resolution accurate mass spectrometry has gained popularity and started replacing traditional MS/MS technology. The main reasons are simple use, high analyte coverage and possible screening, quantitation and confirmation in one run. In the presentation, the principles of Orbitrap mass spectrometry will be discussed along with the newest trends, possibilities and challenges in data evaluation of both targeted and non-targeted assays.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

**Биодостъпни концентрации на химичните елементи в
природни води - европейско законодателство,
аналитични проблеми**

Ирина Караджова

Факултет по химия и фармация, Софийски университет „Св. Климент
Охридски“ karadjova@chem.uni-sofia.bg

Биодостъпността, токсичността и подвижността на химичните елементи зависи от химичната форма, под която присъстват в околната среда. Доскоро това несъмнено твърдение се срещаше само в научната литература, винаги следвано от поредните доказателства, базирани на изследвания, относно поведението на елементите As, Hg, Se и на практика липсваше от законодателните документи, касаещи контрола на качеството на околната среда. За първи път Европейска Директива 2008/105/ЕС въведе пет класа на допустими концентрации за елемента Cd в повърхностни води, в зависимост от твърдостта им. Следващата Европейска Директива 2013/39/ЕС въведе за първи път допустими концентрации за елементите Ni и Pb в зависимост от тяхната биодостъпност т.е контролираната, максимално допустимата концентрация за тези елементи е само за тази тяхна химична форма, която е достъпна за водните организми. Това очевидно рефлектира върху аналитичните методи за контрол на качеството на повърхностни води. Изисква се разработване на аналитични подходи, които позволяват селективното определяне на биодостъпни концентрации, като възникват редица въпроси: кои концентрации да се възприемат като биодостъпни и какъв тип методи да се ползват за тяхното определяне. Отговорът на първия въпрос е относително лесен – йонните концентрации на елементите и техните лабилни комплекси предимно с ниско молекулни органични и неорганични лиганди. Аналитичното им определянето обаче не е толкова лесно като се има предвид в допълнение, че дори общите им концентрации във води са изключително ниски. Решенията се търсят в няколко посоки: (1) моделиране ако са известни равновесните константи, описващи всички процеси; (2) определяне чрез подходящи биоаналогови сензори; (3) използване на инструментални методи, селективни по отношение на йонни концентрации и лабилни комплекси.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

ИНТЕРПРЕТАЦИОННО ТЪРСЕНЕ В БИБЛИОТЕКИ ОТ НАПЪЛНО ОТНЕСЕНИ ¹³C-ЯМР СПЕКТРИ

Пламен Пенчев

*Пловдивски университет „П. Хилендарски”, Катедра Аналитична
химия и компютърна химия, e-mail: plamen@uni-plovdiv.net*

Този вид библиотечно търсене намира подструктури, които са част от библиотечните структури и имат сигнали, които са близки до част от сигналите на търсения ¹³C-ЯМР спектър. За разлика от търсенето за идентификация и по подобие, интерпретационното библиотечно търсене (ИБТ) не съставя хит-списък на съединения, които имат подобни спектри със спектъра на неизвестното съединение, а използва допускането, че ако два спектъра имат обща част, то съответните структури имат също обща част, чийто сигнали са в общата част на спектрите.

ИБТ е замислено да служи като самостоятелно приложение в спектроскопията, но най-успешно би се прилагало като модул към комплексна система за разкриване на структурата на органични съединения с помощта на ЯМР спектри, която се състои от (1) интерпретатор на спектри, (2) структурен генератор и (3) модул за симулиране на спектри. При коректни резултати от ИБТ се повишава количеството информация, генерирана от модула за интерпретация и съдържаща се в ограниченията към структурния генератор. С използването на по-информативни ограничения се увеличават ефективността и бързината на структурното генериране и се намалява броят на генерираните структури.

При интерпретационното търсене няма ограничения за размера или вида на предсказаните подструктури: двете са ограничени само чрез структурите на съединенията в библиотеката. Второ, процедурата не се влияе от цялостното структурно подобие между референтното съединение и непознатото. Този контраст с търсенето по подобие е главната разлика между търсенето по подобие и интерпретационното библиотечно търсене.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

SOLID PHASE MICROEXTRACTION (μ -SPE) OF TRACE ELEMENTS WITH CARBON MODIFIED MAGNETIC NANOPARTICLES

Daniel Huertas Sánchez^{1*}, Deyana Georgieva², Veselin Kmetov²,
Violeta Stefanova²

¹ University of Alicante, Spain; ² Plovdiv University "Paisii Hilendarski",
Department of Analytical Chemistry and Computer Chemistry

*e-mail: daniel.huertas.91@gmail.com

The magnetic nanoparticles (MNPs) have high potential as a sorbents for solid phase extraction (SPE) of organic and inorganic compounds. The main advantage of MNPs over others nanosized materials is the possibility for quick separation from sample solution by an external magnet, which accelerates the extraction procedure. For the purpose of magnetic assisted SPE are commonly used iron oxides nanoparticles (Fe_3O_4 and Fe_2O_3), or different types of ferrites (MnFe_2O_4 , CoFe_2O_4). The use of bare MNPs for extraction of trace elements is limited, due to their instability in acidic solutions. One way to overcome this drawback is to cover the magnetic core with protective shell (commonly SiO_2). Carbon is also excellent material for MNPs core-shell modification due to its chemical stability, biocompatibility, and possibility of further surface modification. Carbon coating improves the stability of magnetic nanoparticles, but also introduces new surface properties, that could facilitate their application or further modification.

New microwave-assisted procedure for carbon coating of magnetite nanoparticles by hydrothermal route is presented. The Fourier transform infrared spectroscopy with attenuated total reflection (ATR-IR) was used for surface characterisation of produced Fe_3O_4 @C NPs.

The carbon coated nanoparticles were tested as sorbent for SPE of V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, Cd, Tl and Bi. Two modes of extraction were compared – direct sorption of target analytes on the Fe_3O_4 @C and sorption after MNPs impregnation with complexing reagent 4-(2-thiazolylazo)-resorcinol (TAR).

Acknowledgments: DHS is thankful to the Erasmus+ program for the possibility to be an exchange master student in University of Plovdiv. The authors are thankful to NI15-HF-001(NPD, University of Plovdiv) for financial support.

***Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.***

CLEAN CHEMISTRY TOOLS FOR ATOMIC SPECTROSCOPY

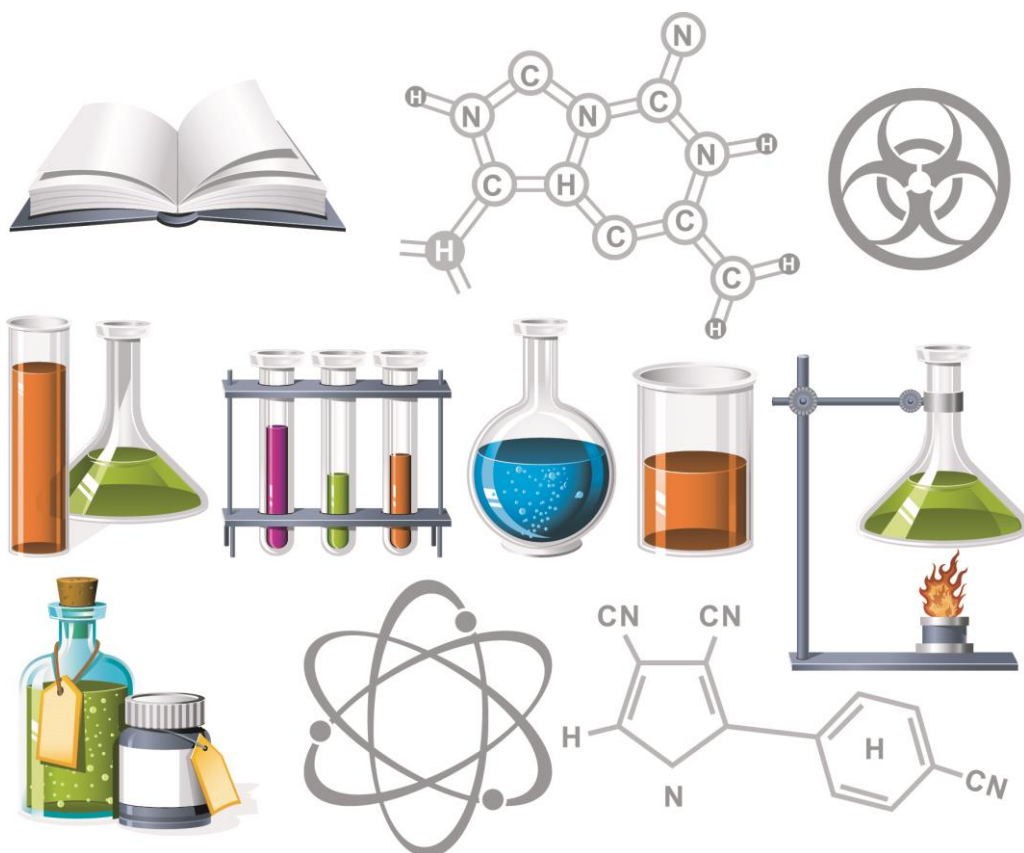
Mattia Locatelli,

*Milestone Srl, via Fatebenefratelli, 1-5, 24010 Sorisole,
application@milestonesrl.com*

In recent years there have been continued developments in instrumentation for trace metals analysis—particularly in ICP-OES and ICP-MS. Current ICP-OES instruments are capable of ppt level detection limits for many elements, while the development of collision/ reaction cells (CRCs) in ICP-MS has greatly reduced spectral interferences, enabling ICP-MS to be applied to the most complex sample types and to a wider range of digestion acids. Both of these developments have, in turn, placed greater demands on the sample preparation step, especially on microwave digestion, which is being used more widely as a sample digestion technique for ICP-MS. The greater sensitivity of ICP-MS in particular means that the quality of the analytical blank is critical to generating high-quality data. The application of instruments and strategies to reduce the sample prep blank is often called the application of Clean Chemistry techniques. This article highlights the factors impacting blank quality, in particular when microwave digestion is used, and reviews some Clean Chemistry products and technologies designed to help the analyst generate superior analytical data. In this webcast we will take a look at what it takes to achieve the low analytical blanks necessary to produce good ICP/ ICP-MS Data.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

ПОСТЕРИ



**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

USE OF *Mentha spicata* L. AND *Ruta graveolens* L. FOR BIOSORPTION OF Cd²⁺ IONS

Lidia Ivanova*, Paunka Vassileva, Albena Detcheva, Snezhanka Evtimova

*Institute of General and Inorganic Chemistry, Bulgarian Academy of Sciences
Acad. Georgi Bonchev Str., Bl. 11, 1113 Sofia, Bulgaria;*

*e-mail: lidia@svr.igic.bas.bg

The search for new technologies involving the removal of toxic metals from wastewaters has directed attention to biosorption, based on metal binding capacities of various biological materials. The major advantages of biosorption over conventional treatment methods include: low cost, high efficiency, minimization of chemical and biological sludge, no additional nutrient requirement, regeneration of biosorbent and possibility of metal recovery. The removal of heavy metal ions by biosorption using biological materials have been widely studied in the last decade due to its potential, particularly in wastewater treatment.

Cadmium is a very toxic element affecting the environment and humans. Pollution by cadmium usually comes from different industrial processes and then it is transferred to humans via the food chain. Cadmium accumulates mainly in the kidneys and liver and the International Agency for Research on Cancer (IARC) has classified this element as the most probable carcinogen to man. Therefore, being a threat to living organisms, cadmium has to be eliminated from industrial wastewaters before discharging it into the environment.

In the present study the feasibility of using *Mentha spicata* L. and *Ruta graveolens* L. for the removal of Cd²⁺ ions from aqueous solution was investigated. Batch experiments were performed to evaluate the effect of contact time, acidity and initial metal concentration on Cd²⁺ removal from aqueous solutions. Equilibrium experimental data were fitted to linear Langmuir and Freundlich models. It was established that Freundlich isotherm most adequately described the adsorption process. Pseudo-first order, pseudo-second order and intraparticle diffusion models were used to analyse kinetic data. Maximum adsorption capacities for *Mentha spicata* L. and *Ruta graveolens* L. were found to be 19.23 mg g⁻¹ and 16.95 mg g⁻¹ respectively. The results show that *Mentha spicata* L. and *Ruta graveolens* L. could be used as effective biosorbents for the removal of cadmium ions from aqueous media.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

STUDY ON THE REMOVAL OF METHYLENE BLUE FROM WATERS USING SiO₂/CHITOSAN HYBRID COMPOSITES OBTAINED BY THE SOL-GEL METHOD

Lyubomira Ermenkova*, Ralitsa Georgieva, Paunka Vassileva
and Albena Detcheva

*Institute of General and Inorganic Chemistry - Bulgarian Academy of
Sciences, "Acad. G. Bonchev" str., bl. 11, 1113 Sofia, Bulgaria*

*e-mail: l.ermenkova@svr.igic.bas.bg

One of the largest water consuming industries is the textile industry. Its dye-containing wastewaters have a harmful effect on the environment, because textile dyes represent a category of organic compounds that have a very high chemical and photolytic stability, and the coloured wastewaters have small transmission of light which affects the process of photosynthesis of aquatic plants. Furthermore, some dyes' breakdown products are toxic, carcinogenic and mutagenic to the life forms. Therefore, the discharge of dye-containing effluents into the water environment is undesirable, and because the treatment of these wastewaters is one of the key aspects of protecting water resources, there is a need of effective methods and materials for removal of the contaminants from the aqueous media.

