

# Sinteza prozirnog toaletnog sapuna iz biljnih ulja

---

**Katinić, Tanita**

**Undergraduate thesis / Završni rad**

**2020**

*Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj:* **University of Split, Faculty of Chemistry and Technology / Sveučilište u Splitu, Kemijsko-tehnološki fakultet**

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:167:273211>

*Rights / Prava:* [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2025-01-31**

*Repository / Repozitorij:*

[Repository of the Faculty of chemistry and technology - University of Split](#)



**SVEUČILIŠTE U SPLITU**  
**KEMIJSKO-TEHNOLOŠKI FAKULTET**

**SINTEZA PROZIRNOG TOALETNOG SAPUNA IZ BILJNIH ULJA**

**ZAVRŠNI RAD**

**TANITA KATINIĆ**

**Matični broj : 1070**

**Split, lipanj 2020.**



**SVEUČILIŠTE U SPLITU**  
**KEMIJSKO-TEHNOLOŠKI FAKULTET**  
**PREDDIPLOMSKI STUDIJ KEMIJSKE TEHNOLOGIJE**  
**SMJER KEMIJSKO INŽENJERSTVO**

**SINTEZA PROZIRNOG TOALETNOG SAPUNA IZ BILJNIH ULJA**

**ZAVRŠNI RAD**

**TANITA KATINIĆ**

**Matični broj : 1070**

**Split, lipanj 2020.**

**UNIVERSITY OF SPLIT**  
**FACULTY OF CHEMISTRY AND TECHNOLOGY**  
**UNDERGRADUATE STUDY OF CHEMICAL TECHNOLOGY**  
**ORIENTATION CHEMICAL ENGINEERING**

**SYNTHESIS OF TRANSPARENT TOILET SOAP FROM VEGETABLE OILS**

**BACHELOR THESIS**

**TANITA KATINIĆ**

**Parent number: 1070**

**Split, June 2020**

## TEMELJNA DOKUMENTACIJSKA KARTICA

ZAVRŠNI RAD

Sveučilište u Splitu

Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu

Preddiplomski studij Kemijska tehnologija: smjer Kemijsko inženjerstvo

**Znanstveno područje:** Tehničke znanosti

**Znanstveno polje:** Kemijsko inženjerstvo

**Tema rada** je prihvaćena na 28. sjednici Fakultetskog vijeća Kemijsko tehnološkog fakulteta održanoj 25. rujna 2019. godine

**Mentor:** Prof. dr. sc. Nataša Stipanelov Vrandečić

### SINTEZA PROZIRNOG TOALETNOG SAPUNA IZ BILJNIH ULJA

Tanita Katinić, 1070

**Sažetak:** Sapuni su kemijski spojevi nastali bazičnom hidrolizom masti i ulja tj. procesom saponifikacije, a upotrebljavaju se još od davnina kao sredstva za pranje, za osobnu higijenu ili u kućanstvu. Proces dobivanja sapuna ostao je praktički nepromijenjen godinama, međutim u posljednje vrijeme je došlo do povećane potražnje ljudi za higijenskim i kozmetičkim preparatima na bazi prirodnih sirovina što je potaknuto povećanjem svijesti o utjecaju sintetskih materijala na zdravlje i okoliš. Cilj ovog završnog rada bio je sintetizirati proziran sapun od različitih vrsta biljnih ulja te ispitati utjecaj dodanih komponenata, količine alkohola i vrste šećera na prozirnost sapuna. Sapuni su pripremljeni postupkom na toplo. Korišteno je palmino, kokosovo i ricinusovo ulje te etanol, glicerol i saharoza (u prahu i kristal). Dobiveni sapuni su analizirani i njihova je moć pjenjenja uspoređena s moći pjenjenja komercijalno dostupnog sapuna. Dobiveni sapuni su po definiciji prozirni sapuni.

**Ključne riječi:** biljna ulja, saponifikacija, sapun

**Rad sadrži:** 48 stranica, 19 slika, 9 tablica, 11 literaturnih referenci

**Jezik izvornika:** hrvatski

**Sastav Povjerenstva za obranu:**

1. Prof. dr. sc. Branka Andričić – predsjednik
2. Izv. prof. dr. sc. Ani Radonić - član
3. Prof. dr. sc. Nataša Stipanelov Vrandečić- član-mentor

**Datum obrane:** 29. lipnja 2020.

**Rad je u tiskanom i elektroničkom (pdf format) obliku pohranjen** u Knjižnici Kemijsko-tehnološkog fakulteta Split, Ruđera Boškovića 35.

## BASIC DOCUMENTATION CARD

### BACHELOR THESIS

**University of Split**  
**Faculty of Chemistry and Technology Split**  
**Undergraduate study of Chemical technology: orientation Chemical engineering**

**Scientific area:** Tehnical sciences

**Scientific field:** Chemical engineering

**Thesis subject:** was approved by Faculty Council of Faculty of Chemistry and Technology, session no. 28 (September 25<sup>th</sup> 2019).

**Mentor:** Nataša Stipanelov Vrandečić, PhD, full professor

### SYNTHESIS OF TRANSPARENT TOILET SOAP FROM VEGETABLE OIL

Tanita Katinić, 1070

**Abstract:** Soaps are fatty acid salts obtained by the process of saponification or alkaline hydrolysis of fats and oils and have been used since ancient times as a detergents, for personal hygiene or in the household. The process of making soap has remained practically unchanged for many years but lately there has been increased demand from people for hygienic and cosmetic preparations based on natural materials. It is a result of increasing awareness of the impact of synthetic materials on health and the environment. The aim of this final work was to synthesize transparent soap from different types of vegetable oils, and to examine the influence of added components, the amount of alcohol and the type of sugar on the transparency of the soap. The soaps were prepared by the hot process; using palm, coconut and castor oil, glycerol, ethanol and sucrose (powder and crystal). The obtained soaps were analyzed and their foaming power was compared with the foaming power of commercially available soap. The resulting soaps are transparent soaps by definition.

**Keywords:** vegetable oils, saponification, soap

**Thesis contains:** 48 pages, 19 figures, 9 tables, 11 references

**Original in:** Croatian

**Defence committee:**

1. Branka Andričić - PhD, full professor, chair person
2. Ani Radonić- PhD, associate professor, member
3. Nataša Stipanelov Vrandečić- PhD, full professor, supervisor

**Defence date:** June 29th 2020

**Printed and electronic (pdf format) version of thesis is deposited** in Library of Faculty of Chemistry and Technology Split, Ruđera Boškovića 35.

*Završni rad je izrađen u Zavodu za organsku tehnologiju, Kemijsko-tehnološkog fakulteta u Splitu pod mentorstvom prof. dr. sc. Nataše Stipanelov Vrandečić, u razdoblju od veljače do lipnja 2020. godine.*



*Zahvaljujem se mentorici prof. dr. sc. Nataši Stipanelov Vrandečić na stručnoj pomoći, prenesenom znanju, ukazanom povjerenju, strpljenju i razumijevanju pri izradi ovog završnog rada.*

*Također se zahvaljujem laborantici Katici Jurić na pomoći tijekom izrade eksperimentalnog dijela rada.*

*Veliko hvala mojoj obitelji i prijateljima koji su mi bili podrška tijekom cijelog studija.*

## **ZADATAK ZAVRŠNOG RADA**

1. Odabrati vrste biljnih ulja za sintezu prozirnog toaletnog sapuna.
2. Analizirati kvalitetu ulja određivanjem saponifikacijskog, kiselinskog i peroksidnog broja.
3. Izraditi kalkulator za računanje potrebne količine alkalije pomoću programa Microsoft Excell.
4. Osmisliti recepturu za sintezu prozirnog toaletnog sapuna.
5. Analizirati kvalitetu sapuna određivanjem ukupnih alkalija i ukupnih masnih kiselina te moći pjenjenja.

## **SAŽETAK**

Sapuni su kemijski spojevi nastali bazičnom hidrolizom masti i ulja tj. procesom saponifikacije, a upotrebljavaju se još od davnina kao sredstva za pranje, za osobnu higijenu ili u kućanstvu. Proces dobivanja sapuna ostao je praktički nepromijenjen godinama, međutim u posljednje vrijeme je došlo do povećane potražnje ljudi za higijenskim i kozmetičkim preparatima na bazi prirodnih sirovina što je potaknuto povećanjem svijesti o utjecaju sintetskih materijala na zdravlje i okoliš. Cilj ovog završnog rada bio je sintetizirati proziran sapun od različitih vrsta biljnih ulja te ispitati utjecaj dodanih komponenata, količine alkohola i vrste šećera na prozirnost sapuna. Sapuni su pripremljeni postupkom na toplo. Korišteno je palmino, kokosovo i ricinusovo ulje te etanol, glicerol i saharoza (u prahu i kristal). Dobiveni sapuni su analizirani i njihova je moć pjenjenja uspoređena s moći pjenjenja komercijalno dostupnog sapuna. Dobiveni sapuni su po definiciji prozirni sapuni.

**Ključne riječi:** biljna ulja, saponifikacija, sapun

## **SUMMARY**

Soaps are fatty acid salts obtained by the process of saponification or alkaline hydrolysis of fats and oils and have been used since ancient times as a detergents, for personal hygiene or in the household. The process of making soap has remained practically unchanged for many years but lately there has been increased demand from people for hygienic and cosmetic preparations based on natural materials. It is a result of increasing awareness of the impact of synthetic materials on health and the environment. The aim of this final work was to synthesize transparent soap from different types of vegetable oils, and to examine the influence of added components, the amount of alcohol and the type of sugar on the transparency of the soap. The soaps were prepared by the hot process; using palm, coconut and castor oil, glycerol, ethanol and sucrose (powder and crystal). The obtained soaps were analyzed and their foaming power was compared with the foaming power of commercially available soap. The resulting soaps are transparent soaps by definition.

