

CILJ RADA: Ispitati uvjete sinteze biomaziva izoamil-oleata enzimatskom esterifikacijom izoamilnog alkohola i oleinske kiseline uz prisustvo *Candida antarctica* lipaze B.

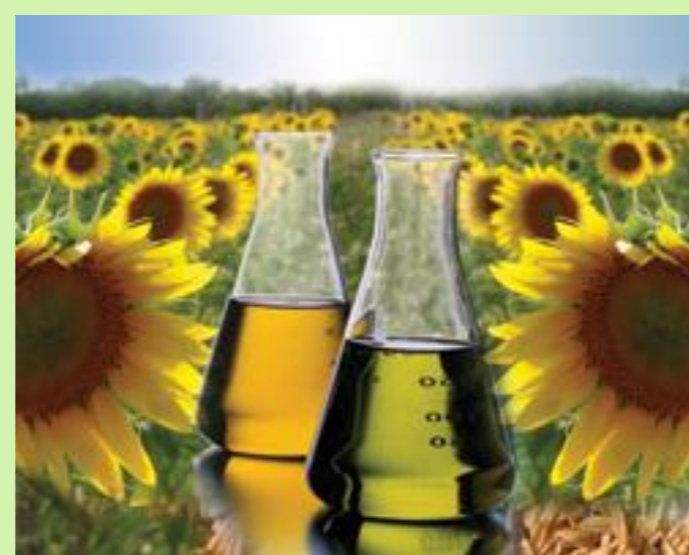
UVOD

Maziva → široko tržište diljem svijeta
→ konstantno povećavanje potražnje

Problemi → iscrpljenje mineralnih ulja iz kojih se dobivaju maziva
→ toksičnost i slaba biorazgradivost maziva

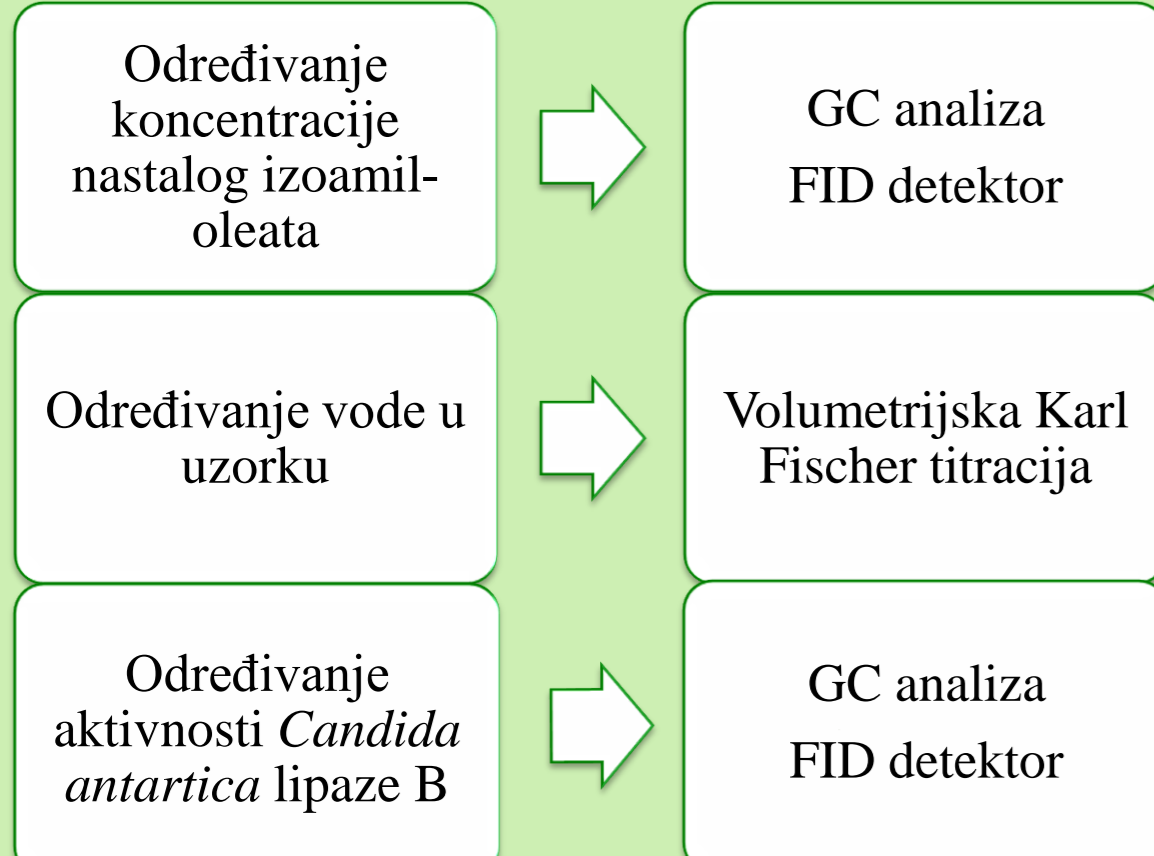
Rješenje → upotreba biljnih umjesto mineralnih ulja
→ **PRIPREMA BIOMAZIVA**