In this study new hybrid materials based on SiO₂/chitosan were investigated for their potential use as adsorbents for the removal of a cationic dye - methylene blue (MB) from aqueous solutions. The adsorbents were synthesized via sol-gel method, using tetraethyl orthosilicate (TEOS) as a source of SiO₂. The characterization of their texture parameters was carried out by means of low-temperature adsorption of nitrogen. The determination of MB was performed on a UV-VIS spectrophotometer by the wavelength of 665 nm. The effect of contact time and initial MB concentration on the adsorption process was investigated. The pseudo-second order kinetic model showed best correlation to experimental data. The adsorption isotherms exhibit mainly Freundlich behaviour, thereby indicating heterogeneous surface binding. The adsorption capacities of the studied hybrid composites are in the range from 5.9 mg g⁻¹ to 6.9 mg g⁻¹. It may be hence concluded that all these materials can be used as potential adsorbents for the effective removal of MB from contaminated waters.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

SYNTHESIS AND APPLICATION OF ION-IMPRINTED POLYMERS FOR IRON SPECIATION IN WINES

M. A. Mitreva, I. G. Dakova, I.B. Karadjova

*Faculty of Chemistry and Pharmacy, University of Sofia "St. Kliment Ohridski",
1 James Bourchier Blvd., Sofia 1164, Bulgaria,
e-mail: mariyamitreva@abv.bg*

The iron content of commercial wines is usually in the range 0.5 – 5.0 mg L⁻¹. At low concentrations, iron plays an important role in metabolism and fermentation processes, as an enzyme activator, stabilizer and functional component of proteins. Above trace levels, iron has other roles: altering redox systems of the wine in favor of oxidation, affecting sensory characteristics and participating in the formation of complexes with tannins and phosphates resulting in instabilities.

In this study we present synthesis of Fe(II)-imprinted polymers (Fe(II)-IIPs) and their application in speciation analysis by solid phase extraction of Fe(II)/Fe(III) in wine samples. 4-vinylpyridine as a functional monomer, trimethylolpropane trimethacrylate as cross-linking agent, 2,2'-azobisisobutyronitrile as an initiator, 2,2'-bipyridine as a ligand and Fe(II) as a template ion are used for synthesis of Fe(II)-IIPs by precipitation copolymerization.

Several parameters such as pH, sample volume, sorption times are varied and the optimal conditions are defined in a batch system. Degree of sorption and elution are calculated. Effect of different masking agents is examined because IIP synthesized does not show selectivity toward Fe(II) and Fe(III). The result is selective sorption of Fe(II) achieved in the presence of Fe(III)/F⁻ complex.

Analytical schemes for reliable Fe(II)/Fe(III) speciation in wine samples are proposed including Fe(III) masking with fluoride anions.

Acknowledgements: Work was financially supported by the National Scientific Foundation (Grant № DFNI-B02/22)

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

PHYSICOCHEMICAL AND CHEMICAL EXAMINATION OF DRINKING AND SURFACE WATERS FROM SOURCES SITUATED CLOSE TO ABANDONED COPPER MINE IN REGION OF BOV (BULGARIA)

Metodi MLADENOV¹, Irina KARADJOVA², Galia GENTSCHEVA³, Albena
PREDOEVA⁴,

¹ *University of Chemical Technology and Metallurgy, Department of Engineering Ecology, 1756, BULGARIA*

² *University of Sofia, Faculty of Chemistry and Pharmacy, 1126, BULGARIA*

³ *Institute of General and Inorganic Chemistry of the Bulgarian Academy of Sciences, Department of Analytical Chemistry, Bulgaria, 1113, BULGARIA*

⁴ *Research Institute of Forensic Science and Criminology, 1000, BULGARIA*

e-mail: mladenov@uctm.edu

Water, the most important element of our life, must be in our attention, being vital for human existence. Water quality is influenced by natural local climate, geology and anthropogenic effects. In the present study, surface waters in hydrographic area, situated in mining region, in the vicinity of abandoned copper mine, are characterized and their quality assessed from the view point of the requirements of European Water Frame Directive and Drinking Water Directive. The sampling points were chosen so that the influence of various factors such as, industrial activities in the past, and other anthropogenic pressures could be measured. Three sampling campaigns starting at 2012, in different seasons were performed in order to evaluate both natural, seasonal variations connected with water regimes. Chemical elements (Al, As, Ba, Cd, Cr, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Se, U, V, Zn and lanthanides) and physicochemical parameters (pH, conductivity, hardness, chemical oxygen demand (COD_{KMnO4}); biological oxygen demand (BOD₅); dissolved oxygen; dissolved solids; suspended matter; dry residue; chlorides; sulphates; nitrates; phosphates) were measured for complete characterization and evaluation of different water sources in the region. The influence of abandoned copper mine on the relatively high background concentrations of chemical elements in waters from the region and their final classification is discussed. Conclusions for the further use of waters from this region as tap waters were presented and validated through the determination of much more chemical elements than these required from national legislation.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

DETERMINATION OF SOME CHEMICAL AND PHYSICO-CHEMICAL CHARACTERISTICS OF BULGARIAN BEERS

Krastena NIKOLOVA¹ and Galia GENTSCHEVA²

¹University of Food Technologies, 26, Maritsa Blvd, 4002 Plovdiv, BULGARIA

²Institute of General and Inorganic Chemistry of the Bulgarian Academy of Sciences, 1113 Sofia, BULGARIA

In this study, the concentrations of 15 elements in two brands Bulgarian (with three products each) and a Romanian beer were determined. The determination of chemical elements in beer is important for consumers as they are bioavailable to the body. As a low alcoholic beverage, beer is often consumed in large quantities therefore, the concentration of the components is compared with the rules for their content in drinking water.

The fluorescence spectra for investigated samples are obtained at excitation wavelengths 250 nm, 300 nm, 350 nm, 400 nm, 450 nm and 500nm. The short wavelength fluorescence, with excitation at 250 nm and emission between 350nm - 450 nm is attributed to aromatic amino acids. The zone of excitation at 450 nm gives emission between 500 nm - 600 nm. This zone is characteristic for vitamin B₂ (riboflavin) emission and it can be attributed to flavins present in beer.

The ratio $I_{\text{emission}}/I_{\text{excitation}}$ is over 1 for short wavelength - 250 nm, 300 nm and 350 nm, for the other wavelengths the ratio is under 1. This ratio decreases linearly for the following order in materials for storage of beer-it is the greatest for metal *can*, the smaller for beer in the *glass* bottle and the smallest for beer in *PET* bottle.