**Keywords:** vegetable oils, saponification, soap

## SADRŽAJ

UVOD .....	2
1. OPĆI DIO .....	3
1.1. Površinski aktivne tvari .....	3
1.1.1. Deterdženti .....	5
1.1.2. Mehanizam pranja deterdženata i sapuna .....	6
1.2. Sapuni .....	7
1.2.1. Vrste sapuna .....	8
1.2.2. Sirovine za proizvodnju sapuna .....	9
1.2.2.1. Ricinusovo ulje .....	12
1.2.2.2. Palmينو ulje .....	13
1.2.2.3. Kokosovo ulje .....	14
1.2.3. Proizvodnja sapuna- proces saponifikacije .....	15
1.2.4. Metode priprave sapuna .....	16
1.2.5. Industrijska proizvodnja sapuna .....	16
2. EKSPERIMENTALNI DIO .....	18
2.1. Materijali .....	18
2.2. Metoda rada .....	18
2.2.1. Analiza sirovina .....	18
2.2.1.1. Određivanje kiselinskog broja .....	18
2.2.1.2. Određivanje peroksidnog broja .....	19
2.2.1.3. Određivanje saponifikacijskog broja .....	20
2.2.2. Izrada kalkulatora za izračunavanje potrebne količine alkalija pomoću programa Microsoft Excell .....	21
2.2.3. Sinteza sapuna .....	22
2.2.4. Analiza produkta .....	23
2.2.4.1. Određivanje sadržaja ukupnih alkalija .....	23
2.2.4.2. Određivanje sadržaja ukupnih masnih kiselina .....	25
2.2.4.3. Određivanje pH vrijednosti .....	27
2.2.4.4. Određivanje moći pjenjenja .....	27
3. REZULTATI .....	29
3.1. Analiza sirovina .....	29
3.2. Sinteza sapuna .....	30
3.3. Analiza produkta .....	31
4. RASPRAVA .....	32
5. ZAKLJUČAK .....	35
6. LITERATURA .....	36
IZVORI SLIKA .....	37

## UVOD

Sapuni su kemijski spojevi nastali neutralizacijom masnih kiselina alkalijama, tj. soli su masnih kiselina. Deterdžentna svojstva sapuna (sposobnost pjenjenja, smanjenje površinske napetosti, ubrzanje kvašenja površine i emulgiranja) i stvaranje gelnih struktura omogućuju primjenu sapuna kao sredstva za pranje, emulgiranje i geliranje.<sup>1</sup>

Povijest sapuna počinje prije najstarije pisane literature. Zapisi na glinenim pločicama iz Sumera oko g. 2500 pr. n. e., pokazuju poznavanje kalijeva sapuna načinjenog iz ulja i pepela biljaka bogatih kalijevim karbonatom, kao i upotrebu istog za pranje vune. Plinije (g. 77. n. e.) je pripisao pronalazak sapuna Galima, koji su ga pravili iz kozjeg loja i pepela jedne vrste drveta i upotrebljavali ga za bojenje kose u crveno. U srednjem vijeku pravljenje sapuna oživjelo je u nekim gradovima Italije, Francuske i Engleske, dok je u 18. stoljeću u brojnim gradovima proizvodnja sapuna dostigla visok stupanj (posebice u Marseilleu). U 19. stoljeću uvođenjem La Blancova procesa za dobivanje natrijeva hidroksida, sapun je postao mnogo jeftiniji i njegova se upotreba proširila. Međutim od 40-tih godina prošlog stoljeća ulogu sapuna sve više preuzimaju sintetički deterdženti, ali sapuni se i dalje primjenjuju u svakodnevnom životu, za osobnu higijenu i pranje rublja, te u brojnim industrijskim proizvodima.<sup>2</sup>

U današnje vrijeme ljudi su postali svjesniji utjecaja sintetskih dodataka na okoliš i zdravlje. Stoga je porasla i potražnja za sapunima kućne izrade bez umjetnih dodataka što donosi i brojne druge prednosti (npr. manja iritacija kože, potpuna biorazgradljivost).

Zadatak ovog završnog rada bio je sintetizirati proziran sapun isključivo iz biljnih ulja, ispitati utjecaj dodanih komponenata na prozirnost sapuna te usporediti njegovu moć pjenjenja s moći pjenjenja komercijalnog sapuna.

## 1. OPĆI DIO

### 1.1. Površinski aktivne tvari

Površinski aktivne tvari (tenzidi) su organski spojevi koji otopljeni u vodi, prisutni već u malim količinama, jako smanjuju silu napetosti površine koja djeluje na graničnim površinama među fazama. Ubrajaju se u derivate ulja i masti te predstavljaju vrlo važan industrijski proizvod.<sup>1,2</sup>

Djelovanje površinski aktivnih tvari temelji se na tome da njihove molekule sastavljene od dužeg ili kraćeg hidrofobnog (liefobnog) lanca i jedne ili više hidrofilnih (liefilnih) skupina, na granici faza tvore monomolekularne slojeve u kojima se na površini sloja okrenutoj vodi (otapalu) nalaze hidrofilni (liefilni) dijelovi molekula. Hidrofobni dio molekule površinski aktivne tvari, netopljiv u vodi, u većini slučajeva predstavlja ravan ili razgranat alifatski ugljikovodični lanac, koji može sadržavati dvostruke veze i heteroatome, alkil supstituirane aromatske prstenove ili nesupstituirane aromatske prstenove.<sup>1</sup> Vrlo je bitna duljina lanca i mora postojati uravnotežen odnos između hidrofilnih i hidrofobnih svojstava. Ako je lanac predug nastaje neravnoteža i molekula ima prevelik afinitet prema u vodi netopljivim tvarima, što će biti vidljivo i iz njene ograničene topljivosti u vodi. S druge strane ako je lanac prekratak, spoj nije površinski aktivan jer su nedovoljno izražena hidrofobna i koloidna svojstva. Optimalna duljina ugljikovodičnog lanca leži između 12 do 18 ugljikovih atoma.

Najvažnije hidrofilne skupine su sljedeće:

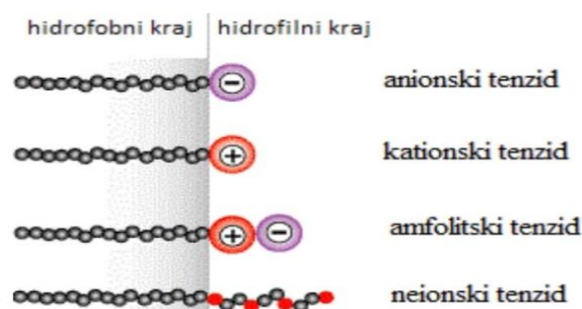
- anionske skupine:  $-\text{COO}^- \text{Na}^+$  (karboksilna),  $-\text{OSO}_3^- \text{Na}^+$  (sulfatna),  $-\text{SO}_3^- \text{Na}^+$  (sulfonska),  $-\text{OPO}_3^{2-} (\text{Na}^+)_2$  (esterificirana ortofosforna skupina)
- kationske skupine:  $-\text{NH}_2\text{HCl}$ ,  $\text{NHHCl}$ ,  $\text{NHCl}-\text{N}^+ \text{Cl}^-$  (primarna, sekundarna, tercijarna, kvaterna amino skupina),  $[\text{C}_5\text{NH}_5]^+ \text{Cl}^-$  (piridinska skupina)
- neionske skupine:  $-\text{O}-$  (esterska),  $-\text{OH}$  (hidroksilna),  $-\text{COO}-$  (esterificirana karboksilna),  $-\text{CONH}-$  (amidna),  $-\text{SO}_2\text{NH}-$  (sulfonamidna),  $-\text{CH}=\text{CH}-$  (etilenska).

Površinski aktivne tvari mogu se podijeliti prema upotrebi (sredstva za pranje, sredstva za kvašenje, sredstva za emulgiranje, sredstva za dispergiranje, sredstva za pjenjenje), fizikalnim svojstvima (topljivosti u vodi ili otapalima) ili prema kemijskoj strukturi.<sup>1,2</sup>

Prema električnom naboju hidrofilnog dijela molekule dijele se na (slika 1):

- anionaktivne
- kationaktivne
- neionogene
- amfoterne
- neutralne .

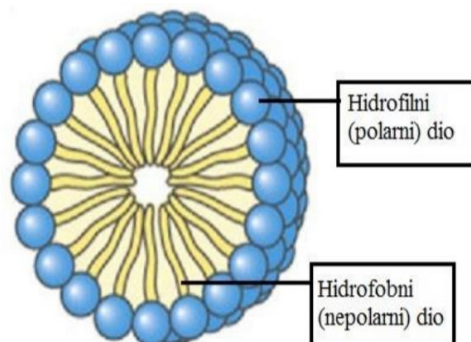
Površinski anionaktivne tvari su tvari u kojima je aktivna grupa negativno nabijena (u vodenoj otopini disociraju na  $\text{Na}^+$ -kation i  $\text{R}^-$ -anion koji predstavlja dulji dio molekule i posjeduje površinsku napetost). To je najbrojnija skupina površinski aktivnih tvari, a najvažnije su alkilarilsulfonati  $\text{RC}_6\text{H}_5\text{SO}_3\text{H}$  (natrijev dodecilbenzensulfonat), alkilsulfonat  $\text{RSO}_3\text{H}$ , alkilsulfati  $\text{ROSO}_3\text{H}$ , sulfati masnih alkohola – natrijev laurilsulfonat, sulfatirana ulja-sulfatirano ricinusovo ulje poznato kao tursko crveno ulje, sulfati masnih kiselina. Imaju veliku važnost u proizvodnji sredstava za pranje. Površinski kationaktivne tvari imaju pozitivno nabijen dulji, aktivni dio molekule pa se u vodenoj otopini adsorbiraju na negativno nabijene npr. tekstilne čestice. U tu skupinu spada manji dio površinski aktivnih tvari, npr. kvaterne amonijeve soli, alkilaminske i alkilpiridinske soli. Upotrebljavaju se u izradi pomoćnih sredstava za kožu i tekstil. Neionogene površinski aktivne tvari ne ioniziraju se u vodenoj otopini te im je stoga topljivost u vodi ovisna o skupinama u molekuli koje imaju jak afinitet prema vodi. To su esteri i eteri polialkohola, alkilpoliglikol-eteri i alkilarilpoliglikol-esteri masnih alkohola i masnih kiselina i drugi. Amfoterne površinski aktivne tvari ioniziraju u vodenim otopinama na kation i anion ovisno o pH području sustava. Takvi spojevi mogu u kiseljoj otopini djelovati kationaktivno, a u alkalnoj otopini anionaktivno. U ovu skupinu spadaju aminokarboksilne kiseline ( $^+\text{H}_3\text{NRCOO}^-$ ). U skupinu neutralnih površinski aktivnih tvari ubrajaju se spojevi čija vodena otopina reagira neutralno, a nastaju reakcijom neutralizacije između stehiometrijskih količina anionaktivnih i kationaktivnih tvari.<sup>1,3</sup>