Prednosti biomaziva → biorazgradivost
→ netoksičnost
→ visok indeks viskoznosti
→ dobra mazivost
→ visoko plamište



EKSPERIMENTALNI DIO

Analiitičke metode



Slika 1. Plinski kromatograf (Hewlett Packard HP5890)



Slika 2. Karl Fischer titrator (Mettler DL35)

Sinteza izoamil-oleata

1) Reakcije provedene u inkubatoru miješalici

➤ **Konvencionalno grijanje**

➤ **Otapala** → *n*-heksan
→ [BMIM] PF₆
→ [BMIM] BF₄

➤ Reakcije esterifikacije provedene su pri različitim temperaturama (30 °C, 40 °C, 50 °C, 60 °C) i količinama enzima, *Candida antarctica* lipaze B

2) Reakcije provedene u kotlastom reaktoru s mikrovalovima

➤ **Nekonvencionalno grijanje**

➤ **Otapalo** → [BMIM] PF₆

➤ Reakcije esterifikacije provedene su pri različitim temperaturama (30 °C, 40 °C, 50 °C) uz prisustvo *Candida antarctica* lipaze B

➤ Ispitan je utjecaj molarnog omjera alkohola i kiseline na konverziju supstrata



Slika 3. IKA KS 4000 inkubator miješalica



Slika 4. Kotlasti reaktor s mikrovalovima

U svim navedenim mjerenjima konverzija supstrata izračunata je na temelju dobivene površine oleinske kiseline:

$$X_A = \frac{\text{površina pika oleinske kiseline (0 min)} - \text{površina pika oleinske kiseline (X minuta)}}{\text{površina pika oleinske kiseline (0 min)}}$$

ZAKLJUČAK

➤ Reakcija esterifikacije provedena u *n*-heksanu uz konvencionalno grijanje je vrlo spora, te se konverzija oleinske kiseline od 95 % postiže tek nakon 24 sata

➤ Korištenjem ionskih kapljevina [BMIM] PF₆ i [BMIM] BF₄ kao otapala, te 17 mg enzima uz konvencionalno grijanje postignuta je konverzija oleinske kiseline od 95 % nakon 60 min

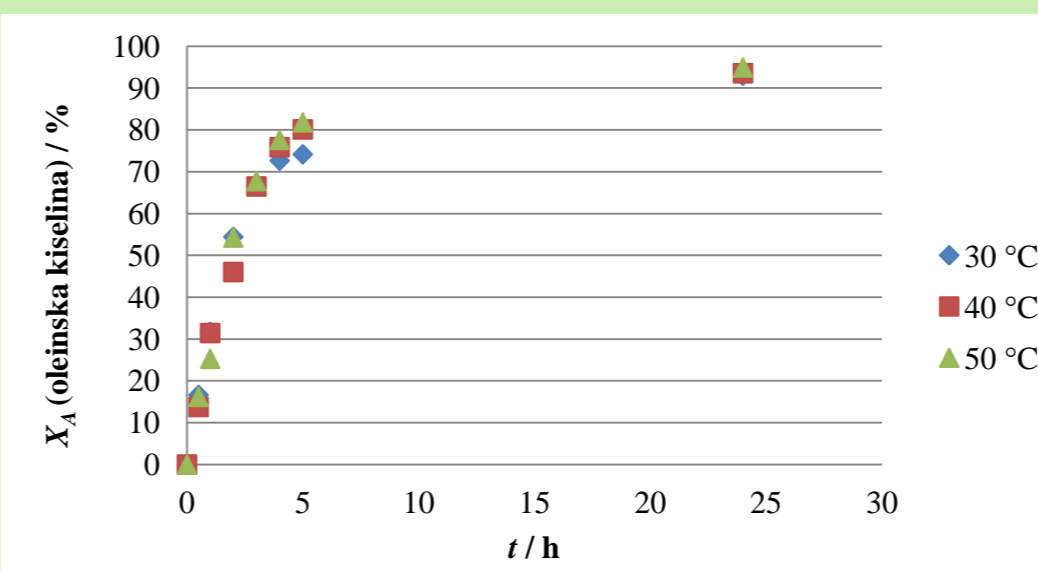
➤ Temperatura nema značajan utjecaj na reakciju.