Fluorescence spectroscopy allows monitoring changes in chemical composition of beer during storage in different materials. The samples are different according to fluorescence emission intensity, to shape and width of fluorescence peak.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

A 2:2:2 COMPLEX OF VANADIUM(V) WITH 4-(2-THIAZOLYLAZO)ORCINOL AND 2,3,5-TRIPHENYL-2H-TETRAZOLIUM CHLORIDE

Kremena T. Mileva^{1,2}, Teodora S. Stefanova¹, Vassil B. Delchev³,
Galya K. Toncheva¹, Kiril B. Gavazov^{1*}

¹University of Plovdiv "Paissii Hilendarski", Department of General and Inorganic Chemistry with Methodology of Chemistry Education

²Sigmaref SRLU - Bulgaria, Plovdiv

³University of Plovdiv "Paissii Hilendarski", Department of Physical Chemistry

* e-mail: kgavazov@abv.bg

The complex formation in the vanadium(V) / 4-(2-thiazolylazo)orcinol (TAO) / 2,3,5-triphenyl-2H-tetrazolium chloride (TTC) liquid-liquid extraction-chromogenic system was studied. The chloroform-extracted complex has a composition of 2:2:2 under the optimum conditions (pH 4.8–5.2, extraction time 3 min, concentration of TAO 3.4×10^{-4} mol dm⁻³, and concentration of TTC 9.4×10^{-4} mol dm⁻³) and could be regarded as a dimer (D) of two 1:1:1 species (S) presented by the formula (TT⁺)[VO₂(TAO)]. The constant of extraction was calculated by two methods and some analytical characteristics were determined. The wavelength of maximum absorption (λ_{\max}), molar absorptivity (ε_{λ}) and fraction extracted (E) were found to be $\lambda = 545$ nm, $\varepsilon_{545} = 1.97 \times 10^4$ dm³ mol⁻¹ cm⁻¹, and $E = 97.9$ %. The ground-state equilibrium geometries of the complexes S and D were optimized by quantum chemical Hartree-Fock calculations using 3-21G* basis functions. The bonding and interaction energies were calculated as well.

Keywords: liquid-liquid extraction; spectrophotometry; tetrazolium salt; 5-methyl-4-(2-thiazolylazo)resorcinol; 2:2:2 complex; HF calculations.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

**X-RAY ANALYSIS OF 5'-OXOSPIRO-
(FLUORENE-9, 4'-IMIDAZOLIDINE)-2'-
THIONE AND BIS-(1',3'-
HYDROXYMETHYL)-SPIRO-(FLUORENE-
9,4'-IMIDAZOLIDINE)-2',5'-DIONE**

P. Marinova¹, M. Marinov², N. Stoyanov³, B. Shivachev⁴

¹University of Plovdiv, Faculty of Chemistry, Department of General and Inorganic Chemistry with Methodology of Chemistry Education, 4000 Plovdiv, 24 Tzar Asen Str

²Agricultural University - Plovdiv, Faculty of Plant Protection and Agroecology, Department of General Chemistry, 4000 Plovdiv, 12 Mendeleev Blvd

³University of Ruse - Razgrad Branch, Department of Chemistry and Chemical Technology, 7200 Razgrad, 3 Aprilsko Vastanie Str

⁴Bulgarian Academy of Sciences, Institute of mineralogy and crystallography "Acad. Ivan Kostov", Acad. Georgi Bonchev Str., bl. 107, 1113 Sofia

Corresponding author e-mail: marinova@uni-plovdiv.bg

The single-crystal X-ray diffraction method were used for 5'-oxospiro-(fluorene-9, 4'-imidazolidine)-2'-thione and bis-(1',3'-hydroxymethyl)-spiro-(fluorene-9,4'-imidazolidine)-2',5'-dione. The two compounds were crystallized in monoclinic crystal system and $P2_1/c$ space group (Figure 1).

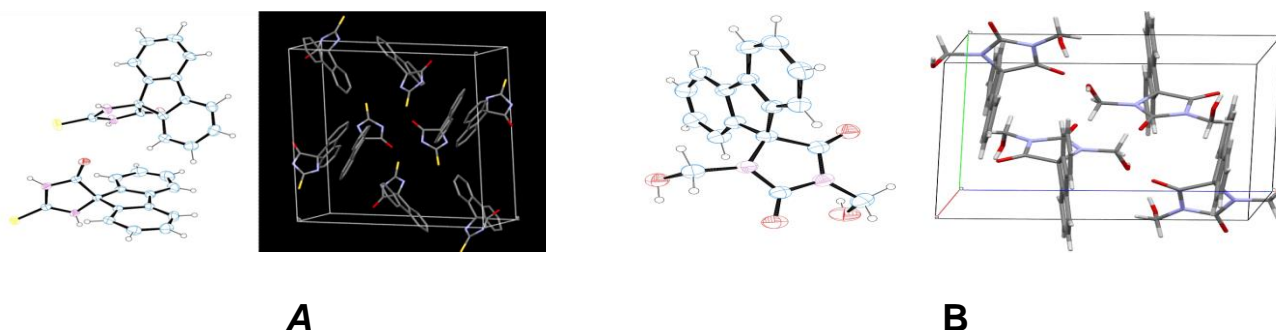


Figure 1. The X-ray structures and a partial view of the molecular packing in 5'-oxospiro-(fluorene-9, 4'-imidazolidine)-2'-thione (A) and bis-(1',3'-hydroxymethyl)-spiro-(fluorene-9,4'-imidazolidine)-2',5'-dione (B)

Acknowledgements: The study was supported by grant of the National Science Fund of Bulgaria (Contract DFNI BO1/0014).

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

СИНТЕЗ НА ФУНКЦИОНАЛИЗИРАНИ БЕТА-КЕТОАМИДИ

Пламен Ангелов, Павел Янев, Стиляна Величкова

*Пловдивски Университет "Паисий Хилендарски", Химически Факултет
4000 Пловдив, ул. „Цар Асен“ 24, angelov@uni-plovdiv.bg*

Разширен е обсега на по-рано публикуван от нас метод за получаване на бета-кетоамиди и е получен набор от нови кетоамиди, съдържащи защитена аминогрупа в страничната верига. Методът използва бета-енаминоамиди като синтетични еквиваленти на amidни енолатни синтони и се състои в триетапна процедура, изхождаща от комерсиално достъпни ацетоацетамиди. Първоначално чрез кондензация с Вос-монозащитен етилендиамин се получават бета-енаминоамиди, които след това търпят селективно С-ацилиране със смесени анхидриди на N-защитени аминокиселини. Снемане на Вос-защитата в така получените междинни продукти инициира домино-процес на вътрешномолекулно михаелово присъединяване, последвано от ретро-манихово фрагментиране. Установено е, че наред с целевите бета-кетоамиди, в някои случаи се получават и странични продукти на циклизация. Получените функционализирани кетоамиди могат да бъдат използвани като отправна точка към редица хетероциклени съединения с потенциална биологична активност.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

СИНТЕЗ НА N-ЗАЩИТЕНИ 3-ЕНАМИНОТЕТРАМОВИ КИСЕЛИНИ

Пламен Ангелов, Павел Янев, Силвия Иванова

*Пловдивски Университет "Паусий Хилендарски", Химически Факултет
4000 Пловдив, ул. „Цар Асен“ 24, angelov@uni-plovdiv.bg*

Много от природните тетрамови и 3-ацилтетрамови киселини проявяват силно антимикубно действие, което ги прави добри отправни съединения в търсенето на нови лекарствени средства. В хода на изследвания върху реакционната способност на бета-енаминоамиди е открит оригинален подход за получаване на енаминни производни на 3-ацилтетрамови киселини със защитен азотен атом в пиролидиновия пръстен. Подходът се основава на взаимодействие между бета-енаминоамиди и смесени анхидриди на азотно защитени аминокиселини, при което се получават алфа-въглеродно ацилирани производни. Последните циклизират до 3-енаминотетрамови киселини при кипене в трифлуорооцетна киселина, като при това се запазва защитната група в аминокиселинния остатък. Получените съединения представляват интерес като градивни блокове за нови вещества с антимикубно действие.