Slika 1. Klasifikacija tenzida



Površinski aktivne tvari svoje djelovanje pokazuju u sasvim razrijeđenim otopinama tj. pri vrlo niskim koncentracijama zbog sklonosti molekula da se koncentriraju u graničnom sloju između otapala i plina, otapala i krutine ili otapala i druge tekućine s kojom se ne miješa. Na tim granicama molekule se orijentiraju s obzirom na prirodu tvari koja stvara površinu, npr. ako je otapalo uljno hidrofobni dio bit će orijentiran prema otapalu, a hidrofilni dio prema drugoj fazi. Jedno od osnovnih svojstava površinski aktivnih tvari je stvaranje koloidnih micela. Ne samo da površinski aktivne tvari imaju tendenciju kretanja u granične slojeve otopina i formiranja usmjerenog ili adsorbiranog filma kao posljedicu sila koje nastaju iz nespojivosti ugljikovodikovog lanca i vode, nego se sam taj proces odvija i kroz cijelu otopinu stvaranjem micela (slika 2). Hidrofobni dio molekule okrenut je prema zajedničkom središtu, a hidrofilni dio prema vodi. Proces nastanka micela uključuje formiranje uljne nanokapljice sačinjene od međusobno otopljenih hidrofobnih dijelova molekule koji su od ostatka vodene otopine odvojene hidrofilnim dijelovima molekula. Najčešći slučaj je da samo otapalo sadrži vodu pa se hidrofilne grupe molekule ugrade u fazu otapala, a drugi kraj je usmjeren prema jezgri micela.<sup>2</sup>



Slika 2. Formiranje micela

#### 1.1.1. Deterdženti

Deterdženti su tvari koje mogu obavljati funkciju čišćenja (lat. *detregere* obrisati, skidati) jer su površinski aktivne, tj. snizuju površinsku napetost te ubrzavaju kvašenje čišćenog predmeta, emulgiraju i dispergiraju nečistoće i pjene se, a osnovna razlika u usporedbi sa sapunima je da su u velikoj mjeri neosjetljivi prema tvrdoj vodi.<sup>1</sup> Oni ne reagiraju s kiselinama ili solima teških metala i kao takvi pogodni su za pranje u mekoj, tvrdoj, čak i morskoj vodi.<sup>2</sup>

Da bi površinski aktivna tvar mogla služiti kao sredstvo za pranje, ona mora djelovati i kao kvasilo i kao emulgator, tj. ona mora, s jedne strane, mijenjati energetske odnose na

graničnim površinama između čvrste podloge, nečistoće i kapljevine tako da se nečistoća odvaja od podloge, i s druge strane, sprječavati ponovno taloženje nečistoće na podlogu stabilizirajući njezinu disperziju u vodi.

Za razliku od sapuna udio dodataka kod deterdženata veći je od udjela površinski aktivne tvari i može biti čak do 80 %. Ti dodaci u deterdžentima mogu biti: karbonati, silikati, fosfati, sulfati, perborati, optička bjelila, organski izmjenjivači iona itd. Prvi deterdženti sadržavali su alkil sulfonate, koji su se pokazali otpornima na bakterijsku razgradnju. Uzrokovali su pjenušanje u rijekama i poteškoće u postrojenjima za pročišćavanje otpadnih voda, stvarajući ekološki problem. Takvi tvrdi deterdženti zamijenjeni su tijekom 60-ih godina 20. stoljeća mekim biorazgradljivim deterdžentima, koji su pogodniji za upotrebu i imaju manji utjecaj na okoliš. Usprkos napretku mnogi ljudi se i dalje pribojavaju korištenja fosfata u deterdžentima, jer se time pospješuje proces eutrofikacije tj. starenje vodenih sustava. Ovaj proces u prirodi traje tisućama godina, ali sve većim čovjekovim utjecajem njegovo trajanje se smanjuje na samo nekoliko godina. Do danas se nije pojavila zadovoljavajuća zamjena deterdžentima.

Najveći se broj deterdženata troši u praškastom ili kapljevitom stanju (slika 3), za razliku od sapuna, koji se troše najviše u komadnom obliku.<sup>1,2</sup>

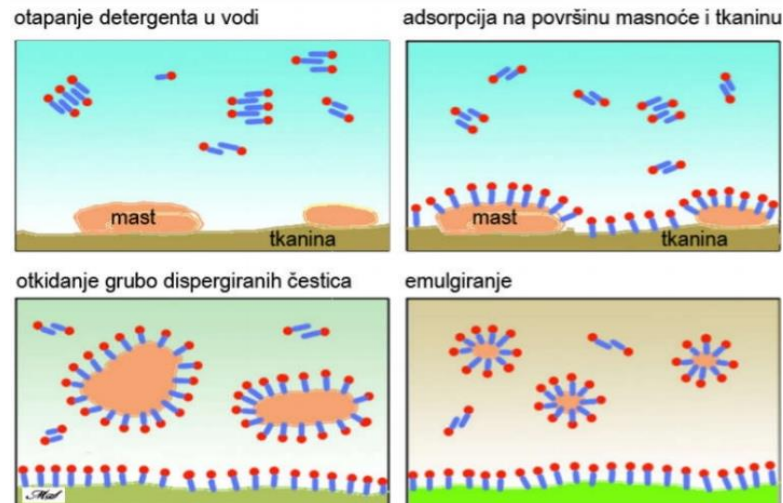


Slika 3. Deterdženti u praškastom i tekućem obliku

#### 1.1.2. Mehanizam pranja deterdženata i sapuna

Mehanizam pranja sapuna i deterdženata (slika 4) vrlo je složen, ali princip ovog mehanizma može se sažeti u par ključnih točaka. Nečistoće su najčešće vezane na površinu filmom ulja ili maziva. Zbog toga čišćenje površina zahtijeva zamjenu tog tankog filma otopinom sapuna ili deterdženta koji se zatim ispiru vodom. Uljni film se razbija i dispergira u zasebne kapi koje je mnogo lakše ukloniti od samog filma

djelovanjem sapuna ili deterdženta. Nakon toga dispergirane uljne kapi uklanjaju se mehanički. Vrlo važnu ulogu imaju procesi emulgiranja i deflokuliranja, jer ako su čestice nečistoća i odvojene kapljice ulja suspendirane u otopini deterdženta u stabilnim i visokodispergiranim uvjetima, one će se nataložiti u dovoljno velike agregate koji će se zatim nataložiti na očišćenu površinu i time je opet onečistiti.<sup>2</sup>



Slika 4. Mehanizam pranja deterdžeta i sapuna

## 1.2. Sapuni

Sapuni su kemijski spojevi nastali neutralizacijom masnih kiselina alkalijama, tj. soli masnih kiselina. Sapuni nastaju procesom saponifikacije u kojem reagiraju masti ili ulja s alkalijama pri čemu nastaju sapun i glicerol. Kao sirovine koriste se razne masti i ulja te natrijev i kalijev hidroksid. Prirodni antioksidansi koji su važan dio masti i ulja gube se tijekom procesa saponifikacija pa se u procesu proizvodnje sapuna dodaju razni sintetski antioksidansi, stabilizatori, mirisi, bojila i drugi dodaci. Postoji mnogo vrsta trgovačkih sapuna, a neki od njih su: toaletni sapuni, sapuni za brijanje, sapuni u prahu, šamponi, domaći sapuni, sapuni za morsku ili slanu vodu, tekući sapuni te razni industrijski sapuni. Sapuni dobiveni iz viših masnih kiselina poput stearinske vrlo su uspješni u pranju, ali njihova topljivost predstavlja problem jer su topljivi samo do određene granice, dok su sapuni dobiveni iz nižih masnih kiselina poput laurinske lako topljivi, ali nedostatak im je nepostojana pjena. Iz ovih je primjera vidljivo da sastav sirovine uvelike utječe na svojstva sapuna. Zbog toga se pri odabiru sirovina mora imati na umu da se od sapuna zahtijeva više od jedne funkcije. On ne mora samo dobro čistiti, već jednim dijelom mora i služiti kao omekšivač vode da bi pospješio sve ostale funkcije sapuna, treba imati i velik volumen pjene koja je postojana, dobru topljivost, visok

kapacitet pranja, sposobnost emulgiranja, smanjenja površinske napetosti i ubrzanja kvašenja površine. Potrebno je pronaći optimalan odnos velike topljivosti i lakog pjenjenja te zadržavanje pjene s visokim kapacitetom pranja i dobrim kapacitetom mekšanja vode. U praksi se to ostvaruje upotrebom masti koje daju zadovoljavajuću smjesu laurinske, palmitinske, stearinske i oleinske kiseline s drugim kiselinama.<sup>2</sup>

### 1.2.1. Vrste sapuna

Sapun za pranje ruku i rublja proizvodi se od sapunske jezgre izravnim skrućivanjem u kalupu ili djelomičnim sušenjem jezgre, tako da sadrži više vode, odnosno manje masnih kiselina od toaletnih sapuna.