Grijanje mikrovalovima + ionska kapljevina → povoljni uvjeti za sintezu izoamil-oleata

➤ Potrebna su daljnja istraživanja reakcija pri jednakim količinama enzima i koncentracijama supstrata i otapala kako bi se rezultati mogli kvantitativno usporediti te pronaći najbolji uvjeti za reakciju, no iz ovih preliminarnih rezultata se može zaključiti da su ionske kapljevine pogodna otapala za sintezu biomaziva.

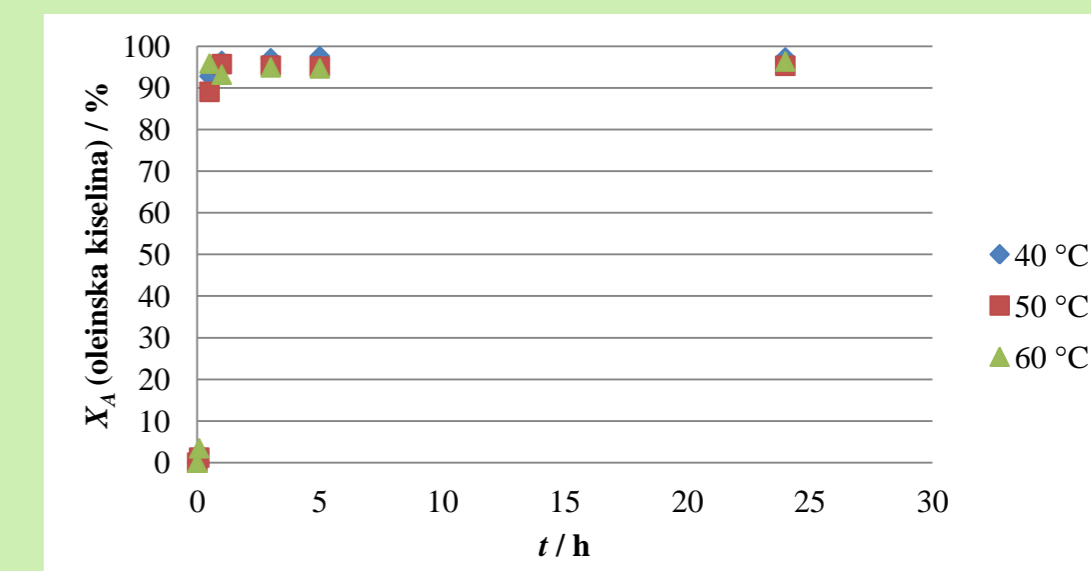
REZULTATI

$n_{\text{izoamilni alkohol}} = 0,68 \text{ mmol}$, $n_{\text{oleinska kiselina}} = 0,07 \text{ mmol}$,
 $V_{\text{[BMIM]PF}_6} = 400 \mu\text{L}$, $m_{\text{Candida antarctica lipaza B}} = 17 \text{ mg}$