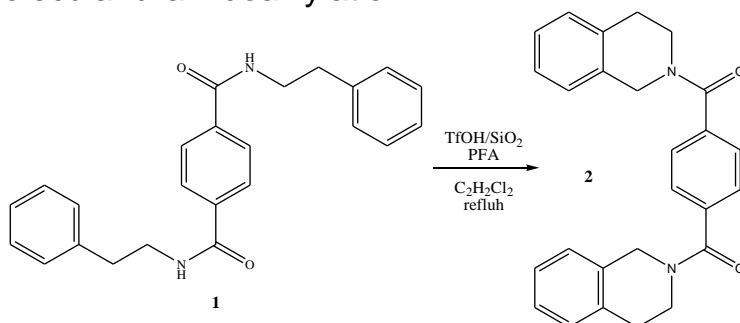
**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

TfOH/SiO₂ AS “GREEN” CATALYST FOR THE SYNTHESIS OF 1,4-PHENYLEMEBIS((3,4- DIHYDROISOQUINOLIN-2(1H)-YL)METHANONE)

Manolov, S., Ivanov, I., Peycheva, R., Bozhilov, D.

¹University of Plovdiv “Paisii Hilendarski“, Faculty of chemistry, Department of Organic chemistry, e-mail: ivanov@uni-plovdiv.bg;

In recent years in the practice as acid catalysts increasingly find use the catalytic systems of acid absorbed on silica. Their application allows both the successful carried out of the reaction, as well as recovery and repeated their consistent application, which identifies them as environmentally friendly – “green reagents“. We successfully obtained 1,4-phenylenebis ((3,4 - dihydroisoquinolin-2 (1H) - yl) methanone) using triflic acid absorbed on silica as “green” catalyst in the reaction of intramolecular α -amidoalkylation.



Scheme1. Synthesis of 1, 4-phenylenebis ((3,4 - dihydroisoquinolin-2 (1H) - yl) methanone).

Triflic acid (TfOH) is a super acid and can be used as perhaps the most versatile Brønsted acid catalyst in a vast array of organic reactions. Because of its highly corrosive and fuming liquid, difficulties remain in storage, transportation, handling and waste disposal and severely restrict their application in industry.

For the cyclization step to the dissolved in dichloroethane amide **1** (Scheme1) we added paraformaldehyde in excess and TfOH/SiO₂. It has been found that we successfully obtained compound **2** by refluxing the reaction mixture for an hour. After completion of the reaction, the reaction mixture was cooled, the catalyst was removed by simple filtration and the solvent was distilled on rotary evaporator. The structure of the newly synthesized compound was determined using ¹H, ¹³C-NMR, IR, and mass spectral data.

We acknowledge financial support from the Fund for scientific research of University of Plovdiv – НИ15-ХФ-001.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

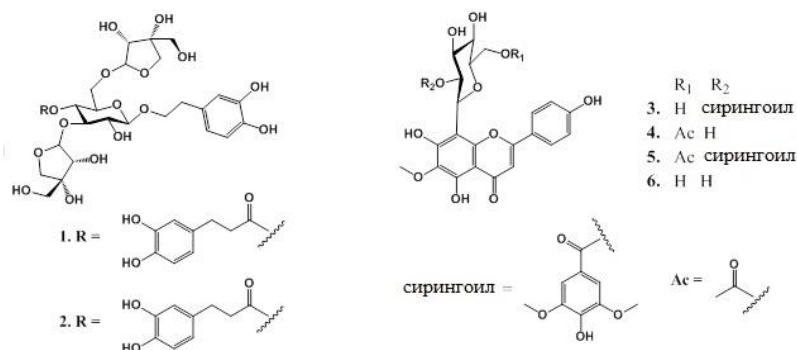
ИЗСЛЕДВАНЕ НА ПОЛИФЕНОЛНИЯ КОМПЛЕКС ЧРЕЗ HPLC-PDA И UHPLC-MS/MS

Драганова Д¹, Даньо С¹, Божилов Д¹, Георгиева К²

¹Пловдивски университет „Паисий Хилендарски“, Химически факултет, Катедра „Органична химия“, Пловдив 4000, ул. Цар Асен № 24. solbono@abv.bg

²БАН, Институт по физиология и генетика на растенията „Акад. М. Попов“, София 1113, бул. Акад. Г. Бончев № 21

H. rhodopensis принадлежи към групата на възкръсващите растения и е ендемит за България. Целта на изследването е идентификация на компонентите на полифенолния комплекс чрез HPLC-PDA и UHPLC-MS/MS. За екстракция на полифенолите използвахме селективен екстрагент MeOH:EtOAc=1:1. Полифенолите в изходния екстракт фракционирахме с различни по полярност разтворители. В хлороформената фракция идентифицирахме съединенията хиспидулин-8-С-(6"-О-ацетил-β-глюкопиранозид) (4) и хиспидулин-8-С-(6"-О-ацетил-2"-О-сирингоил-β-глюкопиранозид) (5). В етилацетатната фракция идентифицирахме миконозид (1), пациофлузид (2), хиспидулин-8-С-(2"-О-сирингоил)-β-глюкопиранозид (3) и хиспидулин-8-С-β-глюкопиранозид (6).



Благодарности Изследванията са осъществени благодарение на Фонд Научни Изследвания на Пловдивския университет, проект НИ15-ХФ-001.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

МАСТНОКИСЕЛИНЕН СЪСТАВ НА ЛИПИДИ ОТ ШАРАН (*CYPRINUS CARPIO*), ОТГЛЕЖДАН ПРИ РАЗЛИЧНИ УСЛОВИЯ

Ж. Симеонова^{1*}, М. Ангелова-Ромова¹, А. Иванова²

¹ ПУ „Паусий Хилендарски“, Химически факултет, кат. Химична технология, *simeonova@uni-plovdiv.net;

² Институт по рибарство и аквакултури, гр. Пловдив

Шаранът (*Cyprinus carpio* L.) е един от основните стопански видове риби, към която има постоянен потребителски интерес. Съществуващите данни за химичния състав на шарана и качеството на месото му варират в една или друга степен. Причините за това са различни, но най-важните са свързани преди всичко с използваните производствени мощности (басейни, язовири, садки и др.), с вида и количеството на използваните фуражи и добавки.

Установено е, че люспестите шарани са със сравнително ниско съдържание на мазнини (0,7 – 5,4%). По-високо съдържание на мазнини се наблюдава при шарани, отглеждани в язовири (5,1 – 5,4%) в сравнение с тези отглеждани в басейни, при които съдържанието на мазнини е под 1,0%. Тези резултати са в пряка зависимост от вида на храната.