Toaletni sapuni najbolje su kvalitete, a služe za pranje i njegu tijela. Intenzivnih su mirisa, ugodnih boja i lijepih oblika, a često sadrže i različite dodatke za poboljšanje kvalitete ili za specijalne namjene (lanolinski derivati za dopunsko mašćenje kože, baktericidi u dezodorantnim sapunima, sumpor i natrijev karbonat u sapunima za masnu kožu). Najčešće se proizvode piliranjem ili kontinuiranom doradbom sapunskih rezanaca. Posebno su atraktivni transparentni ili glicerinski sapuni, koji se proizvode otapanjem sapunskih pahuljica u alkoholu, gdje se u prisutnosti glicerola i šećera talože u prozirnog, ultramikrokristalnom obliku. Popularni su i sapuni koji plivaju na vodi, osobito kao sapuni za djecu. Ti su sapuni obično blago parfimirani i nisu obojeni.

Polusintetski sapuni su sapuni kojima se dodaju sintetske površinski aktivne tvari (tenzidi) kako bi se poboljšalo njihovo djelovanje u tvrdoj i morskoj vodi. One dispergiraju nastale netopljive metalne sapune u otopini i omogućuju površinski aktivno djelovanje smjese. Preporučuju se kombinacije od 60-80 % sapuna i 10-30 % tenzida.

Meki (mazivi) sapuni kalijeve su soli tekućih masnoća. Najčešće se proizvode od lanenog ulja i kalijeve lužine, pri čemu nastaje žutosmeđa, prozirna, mekana masa slaba mirisa, koja sadrži oko 40 % vode. Služi kao osnova za tekuće sapune za njegu tijela te u farmaciji kao podloga za ljekovite masti jer mekšanjem kože omogućuje i lakši prodor ljekovitih sredstava u kožu.

Sapuni i kreme za brijanje smjese su kalijevih i natrijevih sapuna dobivenih najčešće osapunjenjem ulja (npr. kokosovo) i stearinske kiseline. O omjeru kalijevih i natrijevih sapuna ovisi hoće li će sapun biti krut ili u obliku kreme. Kremama se obično dodaje

slobodna stearinska kiselina u suvišku, koja daje sedefasti sjaj. Sapuni i kreme za brijanje moraju se lako i brzo pjeniti, a nastala pjena mora biti stabilna i ne smije nadražiti kožu.

Tekstilni sapuni rabe se u tekstilnoj industriji za pranje i oplemenjivanje prirodnih vlakana. Već prema vrsti vlakana upotrebljavaju se tvrdi ili meki, alkalni ili neutralni sapuni. Primjerice, za pranje sirove vune i svile potrebni su potpuno neutralni sapuni, a za pranje i bojenje tkanina slabo alkalni sapuni.

Metalni sapuni soli su masnih kiselina i zemnoalkalijskih i drugih metala (aluminijev, bakreni, cinkov sapun itd.). Osnovna im je karakteristika netopljivost u vodi pa služe kao sredstva za impregnaciju. Otopljeni u mineralnim uljima tvore viskozne paste pa se upotrebljavaju i u proizvodnji sredstava za podmazivanje i za bojila. Široku primjenu imaju i u industriji polimernih materijala kao katalizatori i stabilizatori.<sup>4</sup>

Prozirni sapuni u industriji se definiraju kao sapuni dovoljno prozirni da se kroz komad sapuna debljine 6,35 mm može pročitati tekst fonta Times New Roman, veličine 14 točaka. Pri pripravi transparentnog sapuna bitne su proporcije i vrsta korištenih početnih materijala, ali da bi se sintetizirao prozirni sapun potrebno je zaustaviti rast i razvoj kristala prilikom prolaska sapuna kroz koloidnu fazu. To se postiže dodatkom tvari od kojih neke imaju svojstva otapala, a neke usporavaju kristalizaciju. Najčešće su to ricinusovo ulje, alkohol, glicerol i šećer.<sup>5</sup>

### 1.2.2. Sirovine za proizvodnju sapuna

Masti i ulja tvari su biljnog ili životinjskog podrijetla, netopljive su u vodi, sadrže pretežno estere glicerola i masnih kiselina tzv. gliceride i osnovna su sirovina za proizvodnju sapuna. Naziv mast upotrebljava se za gliceride koji se pri sobnoj temperaturi nalaze u čvrstom ili polučvrstom stanju, a ulje za gliceride koji su pri istim uvjetima u tekućem stanju. Trigliceridi nastaju kao kondenzacijski proizvodi jedne molekule glicerola i triju molekula masnih kiselina. Uz njih pri toj reakciji nastaju i tri molekule vode (slika 5). Dije se na jednostavne i mješovite s obzirom na broj masnih kiselina iste vrste i strukturu triglicerida. Masne kiseline čine čak 94-96 % mase molekule triglicerida i predstavljaju reaktivni dio molekule zbog čega imaju velik utjecaj na njegova svojstva. Masne kiseline u prirodi dolaze općenito kao ravnolančani, monobazični, alifatski spojevi koji na kraju ugljikovodičnog lanca imaju jednu karboksilnu skupinu. Gotovo sve prirodne masne kiseline imaju paran broj ugljikovih atoma. Masne kiseline dijele se na

zasićene i nezasićene. Zasićene su one masne kiseline koje ne sadrže dvostruke veze, a one koje ih sadrže su nezasićene.<sup>2</sup>

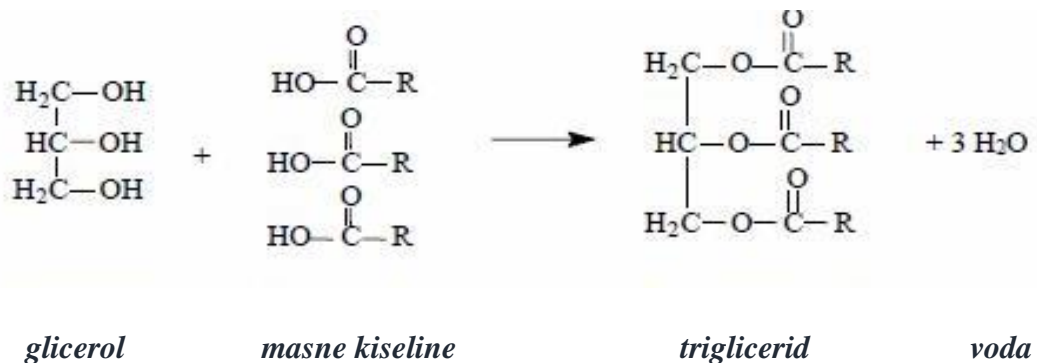
Budući da površinska aktivnost i topljivost sapuna bitno ovise o duljini ugljikovodičnog lanca i stupnju zasićenja masnih kiselina, vrlo je malo masnih kiselina prikladno za proizvodnju sapuna.<sup>4</sup> Od zasićenih masnih kiselina najzastupljenije su laurinska, palmitinska i stearinska kiselina. Nezasićenih masnih kiselina u prirodi nalazimo velik broj, ali njihova izolacija i karakterizacija je puno teža zbog njihove nestabilnosti te mogućnosti lakog prijelaza u strukturne i geometrijske izomere. Kiseline s jednom, dvije ili tri dvostruke veze i 18 ugljikovih atoma najvažnije su nezasićene masne kiseline biljnih i životinjskih masti. U ovu grupu spadaju oleinska, palmitoleinska, linolna i linolenska kiselina. Osim ravnolančanih masnih kiselina s parnim brojem ugljikovih atoma, postoje i masne kiseline neobične strukture poput izovalerijanske kiseline koja je sastavni dio ricinusova ulja.<sup>2</sup>

Od biljnih ulja najčešće se upotrebljavaju ulja tropskih biljaka (kokosovo, palmino, bambusovo ulje) koja sadrže 40-50 % laurinske kiseline, a malo nezasićenih masnih kiselina. Sapuni dobiveni iz tih ulja vrlo su tvrdi, stabilni prema oksidaciji (ranketljivosti), lako topljivi u vodi i daju obilnu, iako nepostojanu pjenu. Životinjske masti, najčešće goveđi loj i svinjska mast, imaju velik udiol viših zasićenih masnih kiselina (C<sub>16</sub> i C<sub>18</sub>). Stvaraju sapune s gustom, postojanom pjenom i izrazitim površinskim aktivnim djelovanjem, ali su slabije topljivi u vodi. Da bi se postigao najbolji odnos između velike topljivosti i lakog pjenjenja te stabilnosti pjene i dobrog učinka pranja, za proizvodnju sapuna mora se upotrijebiti smjesa masnoća s prikladnim omjerom dugolančanih i kratkolančanih, zasićenih i nezasićenih masnih kiselina.

Za proizvodnju sapuna mogu se upotrijebiti i maslinovo, suncokretovo, pamukovo, sojino ili laneno ulje te svinjska mast i hidrogenirana ulja morskih životinja. Za osapunjenje masnoća najčešće se upotrebljava natrijev hidroksid i natrijev karbonat. Kalijev hidroksid služi za dobivanje tekućih i mekih sapuna. Alkalijske za proizvodnju sapuna ne smiju sadržati teške metale (posebno željezo i bakar) u količinama većim od propisanih jer oni smanjuju otpornost sapuna prema oksidaciji.