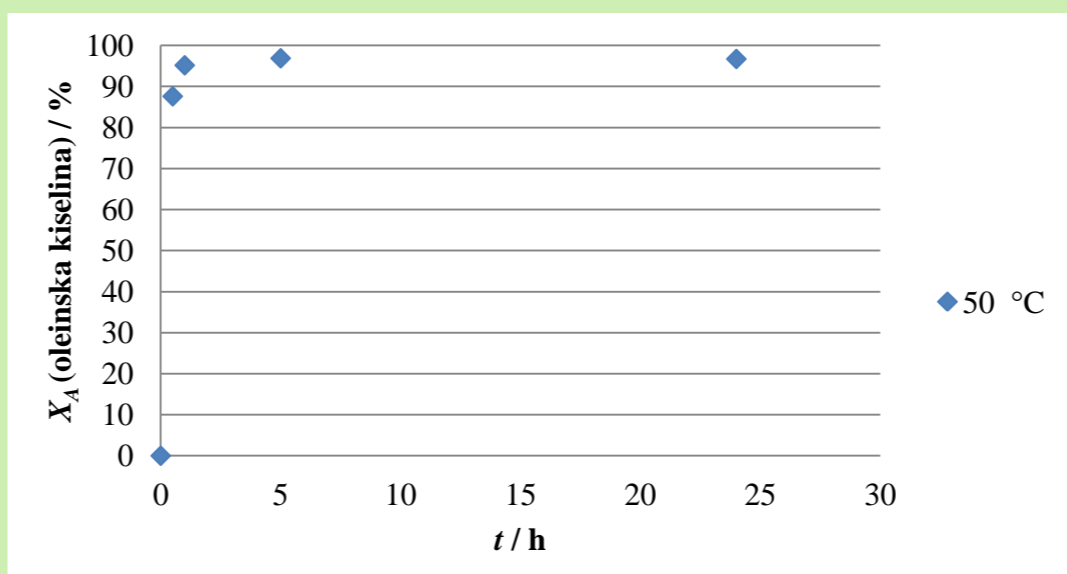
Slika 5. Utjecaj temperature na sintezu izoamil-oleata u otapalu *n*-heksan uz konvencionalno grijanje

$n_{\text{izoamilni alkohol}} = 0,68 \text{ mmol}$, $n_{\text{oleinska kiselina}} = 0,07 \text{ mmol}$,
 $V_{\text{[BMIM]BF}_4} = 400 \mu\text{L}$, $m_{\text{Candida antarctica lipaza B}} = 17 \text{ mg}$



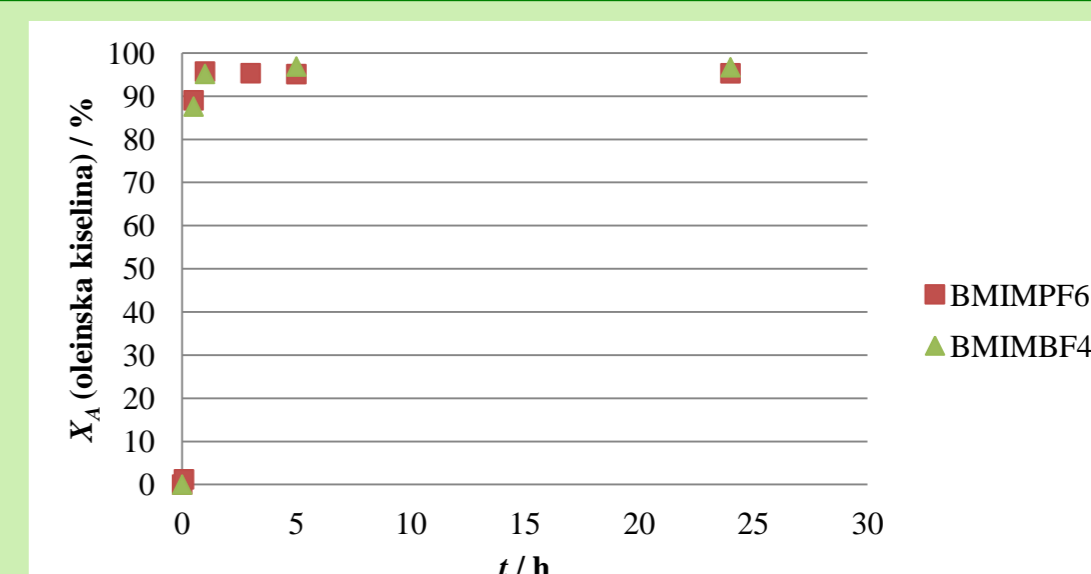
Slika 6. Utjecaj temperature na sintezu izoamil-oleata u otapalu [BMIM] PF₆ uz konvencionalno grijanje

$n_{\text{izoamilni alkohol}} = 0,68 \text{ mmol}$, $n_{\text{oleinska kiselina}} = 0,07 \text{ mmol}$,
 $V_{\text{[BMIM]BF}_4} = 400 \mu\text{L}$, $m_{\text{Candida antarctica lipaza B}} = 17 \text{ mg}$



