

UNIVERSITETI I PRISHTINËS “HASAN PRISHTINA”

FSHMN-Departamenti i KIMISË



Punimi i diplomës MASTER

**DETEKTIMI ELEKTROKIMIK I 5-HIDROKSIMETIL
FURALDEHIDIT (5-HMF) NË UJËRAT E PIJSHËM DHE
MOSTRAT USHQIMORE**

Kandidatja:

Çlirimtare Aliu

Mentorët:

Prof. Dr. Tahir Arbnesi

Prof. Asoc. Dr. Giancarla Alberti

Prishtinë, 2023

ABSTRAKT

Komponimi organik 5-Hidroksimetilfurfural (HMF) formohet me reduktimin e sheqernave që janë prezente në ushqime të ndryshme. Më i zakonshëm, si komponim, gjendet te ushqimet e përgatitura nën ndikimin e nxehtësisë, kur në mjedise acidike ndodh reaksioni Maillard produkt kryesor i të cilit është 5-HMF. Përveç përpunimit, kushtet e ruajtjes së ushqimeve ndikojnë mjaft shumë në formimin e HMF, prandaj HMF është një tregues i përshtatshëm i cilësisë së produkteve ushqimore.

Janë zhvilluar metoda të ndryshme për përcaktimin sasiar të HMF ndër to ja vlen të përmenden dy metoda spektrofotometrike nga White dhe Winkler dhe metoda e kromatografisë së lëngët me performancë të lartë me fazë të kundërt (HPLC-RF).

Për shkak se nuk njihet ndonjë metodë e mirë elektrokimike për përcaktimin e HMF në kemi studiuar sjelljen e grupit aldehid në HMF që ka tendenca të reduktohet.

Në këtë studim është zhvilluar sensori elektrokimik miqësor ndaj ambientit dhe me kosto të ulët për përcaktimin e 5-Hidroksimetilfurfuralit në mostrat e ushqimit dhe ujit të rubinetit. Sensori i propozuar përbëhet nga celula me tre elektroda të printuara të një substrati qeramike ($L33 \times W10 \times H0,5$ mm), kontakte elektrike në argjend, elektrodë pune me grafit (diametri 4,5 mm), elektrodë ndihmëse grafit dhe elektrodë pseudo referente të Ag.

Elektroda e punës është modifikua me polimer molekular të printuar (MIP) që përmbante divinilbenzen (DVB) si ndërlidhës, acid metaakrilik (MAA) si monomer, 5-Hidroksimetil furfural (5-HMF) si molekulë analiti dhe azobisisobutyronitrile (azobisisobutyronitrile AI) si nxitës i reaksionit radikal. Modifikimi i elektrodës është bërë duke pikosur elektrodën e punës me përzierjen MIP, e cila është vendosë në furrë gjatë natës që të ndodhë polimerizimi. Përgjigja elektrokimike e 5-HMF është studiuar duke përdorur DPV në NaCl 0.1 M me rritjen graduale të përqendrimit të HMF. Llineariteti e sensorit luhatet nga 0 në 4 mM, me përsëritshmëri dhe riprodhueshmëri 77,09%.

Përzierjet para-polimerike janë përgatitur nga 5-HMF, MAA dhe DVB me raport molar 1:4:40 (5-HMF:MAA:DVB). Përzierja është deajuar me rrjedhje të butë azoti për 5 minuta. Në vazhdim është shtuar AIBN dhe është bërë shpërndarja në mënyrë uniforme me përzierje me anë të

sonifikimit për 5 minuta. Tretësira përfundimtare u dejzua për 5 minuta të tjera. Polimerizimi termik është kryer në furrë termostatike në 70 °C gjatë natës. Procedurë identike është zbatuar edhe për përgatitjen e NIP, por pa shtuar molekulën e analitit (5-HMF). Pas përfundimit të sintezës, polimerët e përfutur u shtypën me havan me shtypës dhe u sitën përmes sites nga çeliku për të marrë grimca $\leq 0,1$ mm. Nxjerrja e analitit nga MIP është kryer me sistemin e ekstraktimit Soxhlet, duke përdorur përzierjen klasike të tretësve etanol: acid acetik (4:1 v/v) me refluks gjatë natës. Pas ekstraktimit, polimeri është shpërlarë me etanol dhe është tharë në furrë në 50 °C. Të njëjtat përzierje para-polimerike janë përdorë për të funksionalizuar elektrodën e punës të celulave të printuara.

Izotermat e absorbimit u zhvilluan me procedurë “batch” në MIP dhe NIP. Rreth 25 mg polimer janë vendosur në tuba polipropileni (PP) 10 ml që përmbanin 10 ml tretësirë klorur natriumi 0,1 M në përqendrimet fillestare 5-HMF që variojnë nga 0 në 0,01 M (C_0) (janë vendosur në pllakë rrotulluese dhe janë lënë të qëndrojnë gjatë natës në temperaturë dhome). Sasitë e sorbuara 5-HMF (q , mmol g^{-1}) është llogaritur nga diferenca midis C_0 dhe përqendrimit ekuilibër në tretësirë, C_{eq} (mol L^{-1}).

Për optimizimin e kushteve sa më të përshtatshme për përcaktimin e 5-HMF është dashur të bëhen përzgjedhjet e kushteve të ndryshme si zgjedhja e tretësit për largimin e molekulës, zgjedhja e ndërlydhësit të MIP, përdorimi i acetonitrilës (ACN) si solvent dhe ndryshimi i raportit të saj në krahasim me HMF.

Si përfundim është vërtetuar se me përdorim të MIP si modifikues të elektrodës së punës kemi qasje të mirë ndaj analitit (HMF) dhe selektivitet të mirë, përveq rastit kur në tretësirë kemi prezente 2-FAL i cili mund të përshtatet në zgavrat (hapsirat) e MIP. Pra kur janë prezente 5-HMF dhe 2-FAL me këtë metodë mund të përcaktohen si një tërësi dhe jo të pavarura nga njëra tjetra.

Fjalë kyçe: 5-HMF, Polimer molekular i printuar (MIP), sensor elektrokimik