Da bi se spriječila oksidacija masnih kiselina (ranketljivost sapuna), sapunima se dodaju antioksidansi (natrijev silikat, natrijev hiposulfit). Za izbjeljivanje sapuna najčešće služe titanov dioksid i cinkov oksid, ali i spojevi koji apsorbiraju ultraljubičasto zračenje i

emitiraju vidljivo plavkasto svjetlo, koje prekriva žućkasti ton sapuna. Toaletni sapuni, s obzirom na svoju kozmetičku ulogu, sadrže čitav niz dodataka koji im daju ljepši izgled ili definiraju njihovu primjenu. Sapunima se dodaju boje stabilne u alkalnoj sredini, blagi ili intenzivni mirisi, odmašćivači i sredstva za zaštitu kože (lanolinski derivati, stabilizirane masne kiseline), biljni ekstrakti, sintetske površinski aktivne tvari za poboljšanje pjenjenja te sredstva za dezodoriranje (bakteriostatici i baktericidi koji uništavaju uzročnike neugodnih mirisa).<sup>4</sup>



Slika 5. Nastajanje triglicerida

U sastav masti i ulja ulaze i neke negliceridne komponente poput:

- fosfatida - sastoje se od polivalentnog alkohola esterificiranog masnom kiselinom i fosforom kiselinom
- sterola - kristalizirani, neutralni, neosapunjivi alkoholi s visokim talištem i svojstvima nalik kolesterolu, relativno su inertni i ne utječu na promjenu sastava ulja i masti
- lipokroma - tvari koje daju boju masti, najpoznatiji su karotenoidi, klorofil i srodni spojevi
- tokoferoli- komponente koje utječu na stabilnost - spadaju u antioksidanse, to su svjetložuta ili bezbojna ulja topljiva u mastima, postoje i drugi antioksidansi poput sezamolina
- mirisne komponente - dolaze samo u tragovima, destilacijom se djelomično kemijski mijenjaju, vrlo malo ih je kemijski karakterizirano i identificirano
- vitamini A, E i D
- mineralni sastojci - svi sadrže fosfor i natrij ili kalij, a istraživanja su pokazala da mogu sadržavati i tragove bakra, mangana, željeza.<sup>2</sup>

### 1.2.2.1. Ricinusovo ulje

Ricinusovo ulje dobiva se prešanjem sjemenki ricinusa, *Ricinus communis L.* (slika 6). Od ostalih ulja razlikuje se po velikom sadržaju hidroksikiseline, ricinolne kiseline. Poznate su dvije kvalitete ovog ulja, prva se dobiva hladnim prešanjem zrna i tako dobiveno ulje potpuno je bezbojno i služi u medicinske svrhe, a druga kvaliteta dobiva se daljnjim prešanjem ili ekstrakcijom otapalima. Dobiveno ulje je obojeno i upotrebljava se samo za industrijske svrhe. Saponifikacijski broj treba iznositi 176-181, a jodni broj 81-91. Topljivo je u alkoholu, a netopljivo u nepolarnim otapalima. Puno je viskoznije od ostalih ulja, a kada se potpuno hidrogenira ima neobično visoko talište (86-88 °C). Glavna kiselinska komponenta je ricinolna kiselina, a uz nju prisutna je i linolna kiselina te oleinska u tragovima. Većina proizvedenog ulja služi za pripravu dehidratiziranog ricinusovog ulja koja se koristi u proizvodnji boja i lakova, zagrijavanjem ricinusa ulja s alkalijama dobiva se sebacinska kiselina koja predstavlja važan intermedijer u industriji polimera. Ima širok spektar ljekovitog djelovanja. Kao sirovina za sapun povećava hidratantna svojstva. Ricinolna kiselina, koja čini većinu ricinusovog ulja, pokazuje veliku djelotvornost protiv gljivica, pljesni, virusa, parazita i bakterija, zbog čega se ovo ulje koristi i u proizvodnji kozmetike. Također ima svojstvo otapala i tako daje prozirnost sapunima, ali preveliki udio ricinusovog ulja u sapunu čini sapun mekanim i ljepljivim te smanjuje svojstvo pjenjenja. Pjena je gusta, kremasta, ali postojana. Nedostatak je i sama cijena kvalitetnog ricinusovog ulja.<sup>2,6</sup>



Slika 6. Ricinusovo ulje



#### 1.2.2.2. Palmino ulje

Palmino ulje proizvodi se iz uljne palme *Elaeis guineensis* (slika 7). Plod ove biljke koristi se za dobivanje dva različita ulja, a to su ulje palminih koštica i palmino ulje iz mesnatog ovoja ploda. U zemljama u kojima se proizvodi (Afrika, Indonezija, Brazil, Srednja i Južna Amerika) mali dio se koristi kao prehrambeni proizvod, a najveći dio ovog ulja izvozi se u kontinentalnu Europu i Veliku Britaniju gdje služi kao sirovina za proizvodnju šorteninga, miješanih masti, margarina i sapuna. Samo ulje dobiva se raznim metodama poput iskuhavanja plodova, centrifugiranjem i prešanjem. Ulje je narančastocrvene boje zbog prisutnosti velike količine karotena, ali se može dekolorirati hidrogeniranjem do žute boje. Isto se može postići obradom adsorbensima pri višim temperaturama, dezodoracijom, oksidacijom i drugim kemijskim metodama koje razaraju karotene. Glavne kiselinske komponente su palmitinska i oleinska kiselina, a zasićene i nezasićene masne kiseline prisutne su u jednakim količinama. Osim karotena sadrži i prirodni glicerol te vitamin E. Karakteristike i sastav ulja uvelike ovise o geografskom podrijetlu samog ulja, no saponifikacijski broj mu iznosi između 195 i 205, a jodni broj 44-58. Palmino ulje ima ugodan karakterističan miris, pokazuje stabilnost prema oksidaciji i ne suši se na zraku. Konzistencija i talište mu ovise o sadržaju slobodnih masnih kiselina, pa se tako na tržištu ulja s malim sadržajem slobodnih masnih kiselina zovu mekana, a ona s visokim tvrda. Sapunima daje tvrdoću, a ima i veliku sposobnost čišćenja. Prednosti su i pristupačna cijene te laka dostupnost.<sup>2</sup>



Slika 7. Palmino ulje

### 1.2.2.3. Kokosovo ulje

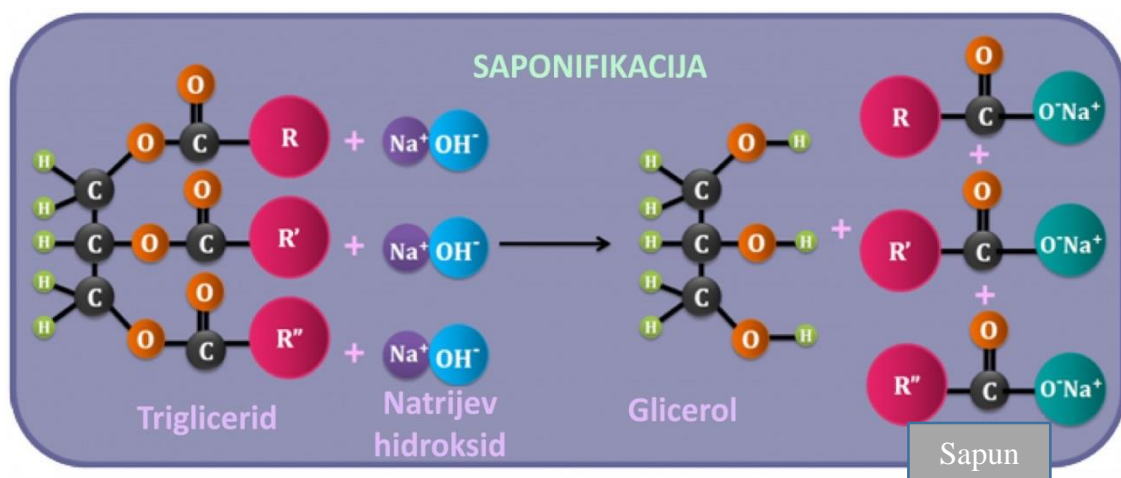
Kokosovo ulje spada u ulja grupe laurinske kiseline. Dobiva se iz kopre (osušeno meso kokosova oraha, slika 8) koja sadrži 63-68 % ulja i 4-7 % vode, a proizvodi se prešanjem. Ima visok sadržaj niskomolekularnih masnih kiselina što je vidljivo i po visokom saponifikacijskom broju i niskom indeksu loma. Saponifikacijski broj ima vrijednost između 250 i 264, a jodni od 7,5 do 10,5. Oko 90 % masnih kiselina u sastavu glicerida kokosovog ulja su zasićene, a to su laurinska, miristinska i palmitinska kiselina. Najznačajnije fizikalno svojstvo kokosova ulja je da u krutom stanju ne mekša postupno s porastom temperature, već je prijelaz kruto-tekuće nagao i trenutni, u intervalu od samo nekoliko stupnjeva. Uski temperaturni interval plastičnih svojstava i nemogućnost promjene fizikalnih svojstava strogo ograničavaju upotrebu ovog ulja u jestivim proizvodima. Radi male nezasićenosti kokosovo ulje vrlo je otporno na razvoj raketljivosti. Na tržištu se pojavljuje s višim sadržajem slobodnih masnih kiselina od ostalih biljnih ulja. Prema pravilima u SAD-u, kokosovo ulje najbolje kvalitete mora imati ispod 3 %, a sirovije ulje do 5 % masnih kiselina te ne smije imati Lovibondovu crvenu boju višu od 2 do 3 jedinice. No često se pojavljuju ulja s vrijednošću 10-20 jedinica pa čak i 50, ali boja se lako uklanja uobičajenim postupcima čišćenja i dekoloracije. Kvalitetno kokosovo ulje sadrži vrlo malo ili nimalo fosfatida, gumoznih i sluznih tvari te ostalih negliceridnih tvari koje obično dolaze u biljnim uljima. Koristi se u prehrambenoj industriji, ali i za dobivanje sapuna i deterdženata. Daje tvrd, u vodi lako topljiv i pjenušav sapun, odlične sposobnosti čišćenja te antibakterijskih svojstava. Nedostatak mu je osušivanje kože ako se koristi u velikoj količini pri izradi sapuna.<sup>2</sup>



Slika 8. Kokosovo ulje

### 1.2.3. Proizvodnja sapuna- proces saponifikacije

U prisustvu vode masti se hidroliziraju na slobodne masne kiseline i glicerol. Reakciju hidrolize estera kataliziraju kiseline, baze, enzimi, a pospješuju je povišena temperatura i tlak vodene pare. Bez katalizatora reakcija se odvija vrlo polagano. Dodatak kiseline ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ) ubrzava reakciju, ali ravnotežu pomiče u maloj mjeri, dok dodatak dovoljne količine baze ( $\text{OH}^-$ ) povećava brzinu i omogućava odigravanje reakcije do kraja zbog neutralizacije slobodne kiseline. Bazična hidroliza svih organskih estera, pa tako i triglicerida, naziva se saponifikacija. Saponifikacija je ireverzibilna reakcija. Saponifikacijom triglicerida dobiju se soli masnih kiselina (sapuni) i glicerol (slika 9).