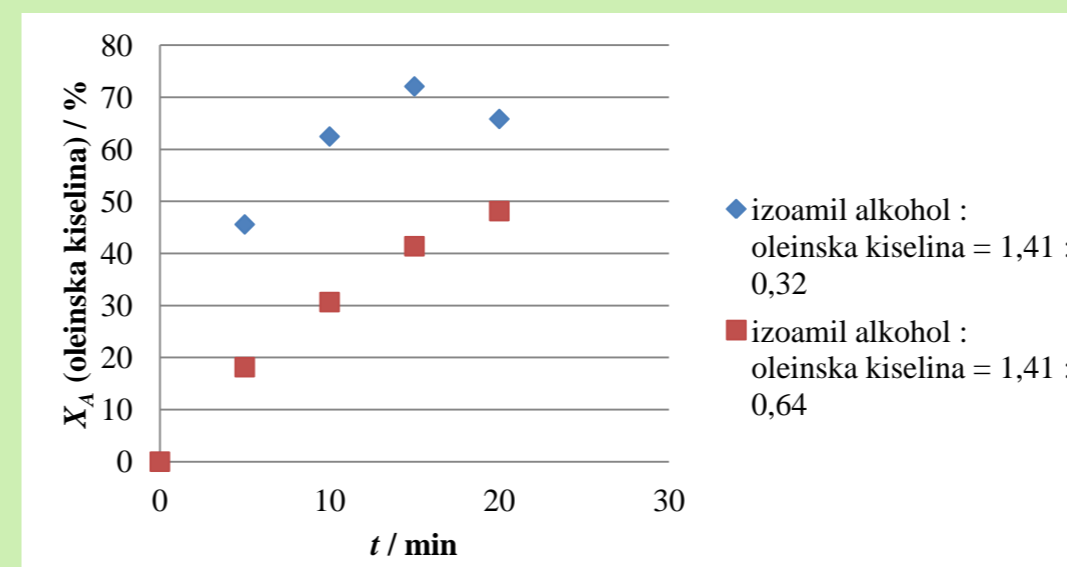
Slika 7. Sinteza izoamil-oleata u otapalu [BMIM] BF₄ uz konvencionalno grijanje

$V_{\text{[BMIM]PF}_6} = 400 \mu\text{L}$, $V_{\text{[BMIM]BF}_4} = 400 \mu\text{L}$,
 $n_{\text{izoamilni alkohol}} = 0,68 \text{ mmol}$, $n_{\text{oleinska kiselina}} = 0,07 \text{ mmol}$,
 $m_{\text{Candida antarctica lipaza B}} = 17 \text{ mg}$



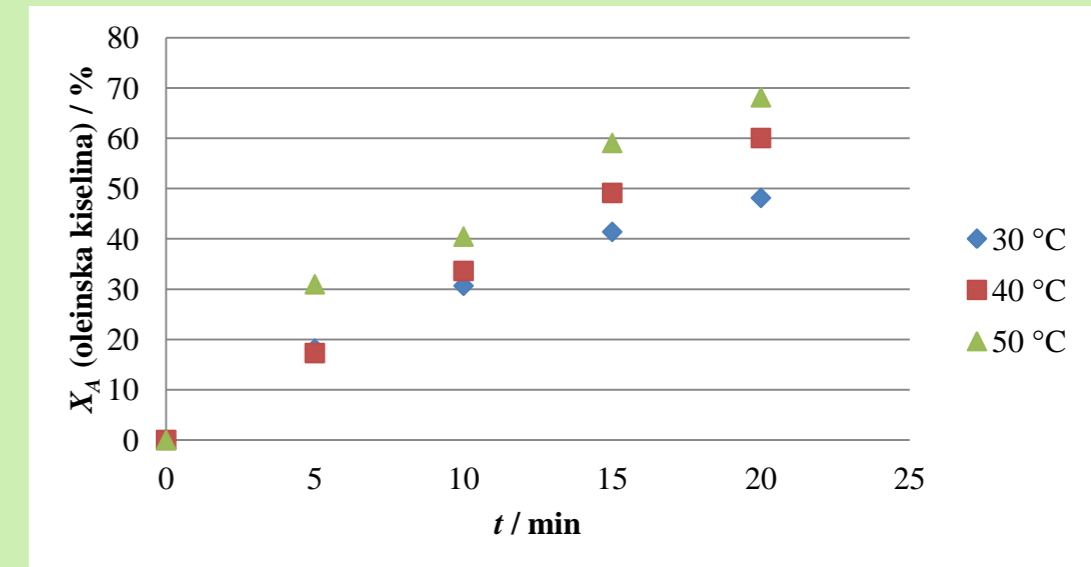
Slika 8. Utjecaj vrste otapala na sintezu izoamil-oleata uz konvencionalno grijanje pri 50 °C