Липидите на рибите се характеризират с голямо разнообразие на мастни киселини, влизащи в състава им. Резултатите от изследването показват, че общото количество на наситените мастни киселини в липидите варира значително между отделните групи шаран от 25,5% до 41,1%, а на ненаситените мастни киселини от 58,9% до 74,5%. Най-високо съдържание на мононенаситени мастни киселини се наблюдава в липидите на шарани отглеждани в язовирите (44,8 – 56,5%), докато полиненаситените мастни киселини преобладават в липидите на шарани отглеждани в басейните (30,6 – 34,8%). Рибните липиди в месото на шарана от изследваните производствени системи като цяло имат по-високи стойности на n-6 мастни киселини в сравнение с n-3, като съотношението има варира в широки граници от 1,59 до 5,11.

Балансираният мастнокиселинен състав, респ. високото съдържание на есенциални мастни киселини и оптималното съотношение на n-6/n-3 мастни киселини определят високата биологична и хранителна стойност на месото на шарани отглеждани при различни производствени системи.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

МАСТНОКИСЕЛИНЕН СЪСТАВ И ЛИПИДНИ ИНДЕКСИ НА ТИКВЕНО И ПЪПЕШОВО МАСЛО

Жана Петкова, Гинка Антова

*Пловдивски Университет „Паусий Хилендарски”, Катедра Химична
технология, ул. „Цар Асен” 24, 4000 Пловдив, България,*

e-mail: zhanapetkova@uni-plovdiv.net

Изследван е мастнокиселинният състав на масла от семена на три вида тиква и три сорта пъпеш чрез газова хроматография и са определени показатели, които са критерии за терапевтичния им ефект: съотношение между полиненаситени и наситени мастни киселини, атерогенен и тромбогенен индекс. Основните мастни киселини са линоловата (35,6-50,8% в тиквеното масло и 51,1-58,5% в пъпешовото) и олеиновата (21,8-35,9% и 24,8-25,6%). От наситените преобладават палмитиновата (17,7-25,7% и 9,4-16,4%), последвана от стеариновата (5,6-7,7% и 6,1-6,6%). Съотношението полиненаситени и наситени мастни киселини играе важна роля за определяне свойствата на клетъчните мембрани, които спомагат за поддържане на нормалния метаболизъм в клетките. Препоръчителното оптимално съотношение между тях е $1,0 \pm 0,2$. При тиквените масла то варира от 1,28 до 2,06, а при пъпешовите е от 2,18 до 3,59. Атерогенният индекс показва връзката между сумата от основните наситени мастни киселини, които се считат за про-атерогенни и основните ненаситени мастни киселини, притежаващи анти-атерогенен ефект. Тиквените масла се характеризират с по-висок атерогенен индекс (0,26-0,40), докато пъпешовите притежават по-ниски стойности (0,12-0,23). Тромбогенният индекс определя тенденцията към тромбоза в кръвоносните съдове. Стойностите му за изследваните масла са ниски и варират от 0,62 до 1,00 за тиквеното и от 0,38 до 0,60 за пъпешовото масло. Стойности за атерогенния и тромбогенния индекс под 1,0 са показател за по-добри антиатерогенни и антитромбогенни свойства на липидите, като за тиквените и пъпешовите масла те са значително по-ниски. Поради това изследваните масла могат да намерят приложение за разработване на различни здравословни храни, хранителни добавки и фармацевтични продукти за превенция развитието на редица хронични заболявания.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

**Приложение на ICP-OES и MP-AES при анализ на
биоотпадъци**

В. Запрянова^{1,2,*}, Е. Пискова², К. Симитчиев¹

¹ПУ „Паусий Хилендарски“, Катедра аналитична химия
и компютърна химия, *e-mail: vzapryanova@uni-plovdiv.net

²Енергийна агенция Пловдив, Лаборатория за изпитване на твърди
биогорива и компост

В наредбата на Министерството на околната среда и водите за третиране на биоотпадъците (2013 г.), са регламентирани гранични стойности на тежки метали в крайния продукт. В настоящата работа е проучено приложението на оптико-емисионната спектрометрия с индуктивно свързана плазма (ICP-OES, Thermo Scientific iCAP 6300) и атомно-емисионната спектрометрия с микровълново генерирана плазма (MP-AES, Agilent 4200) при анализ на Cd, Cr, Cu, Ni, Pb и Zn в компост и ферментационен продукт.

Пробите са разложени посредством микровълново-подпомогната минерализация с азотна киселина. Наблюдавани са следните спектрални линии на елементи (λ в nm): а) паралелно при ICP-OES и MP-AES – Cd I 228.802, Cr I 357.868, Cu I 324.754, Cu I 327.395, Ni I 341.476, Zn I 213.857; б) само при ICP-OES – Cd II 226.502, Cr II 267.716, Cr II 283.563, Cu II 224.700, Ni II 221.647, Ni II 231.604, Pb II 220.353, Zn II 202.548, Zn II 206.200 и в) само при MP-AES – Cr I 425.433, Cr I 520.844, Cu I 510.554, Pb I 283.305, Zn I 481.053. Оценено е наличието на матрични ефекти в пробите компост и ферментационен продукт – установено е, че за посочените линии не се наблюдават значими спектрални пречения, но и при двата инструментални метода е доказано наличието на неспектрални матрични ефекти.

Спектралните линии, при които са постигнати най-ниски граници на откриване са: а) за ICP-OES – Cd 226.502, Cr 357.868, Cu 324.754, Ni 221.647, Pb 220.353, Zn 202.548 и б) за MP-AES – Cd 228.802, Cr 425.433, Cu 324.754, Ni 341.476, Pb 283.305, Zn 213.857. При двете инструментални техники, достигнатите методични граници на откриване са поне с един порядък по-ниски от регламентираните гранични стойности. При ICP-OES са постигнати по-ниски граници на откриване спрямо MP-AES за Cd, Ni (2 пъти), Pb (3 пъти) и Zn (4 пъти).

БЛАГОДАРНОСТИ: Проект НИ15-ХФ-001-НПД-ПУ “П. Хилендарски“

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

РАЗРАБОТВАНЕ НА МЕТОД ЗА HPLC-DAD АНАЛИЗ НА NO³⁻ И NO²⁻

Слава Цонева, Виктория Талева, Веселин Кметов

*ПУ "П. Хилендарски", Химически факултет,
slavats@uni-plovdiv.net*

Според Научният комитет по храните (1995) приемливият дневен прием за човека на нитрати е 3,65 mg/kg, като се препоръчва ограничаване консумацията на храни, съдържащи както нитрати, така и нитрити. Същите попадат в списъка на контролираните замърсители в храни по Регламент (ЕО) № 1881/2006, като особено ниски са максимално допустимите количества в продукти предназначени за малки деца и кърмачета. Това определя и интересът към разработване на подходящи аналитични методи с оглед осъществяване на ефективен мониторинг и контрол. В аналитичната практика най-разпространен е методът използващ йонна хроматография. Настоящата работа представя алтернативен метод за определяне на NO₃⁻ и NO₂⁻ използващ високоефективна течна хроматография със спектрофотометричен детектор. Методът включва процедура на водна екстракция на горещо при 80°C за 20 мин и определяне на анализите във водния извлек чрез течен хроматограф HPLC HP Series 1090, снабден с Diode Array Detector (обхват 190 - 600 nm).