Slika 9. Proces saponifikacije

Na fizikalna svojstva sapuna najviše utječe kemijski sastav masti. Tvrdoća sapuna uglavnom ovisi o nezasićenosti masti, a topljivost ovisi i o nezasićenosti i prosječnoj molekularnoj masi masti. Temperatura znatnije utječe na brzinu reakcije nego na ravnotežu. Reakcija hidrolize, kao i većina drugih reakcija, pokorava se kinetičkom pravilu: brzina reakcije približno se udvostručuje pri svakom povećanju temperature za 10 °C. Ako je potrebno voditi reakciju do kraja u što kraćem vremenu, treba primijeniti najvišu praktički moguću temperaturu, bez obzira na mogući nepovoljan utjecaj na ravnotežno stanje. Kako su ulja i masti netopljivi u vodi, to se tijekom hidrolize stvaraju dvije kapljevite faze, a brzina reakcije ovisi o njihovoj dodirnoj površini. Što je dodirna površina veća, saponifikacija je brža. Emulgiranje je najbolji način dobivanja velikih dodirnih površina između dviju nemješljivih kapljevina. Tako npr. čisti trigliceridi sporo reagiraju s NaOH, ali sapuni nastali iz slobodnih masnih kiselina, koje su uvijek prisutne u uljima, pospješuju emulgiranje povećavajući na taj način brzinu reakcije. Dodatkom alkohola saponificirajućoj smjesi reakcija se znatno ubrzava. Naime, prvo dolazi do

alkoholize (reakcija estera s alkoholom) koja je znatno brža reakcija u usporedbi s esterifikacijom i saponifikacijom. Zatim slijedi saponifikacija tako dobivenog nižeg estera.<sup>1</sup>

#### 1.2.4. Metode priprave sapuna

Postupak saponifikacije može se izvoditi na hladno i na toplo. Kod postupka na hladno, ulje i lužina se miješaju bez dodatnog zagrijavanja. Smjesa se miješa mehanički, a nakon što je postignuta emulzija lužine i ulja, smjesa se izliva u kalup u kojem se suši nekoliko dana ovisno o prirodi sapuna i uvjetima sušenja. Ovako dobiven sapun ostavlja se minimalno 4 tjedna tijekom kojih se reakcija saponifikacije odvija do kraja. Dobiveni sapun sadrži glicerol kao prirodni produkt koji dodatno njeguje kožu. Sapuni dobiveni hladnim postupkom najčešće sadrže suvišak masti. Kod toplog postupka nakon što se ulje i lužina pomiješaju, smjesa se grije i miješa u vodenoj kupelji pri otprilike 80 °C. Zagrijavanje i miješanje traje oko dva sata nakon čega se vrši isoljavanje. Pri ovom postupku dolazi do raslojavanja reakcijske smjese u dvije faze. Gornji sloj sadrži sapun, nešto vode i male količine elektrolita, dok se podlužnica sastoji iz vode, alkohola, glicerola, natrijeva klorida, viška lužine i obojenih onečišćenja. Nakon toga slijedi filtracija i ispiranje sapuna. Sama reakcija saponifikacije dovedena je do kraja i sapun se može koristiti odmah nakon sušenja. Pri ovom postupku također se preporučuje korištenje suviška masti. Pri toplome postupku eterična ulja, koja se dodaju radi mirisa, se dolijevaju u već gotov sapun pa ne reagiraju s lužinom i time miris eteričnih ulja ostaje postojan, što nije slučaj s hladnim postupkom. Međutim, kod hladnog postupka se svojstva baznih ulja bolje sačuvaju zbog nižih temperatura.<sup>1,2</sup>

#### 1.2.5. Industrijska proizvodnja sapuna

Kako bi se izbjegle dugotrajne operacije i povećani troškovi, uobičajeni šaržni procesi dobivanja sapuna, postupno su zamijenjeni raznim varijacijama kontinuiranih procesa. Svaki od kontinuiranih procesa sastoji se od nekoliko glavnih operacija. Prije svega biraju se sirovine za dobivanje sapuna čiji izbor ovisi o troškovima, odredbama o zaštiti okoliša, svojstvima proizvoda koji se se želi postići, dostupnosti proizvoda i njihovoj kompatibilnosti. Zatim se provodi proces saponifikacije dovođenjem određenih količina sirovina u reaktor, njihovim zagrijavanjem i miješanjem. Sljedeća operacija je izdvajanje glicerola dodavanjem soli. Nastaju dva sloja, donji u kojem se nalazi visok udio slane vode, glicerol i mali udio sapuna i gornji u kojem se nalazi većina sapuna. Isto se može

postići u statičkom separatoru. Glicerol se odvaja za daljnu obradu kao vrijedan nusprodukt, a sapun koji i dalje sadrži mali udio glicerola pročišćava se dodavanjem natrijeve lužine. Sapun i lužina se razdvajaju, gdje se ona ponovno koristi u procesu, a mali udio zaostale lužine neutralizira se slabom kiselinom ili uklanja pomoću centrifuge. Odvojeni sapun i dalje sadrži vodu koja se uklanja sušenjem. Potom se sapunu dodaju aditivi, mirisi i boje, a nakon toga se reže i pakira kao gotov proizvod za skladištenje, a zatim i prodaju.<sup>7</sup>

## 2. EKSPERIMENTALNI DIO

### 2.1. Materijali

Sirovine korištene za pripravu sapuna su ricinusovo (Fagron Hrvatska d.o.o.), palmino (Zvijezda) i kokosovo ulje (PrimaVita), slika 10. Korištene su i granule natrijeva hidroksida koje otopljene u vodi daju natrijevu lužinu te glicerol, saharoza (Franck šećer u prahu i Premijer kristal šećer) i etanol (96 %, Gram-Mol d.o.o.) za postizanje prozirnosti. Dekorativna i mirisna komponenta su bili cvjetovi smilja.



Slika 10. Ulja korištena pri sintezi sapuna

### 2.2. Metoda rada

#### 2.2.1. Analiza sirovina

Osnovni parametri kvalitete sirovina određeni su provedbom sljedećih analiza :

- određivanje kiselinskog broj
- određivanje peroksidnog broja
- određivanje saponifikacijskog broja.

##### 2.2.1.1. Određivanje kiselinskog broja

Pod kiselinskim brojem podrazumijeva se broj miligrama kalijevog hidroksida potreban za neutralizaciju 1 g ispitivanog uzorka ulja, odnosno slobodnih masnih kiselina prisutnih u 1 g uzorka. Određivanje se izvodilo titracijom uzorka s otopinom kalijevog hidroksida.

**Reagensi:**

- alkoholna otopina kalijevog hidroksida, koncentracije  $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$
- fenolftalein

**Pribor:**

- Erlenmeyerova tikvica s brušenim grlom i čepom od 250 mL
- analitička vaga
- bireta

**Postupak:**

U Erlenmeyerovu tikvicu izvagano je 10 g uzorka ulja te je dodano 50 mL prethodno neutraliziranog etilnog alkohola. Neutralizacija etanola je obavljena s  $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$  KOH uz fenolftalein do pojave prvog ružičastog obojenja. Kad je uzorak otopljen u etanolu titriran je s  $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$  KOH poznatog faktora uz indikator fenolftalein. Vršena su dva paralelna određivanja, a rezultat je prikazan kao srednja vrijednost tih dvaju paralelnih određivanja.

**Izračun:**

$$KB = \frac{5,6104 \cdot a \cdot f}{O} \text{ mgKOH/1g}$$

$a$  - utrošak  $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$  KOH / mL

$f$  - faktor  $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$  KOH

$O$  - odvaga uzorka / g

5,6104 - broj miligrama KOH sadržanih u 1 mL  $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$  alkoholne otopine

**2.2.1.2. Određivanje peroksidnog broja**

Peroksidni broj mjerilo je sadržaja reaktivnog kisika u masti, a izražava se u milimolima peroksida ili milimolima kisika na 1000 g masti.

**Reagensi:**

- smjesa ledene octene kiseline i kloroforma (3:2)
- zasićena otopina KI
- $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$  otopina  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- škrob

**Pribor:**

- Erlenmeyerova tikvica s brušenim grlom i čepom od 250 mL
- analitička vaga
- menzura
- bireta

**Postupak:**

U Erlenmeyerovu tikvicu izvagano je 5 g uzorka ulja i otopljeno u 50 mL smjese ledene octene kiseline i kloroforma (3:2). Otopini je zatim dodano 1 mL zasićene otopine KI (13 g KI u 10 mL vode). Nakon 1 minute dodano je 100 mL vode uz škrob kao indikator. Otopina je titrirana s  $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$  otopinom  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  uz snažno mućkanje do obezbojenja.

**Izračun:**

$$PB = \frac{(a - b) \cdot c \cdot f}{O} \cdot 1000$$

$a$  - utrošak  $0,1 \text{ mol dm}^{-3} \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  za uzorak / mL

$b$  - utrošak  $0,1 \text{ mol dm}^{-3} \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  za slijepu probu / mL

$c$  - koncentracija otopine  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  /  $\text{mol dm}^{-3}$

$f$  - faktor  $0,1 \text{ mol dm}^{-3} \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

$O$  - odvaga uzorka / g

**2.2.1.3. Određivanje saponifikacijskog broja**

Saponifikacijski broj ili broj osapunjenja podrazumijeva broj miligrama kalijevog hidroksida potrebnog za vezanje slobodne i kao ester ili anhidrid vezane kiseline u 1 g uzorka masti ili ulja.