$n_{\text{izoamilni alkohol}} = 1,41 \text{ mmol}$, $n_{\text{oleinska kiselina}} = 0,32 \text{ mmol}$,
 $n_{\text{oleinska kiselina}} = 0,64 \text{ mmol}$, $V_{\text{[BMIM]PF}_6} = 800 \mu\text{L}$,
 $m_{\text{Candida antarctica lipaza B}} = 10 \text{ mg}$



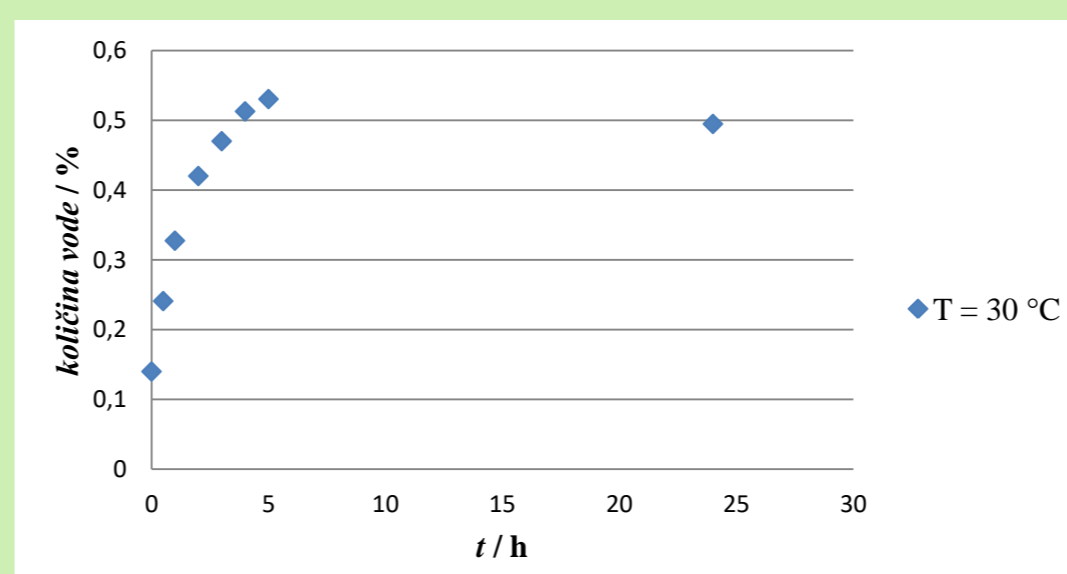
Slika 9. Utjecaj molarnog omjera izoamilnog alkohola i oleinske kiseline na sintezu izoamili-oleata u otapalu [BMIM] PF₆ u kotlastom reaktoru s mikrovalovima ($T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$)

$n_{\text{izoamilni alkohol}} = 1,41 \text{ mmol}$, $n_{\text{oleinska kiselina}} = 0,64 \text{ mmol}$,
 $V_{\text{[BMIM]PF}_6} = 800 \mu\text{L}$, $m_{\text{Candida antarctica lipaza B}} = 10 \text{ mg}$