Оптималните инструментални условия са: инжекционен обем 10 µl; хроматографска колона Supercosil LC-18 5µm, 15mmx4.6mm; изократен режим с обемна скорост на подвижната фаза 0,8 ml/min и състав 0,01 М октиламин ортофосфат в 30%-тен воден разтвор на метанол, рН 7.0; температура на колоната 28-32°C. И за двата анализа са отчитани абсорбционните сигнали при дължина на вълната 213 nm.

Разработеният метод дава възможност за ефективно разделяне и комбинирано количествено определяне на нитрати и нитрити с времена на задържане 3,52мин.(NO₂⁻) и 3,94мин.(NO₃⁻). Получен е аналитичен добив за двата анализа в интервала 70-105 %. Калибрационните графики са с отлична линейна зависимост в интервала от 0.25 – 100.0 µg/mL и с коефициенти на корелация > 0,999.

Анализът на реална проба (детско зеленчуково пюре) установи съдържание на нитрити < LOQ и нитрати 106,7 mg/kg ± 11,4 mg/kg. Методът е подходящ за оценяване на детски пюрета съгласно изискванията на Регламент № 1881 NO₃⁻ – МДК 200 mg/kg.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

НОВ МУЛТИКАПИЛЯРЕН ПУЛВЕРИЗАТОР ЗА ВЪВЕЖДАНЕ НА ТЕЧНИ ПРОБИ В ПЛАЗМЕНИ СПЕКТРОМЕТРИ ЗА АТОМЕН СПЕКТРАЛЕН АНАЛИЗ

L. Kaynarova¹, M. A. Aguirre², A. Canals², V. Kmetov¹

¹ *Department of Analytical Chemistry and Computer Chemistry, University of Plovdiv, 24 Tzar Asen St., Plovdiv 4000, Bulgaria.*

² *Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología e Instituto Universitario de Materiales, University of Alicante, Spain*

Ефективността на получаване, преносът и размерът на аерозолните капчици постъпващи в плазмените източници са важни параметри на пробовъвеждащата система на съвременните инструменти за анализ на следови елементи, в това число – оптико-емисионни спектрометри с индуктивно свързана плазма ICP-OES и такива с микровълнова плазма MP-AES, както масспектрометри с индуктивно свързаната плазма ICP-MS. Силната конкуренция мотивира търсенето на иновативни решения за алтернативни пулверизатори, осигуряващи по-висока чувствителност, по-добра аналитична повторяемост и по-ниски граници на откриване.

Настоящата работа представя нов прототип на мултикапилярен пулверизатор изработен в Университета в Аликанте. Пулверизаторът включва две капилляри за независимо подаване на два течни потока и общ отвор за въвеждане на пулверизиращия газ (Ar или N₂). Експериментално са оценени характеристиките на генерирания аерозол с помощта на Phase Doppler Particle Analyzer (PDPA) и са оптимизирани параметрите на работа с цел постигане на оптимална транспортна ефективност, максимална чувствителност и по-ниски граници на откриване при работа с ICP-OES и MP-AES.

Ефективността на новия мултикапилярен пулверизатор е оценена спрямо два конвенционални пулверизатора – Conikal® и SeaSpray®. Важно преимущество на новият пулверизатор е възможността за реализиране на on – line калибарционни подходи и техники на on – line генериране на пари.

Благодарности: Изследванията са проведени по време визита на Лидия Кайнарова в Университета в Аликанте финансирана по програма ЕРАЗЪМ+

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

МЕТОДИ ЗА КОРЕКЦИЯ НА СПЕКТРАЛНИ ПРЕЧЕНИЯ ВЪРХУ ЛАНТАНИДИ В МАС-СПЕКТРОМЕТРИЯТА С ИНДУКТИВНО СВЪРЗАНА ПЛАЗМА

Евелина Върбанова, Виолета Стефанова

Пловдивски университет „Паисий Хилендарски”, ул. Цар Асен 24,
Катедра Аналитична химия и Компютърна химия,
e-mail: evarbanova@uni-plovdiv.net

Лантанидите са група елементи, разположени в мас-спектъра между 136-180 аму. Те се определят като трудни за анализ с ICP-MS, поради големия брой спектрални пречещи влияния и ниските им концентрации в реални обекти. Освен това, непосредственото им разположение един след друг в мас-спектъра създава предпоставка за множество интер-лантанидни пречения, както изобарни, така и от полиатомни йони. В настоящото изследване е представена реалната проява на пречене върху лантаниди от алкални и алкалоземни елементи, многоелементен разтвор на типични метали в природни обекти и интерлантанидно препокриване. Изследвани са възможностите за отстраняване на спектралното пречене от Ва чрез работа при висока разделителна способност и в колизионен режим с газ Хелий. Изчислени са гранични концентрации пречещия елемент, над които присъствието му поражда статистически значим сигнал на масата на анализа. В случаите, при които не е възможно спектралното пречене да бъде коригирано с инструментален подход, а съдържанието на пречещия елемент в обекта надвишава съответната гранична концентрация, се препоръчва въвеждането на корекционни уравнения. За определяне на следи от лантаниди в реални обекти са избрани подходящи изотопи, въз основа на комбинацията от минимална проява на пречещо влияние и достигане на възможно най-ниски граници на откриване ($\text{ng}\cdot\text{L}^{-1}$): ^{139}La (5), ^{140}Ce (10), ^{141}Pr (4), ^{145}Nd (14), ^{147}Sm (5), ^{153}Eu (2), ^{157}Gd (2), ^{159}Tb (1), ^{165}Ho (1), ^{166}Er (1), ^{175}Lu (1).

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

ИЗСЛЕДВАНЕ НА ИМПРЕГНИРАНИ С ДИТИЗОН, СИЛИКОНИРАНИ МАНГАНО-ФЕРИТНИ НАНОЧАСТИЦИ ($MnFe_2O_4@SiO_2-H_2Dz$), КАТО СОРБЕНТИ ПРИ ТВЪРДОФАЗНА ЕКСТРАКЦИЯ НА СЛЕДОВИ ЕЛЕМЕНТИ

Г. Танчева, Д. Георгиева, В. Стефанова

*Пловдивски университет „Паусий Хилендарски, Химически факултет,
Катедра аналитична химия и компютърна химия, ул. „Цар Асен“24,
Пловдив 4000, e-mail:georgieva@uni-plovdiv.net*

Наноразмерните материали с магнитни свойства, намират все по-широко приложение в методите за предварително разделяне и концентриране на елементи в следови съдържания. Едно от направленията в развитието на магнитно подпомогнатата твърдофазна екстракция (М-ТФЕ) е разработване на нови подходи за модификация повърхността на наночастиците (НЧ) с цел повишаване тяхната стабилност и селективност.

За предпазване на магнитното ядро от разтваряне в проби с висока киселинност често се предлага модификация на наночастиците със силиконов слой. За повишаване ефективността и селективността на твърдофазната екстракция се налага допълнително функционализиране на сорбента чрез: (1) вграждане на активни центрове в защитния слой или (2) импрегниране на повърхността на НЧ с лиганд.