**Reagensi:**

- alkoholna otopina  $0,5 \text{ mol dm}^{-3} \text{ KOH}$
- fenolftalein
- $0,5 \text{ mol dm}^{-3} \text{ HCl}$

**Pribor:**

- Erlenmeyerova tikvica s brušenim grlom i čepom od 250 mL



- analitička vaga
- bireta
- vodena kupelj
- povratno hladilo

### Postupak:

U Erlenmeyerovu tikvicu izvagano je 2 g uzorka ulja i zatim dodano 25 mL alkoholne otopine  $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$  KOH. Saponifikacija je izvršena kuhanjem uz povratno hladilo oko pola sata. Zagrijavanje se vrši oprezno na vodenoj kupelji ili preko mrežice na kuhlalu tako da reakcijska smjesa polagano ključa. Nakon završetka saponifikacije smjesa postane potpuno bistra. Zatim je otopini dodano par kapi fenolftaleina i na vruće je titriran višak lužine s  $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$  kloridnom kiselinom do nestanka crvenog obojenja. Vršena su dva paralelna određivanja i slijepa proba. Slijepa proba je napravljena uz iste uvjete da bi se ustanovio utrošak  $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$  HCl za 25 mL dodane alkoholne otopine KOH.

### Izračun:

$$SB = \frac{28,052 \cdot (a - b) \cdot f}{O} \text{ mgKOH/1mg}$$

$a$  - utrošak  $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$  HCl za slijepu probu / mL

$b$  - utrošak  $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$  HCl za uzorak / mL

$f$  - faktor  $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$  HCl

$O$  - odvaga uzorka / g

28,052 = broj miligrama KOH sadržanih u 1 mL  $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$  alkoholne otopine kalijeve lužine

### 2.2.2. Izrada kalkulatora za izračunavanje potrebne količine alkalijske pomoću programa Microsoft Excell

Pomoću prethodno određenih vrijednosti saponifikacijskih brojeva izračunate su potrebne količine NaOH na 1 g ulja. Zatim je iz vrijednosti tih omjera i masa pojedinih ulja izračunata potrebna količina NaOH (zasebno i ukupno), a potom i ukupna količina vode. Da bi se pojednostavio proračun, korištena je tablica napravljena u programu Microsoft Excel (slika 11). Dovoljno je upisati formulu za izračun samo jedne komponente kako bi program zapamtio naredbu i sve sljedeće računao po uzoru na

prethodnu. Isto tako, mijenjanjem početnih vrijednosti automatski dobivamo nove vrijednosti izračunatih komponenti.

<b>Ukupna masa ulja = 90 g</b>				
<b>Superfat= 5%</b>				
<b>ULJE</b>	<b>SAP broj</b>	<b>g NaOH / 1 g ulja</b>	<b>m ulja / g</b>	<b>w NaOH / g</b>
Ricinusovo	185,1	0,132	30,00	3,76
Palmino	204,6	0,146	30,00	4,16
Kokosovo	249,2	0,178	30,00	5,07
		<b>Ukupna količina NaOH/ g</b>		<b>13,00</b>
		<b>Ukupna količina H2O/ g</b>		<b>25,99</b>

Slika 11. Kalkulator za izračunavanje potrebne količine alkalija u programu Microsoft Excel

### 2.2.3. Sinteza sapuna

U reakcijsku posudu opskrbljenu miješalom, lijevkom za dokapavanje, termometrom i povratnim hladilom ulivena je smjesa ulja (slika 12). Kad se ulje u posudi zagrijalo na 80 °C, dodana je određena količina natrijeve lužine pripravljene otapanjem natrijevog hidroksida u vodi. Lužina je dodavana postupno preko lijevka za dokapavanje. Reakcija se vodila 120 minuta tijekom kojih je etanol dodavan u obrocima. Nakon završetka reakcije saponifikacije, reakcijska smjesa je otopljena u etanolu uz miješanje te su dodani glicerol i otopina saharoze (tablica 1). Nakon još 30 minuta miješanja, reakcijska smjesa izlivena je u kalupe (slika 12) i ostavljena na sušenje nekoliko tjedana.

Tablica 1. Količine dodanih sastojaka pri sintezi sapuna

	<b>Sapun #1</b>	<b>Sapun #2</b>
<b>Glicerol / mL</b>	14	14
<b>Saharoza + voda / g + mL</b>	23 (u prahu) + 30	23 (kristal) + 25
<b>Etanol (reakcija saponifikacije) / mL</b>	65	35
<b>Etanol (otapanje smjese) / mL</b>	30	10
<b>Ukupno etanola / ml</b>	95	45



Slika 12. Aparatura za pripravu sapuna i kalupi s izlivenom sapunskom smjesom

#### 2.2.4. Analiza produkta

Pri analizi oba produkta određeni su sljedeći parametri:

- sadržaj ukupnih alkalija
- sadržaj ukupnih masnih kiselina
- pH vrijednost
- moć pjenjenja.

##### 2.2.4.1. Određivanje sadržaja ukupnih alkalija

Ukupne alkalije predstavljaju zbroj alkalnih baza (alkalne baze vezane s masnim i terpenskim kiselinama u sapun, slobodni alkalni metalni hidroksidi, karbonati ili silikati) koje se mogu titrirati u uvjetima ispitivanja.

##### **Reagensi:**

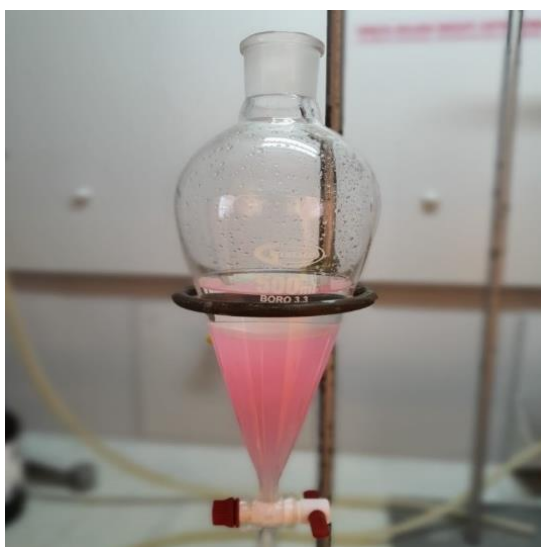
- petroleter
- etanol
- sumporna kiselina
- otopina natrijevog hidroksida
- metiloranž

**Pribor:**

- Erlenmeyerova tikvica s brušenim grlom i čepom od 250 mL
- čaša od 250 mL
- lijevak za odjeljivanje od 500 mL
- menzura
- analitička vaga
- bireta

**Postupak:**

U čaši je izvagano 5 g uzorka sapuna i otopljeno u 100 mL vruće destilirane vode. Otopina je izlivena u Erlenmeyerovu tikvicu, a čaša dodatno isprana s malom količinom vruće destilirane vode. Dodano je nekoliko kapi otopine metiloranža i zatim je iz birete uz miješanje dodana sumporna kiselina sve do promjene boje. Nakon promjene boje dodano je još 5 mL sumporne kiseline. Zabilježen je ukupni volumen dodane kiseline. Sadržaj je ohlađen i zatim dodan u lijevak za odjeljivanje u koji je nakon hlađenja dodano i 100 mL petroletera te je provedena ekstrakcija. Lijevak je začepljen i oprezno okrenut pri čemu je čep držan pritisnutim. Otvoren je pipac na lijevku kako bi se izjednačio tlak. Sadržaj lijevka je protresen i ponovno je izjednačen tlak. Postupak je ponavljen nekoliko puta. Lijevak je zatim ostavljen da miruje pri čemu su se formirala dva sloja (slika 13). Vodeni sloj je ispušten u praznu tikvicu. Postupak je ponavljen još dva puta, a svaki put u vodeni sloj ponovno je dodano 50 mL petroletera. Sjedinjena su sva tri vodena sloja u jednu tikvicu i sva tri petroleterska sloja u drugu. Sakupljeni vodeni sloj koji sadrži smjesu kiselina titriran je s otopinom natrijevog hidroksida uz metiloranž kao indikator.<sup>8</sup>



Slika 13. Lijevak za odjeljivanje s vodenom i petroleterskom fazom

**Izračun:**

Ukupni sadržaj alkalija izražen je kao maseni postotak i to kao natrijev hidroksid za natrijeve sapune:

$$\% \text{ alkalija} = 0,040 \times (V_0 T_0 - V_1 T_1) \cdot \frac{100}{m}$$

$m$  - masa ispitnog uzorka /g

$V_0$  - volumen standardne otopine  $\text{H}_2\text{SO}_4$  / ml

$V_1$  - volumen standardne otopine  $\text{NaOH}$  / ml

$T_0$  - točan molalitet standardne volumetrijske otopine  $\text{H}_2\text{SO}_4$  / mol  $\text{dm}^{-3}$

$T_1$  - točan molalitet standardne volumetrijske otopine  $\text{NaOH}$  / mol  $\text{dm}^{-3}$

Ukupan sadržaj alkalija može također biti izražen u molovima po gramu pomoću formule:

$$\text{ukupan sadržaj alkalija} = \frac{V_0 T_0 - V_1 T_1}{m}$$

**2.2.4.2. Određivanje sadržaja ukupnih masnih kiselina**

Ukupna masna tvar je masna tvar netopljiva u vodi dobivena razgradnjom sapuna mineralnom kiselinom pod određenim uvjetima. Ukupne masne tvari uključuju masne kiseline te nesaponificiranu tvar, gliceride i bilo koju terpensku kiselinu sadržanu u sapunu.