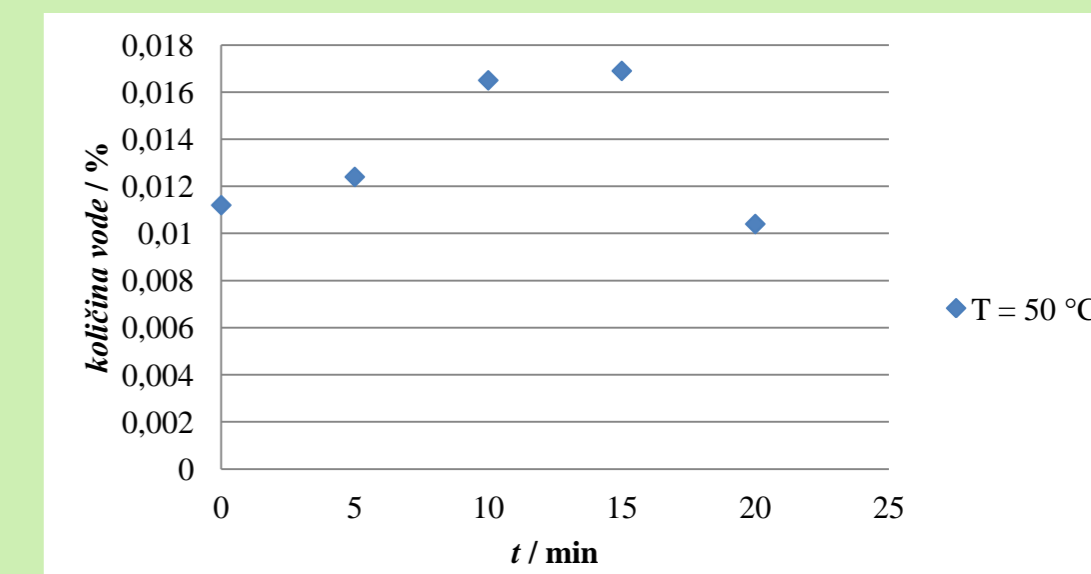
Slika 10. Utjecaj temperature na sintezu izoamil-oleata u otapalu [BMIM] PF₆ u kotlastom reaktoru s mikrovalovima

Otapalo: *n*-heksan
 $t = 24 \text{ h}$
Konvencionalno grijanje



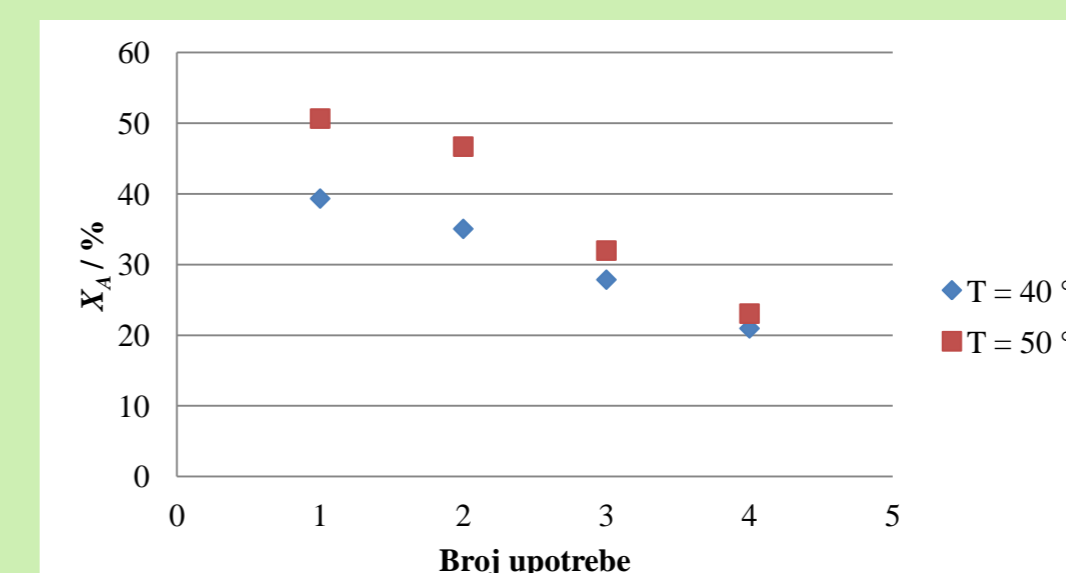
Slika 11. Promjena količine vode pri sintezi izoamil-oleata

Otapalo: [BMIM] PF₆
 $t = 20 \text{ min}$
Grijanje mikrovalovima



Slika 12. Promjena količine vode pri sintezi izoamil-oleata

$n_{\text{izoamilni alkohol}} = 1,41 \text{ mmol}$, $n_{\text{oleinska kiselina}} = 0,64 \text{ mmol}$,
 $V_{\text{[BMIM]PF}_6} = 800 \mu\text{L}$, $m_{\text{Candida antarctica lipaza B}} = 10 \text{ mg}$



Slika 13. Utjecaj broja ciklusa korištenja i temperature na aktivnost *Candida antarctica* lipaze B