В настоящото изследване е проучена възможността за повърхностна модификация на $MnFe_2O_4@SiO_2$ чрез импрегниране с дитизон. Сравнени са два подхода за провеждане на импрегнирането: чрез добавяне на лиганда в органичен разтворител или във воден разтвор.

Проучен е потенциалът на модифицираните НЧ за групов М-ТФЕ на V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, Cd, Tl, Pb и Bi от моделни разтвори. Установено е влиянието на киселинността на разтвора (pH 2÷9), масата на сорбента и времето за контакт между фазите върху степента на екстракция на изследваните елементи.

БЛАГОДАРНОСТИ Изследването е финансирано от Фонд „Научни изследвания“ на ПУ, договор НИ15-ХФ-001/24.04.2015.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.**

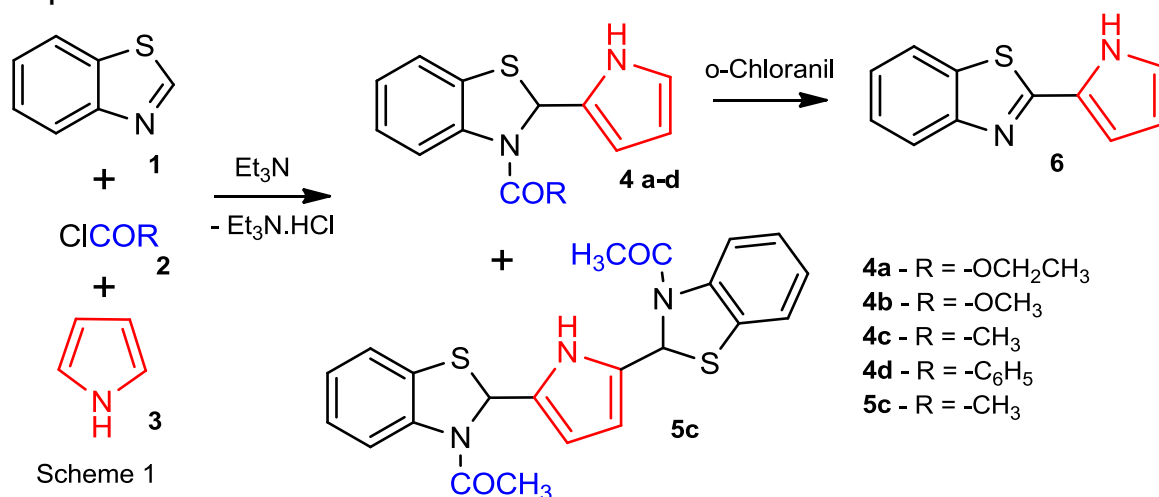
SYNTHESIS AND SPECTRAL CHARACTERIZATION OF NEW 2-PYRROLYL-BENZOTHAZOLES

Y. Stremski, S. Statkova-Abeghe, A. Sali, M. Naydenov*, D. Bozhilov
 Plovdiv University "Paisii Hilendarski", Department of Organic Chemistry, e-
 mail: stremski@uni-plovdiv.net

* Plovdiv University "Paisii Hilendarski", Department of Human anatomy and
 Physiology

2-Arylbenzothiazoles have been investigated due to their medicinal properties such as antitumor, antiviral and antimicrobial drugs.

The classical strategies to synthesize of 2-substituted benzothiazoles are based on the condensation reaction of 2-aminothiophenol and aromatic or aliphatic aldehydes. The aim of the present work is application of new method for synthesis of benzothiazole derivatives via multicomponent reactions and their spectral characterization.



Multicomponent reactions were successfully applied to the synthesis of new 2-pyrrolyl-benzothiazoles (**4 a-d**, **5c**) in 13 - 67 % yield (Scheme 1). The structure of obtained products was identified by Mass spectrometry, using Thermo Scientific™ Q Exactive™ Orbitrap™, ¹H-NMR, ¹³C-NMR and IR spectroscopy.

We acknowledge financial support from the Fund for scientific research of Plovdiv University – NI 15 FC 001.

**Иновативни техники и методи в областта на
аналитичната химия, Пловдив - 07.06.2016 г.
Оценка на аналитичното изпълнение при РТ за
елементен анализ на референтен материал банан
чрез ICP-OES и MP-AES**

А. Ангелова^{1,2}, П. Хаджиева^{1,*}, Е. Костадинова^{1,3}, К. Симитчиев¹,
В. Кметов¹

¹ПУ „Паусий Хилендарски“, Катедра аналитична химия и
компютърна химия, *e-mail: pavlina_hadjieva@abv.bg

²Лаборатория по екология към КЦМ АД, ³Дънди прешъс металс

Междулабораторните сравнения като РТ схеми (Proficiency Tests) способстват за изграждане на доверие в аналитичната дейност на лабораториите, които демонстрират компетентността си чрез оценка на изпълнението си в подобни схеми. Настоящият доклад представя резултати от анализи на референтен материал сенегалски банан (*Musa paradisiaca*), част от IPA (International Plant Analytical Exchange) от РТ схемата Evaluating program for Analytical Laboratories на Университета във Вагенинген от 2014 г. Предложена е процедура за микровълново-подпомогната киселинна минерализация (Milestone Ethos One) на пробата банан (8 ml k.HNO₃ и 2 ml 30% H₂O₂ за 0.25 g проба).

Определени са съдържанията на Fe, Na, Zn, Cu, K, Mg, Mn и Pb чрез два алтернативни инструментални метода - оптико-емисионна спектрометрия с индуктивно свързана плазма (ICP-OES iCAP 6300 Thermo Scientific) и атомно-емисионна спектрометрия с микровълнова плазма (MP-AES 4200 Agilent). Подбрани са незапречени спектрални линии за анализ чрез ICP-OES: Fe 259.940 и 238.204 nm; Na 589.592 nm; Zn 213.856 и 202.548 nm; Cu 324.754 и 327.396 nm; K 769.896 nm; Mg 280.270 и 285.213 nm; Mn 257.610 и 293.930 nm; Pb 216.999 nm, и за MP-AES: Fe 371.993 nm; Mn 403.076 nm; Mg 518.360 nm; за елементите Zn, K, Na дължините на вълните са идентични с тези при ICP-OES.

Отсъствието на несектрални пречения е доказано, чрез методът на стандартната добавка. Получените резултати са оценени чрез z-score критерий по отношение на референтните стойности от РТ схемата. С изключение на Zn (z-score = -2.3), за всички останали анализи са получени z-score стойности по-малки от 2, което свидетелства за отлично изпълнение на РТ теста за компетентност.

БЛАГОДАРНОСТИ: Референтния материал е доставен от АЛИМЕНТИ - Лабораторен център по безопасност на храните, за което им изказваме благодарност.



**СЛЕДВАМЕ ТРАДИЦИИТЕ
И МЕЧТАЕМ ЗА НАШЕТО
БЪДЕЩЕ**





**СЛЕДВАМЕ ТРАДИЦИИТЕ
И МЕЧТАЕМ ЗА НАШЕТО
БЪДЕЩЕ**



АСМ2



Thermo
SCIENTIFIC

Authorized Distributor



MILESTONE
HELPING
CHEMISTS