**Reagensi:**

- petroleter
- etanol
- etanolna otopina kalijevog hidroksida
- fenolftalein
- aceton

**Pribor i aparatura:**

- Erlenmeyerova tikvica s brušenim grlom i čepom od 250 mL
- lijevak za odjeljivanje od 500 mL
- filter papir
- analitička vaga
- vodena kupelj

- bireta
- sušionik

### Postupak:

Odjeljene petroleterске фракције пребачене су у извагану тиквицу равног дна, уз филтрирање кроз извагани сухи филтер папир. Лиевак и филтер папир испрани су малом количином петролетера која је затим додана у тиквицу равног дна. Петролетер је готово потпуно испарен на воденој купелји. Остатак је отопљен у 20 mL неутрализованог етанола (неутрализација с KOH до слабо руџицасте боје), додано је неколико капи фенолфталеина и титран је садржај тикvice с етанолном отопином калијевог хидроксида до сталне руџицасте боје (слика 14). Забилежен је употребљени волумен. Етанолна отопина је затим испарена на воденој купелји, а када је испараванје било скоро при крају тиквица је окренута тако да се натријев сапун распореди у танком слоју по стijenkama и дну тикvice. Калијев сапун сушен је у тиквици додатком ацетона и испараванјем ацетона на воденој купелји. Тиквица је затим загријавана до сталне масе у сушонику при  $103 \pm 2^\circ\text{C}$ . Тиквица је охлађена у ексикатору и затим извагана.<sup>8</sup>



Slika 14. Uzorci nakon titracije s KOH

### Izračun:

$$\text{saдржај ukupne masne tvari} = [m_1 - (V \cdot c \cdot 0,038)] \cdot \frac{100}{m_o}$$

$m_o$  - masa ispitnog uzorka / g

$m_1$  - masa osušenog kalijevog sapuna / g

$V$  - volumen standardne volumetrijske etanolne otopine KOH / ml

$c$  - koncentracija standardne volumetrijske etanolne otopine KOH / mol dm<sup>-3</sup>

#### 2.2.4.3. Određivanje pH vrijednosti

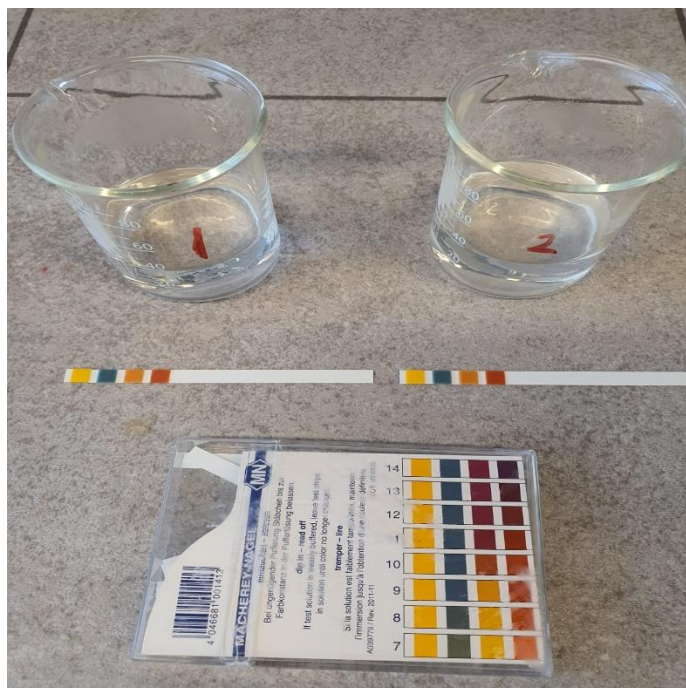
Određivanje pH vrijednosti sapuna provedeno je pomoću pH papira marke „Macherey - Nagel” .

#### Pribor:

- pH papir marke „Macherey - Nagel”
- čaša

#### Postupak:

U čašu od 250 mL izvagano je 5 g uzorka sapuna, dodano je 200 mL destilirane vode kako bi se uzorak otopio. Papir za mjerenje pH vrijednosti uronjen je u otopinu i zatim je očitana pH vrijednost (slika 15).



Slika 15. Mjerenje pH vrijednosti pH papirom marke „Macherey-Nagel

#### 2.2.4.4. Određivanje moći pjenjenja

Moć pjenjenja jedno je od svojstava površinski aktivnih tvari, a karakterizirana je volumenom pjene koja se dobije pod specifičnim eksperimentalnim uvjetima.

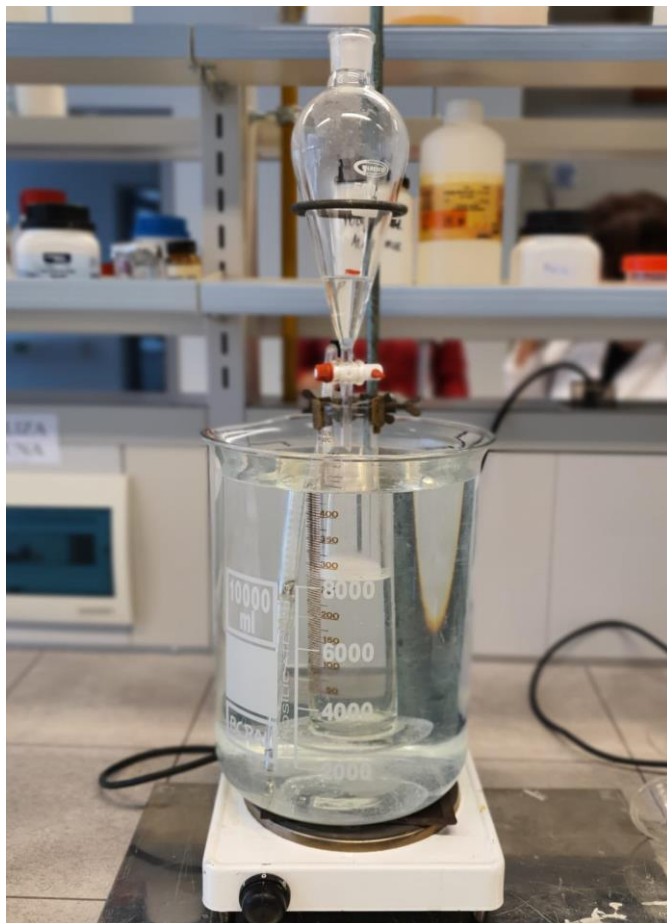


**Pribor:**

- lijevak za odjeljivanje
- menzura
- stativ

**Postupak:**

Pripremljena je razrijeđena otopina sapuna. Uzorak sapuna i vodena kupelj termostahirani su na  $50 \pm 2$  °C. Dio uzorka je izliven u menzuru uronjenu u kupelj, a dio je uliven u lijevak za odjeljivanje bez stvaranja pjene (slika 16). Iz lijevka za odjeljivanje uzorak je s visine 450 mm pušten slobodnim padom u menzuru. Tijekom puštanja pojavila se pjena čiji je volumen očitao pomoću oznaka na menzuri. Vršila su se tri mjerenja u vremenskim intervalima od 30 sec, 3 min i 5 min. Mjerenja su ponovljena dva puta i kao rezultat je uzeta njihova aritmetička sredina.<sup>9</sup>



Slika 16. Aparatura za određivanje moći pjenjenja



### 3. REZULTATI

#### 3.1. Analiza sirovina

Uljima koja su korištena kao sirovine za pripravu sapuna određen je kiselinski, peroksidni i saponifikacijski broj, čije su vrijednosti prikazane u tablicama 2-4.

Tablica 2. Kiselinski broj ulja

<i>Vrsta ulja</i>	<i>1. mjerenje</i>	<i>2. mjerenje</i>	<i>KB<sub>sr</sub> / mg KOH/ 1 g ulja</i>
Ricinusovo	0,49	0,44	0,47
Palmino	0,17	0,21	0,19
Kokosovo	0,11	0,11	0,11

Tablica 3. Peroksidni broj ulja

<i>Vrsta ulja</i>	<i>1. mjerenje</i>	<i>2. mjerenje</i>	<i>PB<sub>sr</sub> / mmol O<sub>2</sub> / kg</i>
Ricinusovo	3,89	2,98	3,44
Palmino	3,99	3,77	3,58
Kokosovo	1,37	1,52	1,45

Tablica 4. Saponifikacijski broj ulja

<i>Vrsta ulja</i>	<i>1. mjerenje</i>	<i>2. mjerenje</i>	<i>SB<sub>sr</sub> / mg KOH/ 1 g ulja</i>
Ricinusovo	186,5	183,6	185,1
Palmino	205,6	203,6	204,6
Kokosovo	251,7	246,7	249,2

### 3.2. Sinteza sapuna

Pomoću programa Microsoft Excell izrađen je kalkulator za računanje potrebnih količina kemikalija za sintezu sapuna, što je prikazano u tablicama 5 i 6.

Tablica 5. Određivanje količine kemikalija za sintezu sapuna #1

<i>Sapun #1</i>					
<i>Vrsta ulja</i>	<i>SB</i>	<i>m(ulja)/g</i>	<i>gNaOH/1g ulja</i>	<i>m(NaOH)/g</i>	
Ricinusovo	185,1	30,43	0,132	3,82	
Palmino	204,6	30,68	0,146	4,26	
Kokosovo	249,2	30,47	0,178	5,15	
<i>Ukupna masa ulja</i>		91,58	<i>Ukupna masa NaOH/g</i>	13,22	
				<i>Ukupna masa H<sub>2</sub>O/g</i>	26,45

Tablica 6. Određivanje količine kemikalija za sintezu sapuna #2

<i>Sapun #2</i>					
<i>Vrsta ulja</i>	<i>SB</i>	<i>m(ulja)/g</i>	<i>gNaOH/1g ulja</i>	<i>m(NaOH)/g</i>	
Ricinusovo	185,1	30,10	0,132	3,73	
Palmino	204,6	30,49	0,146	4,23	
Kokosovo	249,2	30,24	0,178	5,11	
<i>Ukupna masa ulja</i>		90,83	<i>Ukupna masa NaOH/g</i>	13,12	
				<i>Ukupna masa H<sub>2</sub>O/g</i>	26,23

### 3.3. Analiza produkta

Dobivenim sapunima određen je sadržaj ukupnih alkalija i masnih kiselina, pH vrijednost te moć pjenjenja (tablice 7-9).

Tablica 7. Sadržaj ukupnih alkalija i masnih kiselina u dobivenim sapunima

	<i>alkalije / %</i>	<i>ukupne masne tvari / %</i>
<i>Sapun #1</i>	0,38	56,02
<i>Sapun #2</i>	0,22	72,47

Tablica 8. pH vrijednosti dobivenih sapuna

	<i>pH vrijednost</i>
<i>Sapun #1</i>	9
<i>Sapun #2</i>	9

Tablica 9. Moć pjenjenja dobivenih sapuna i komercijalnog sapuna

	<i>30 sec / mL pjene</i>	<i>3 min / mL pjene</i>	<i>5 min / mL pjene</i>
<i>Sapun #1</i>	77,5	47,5	27,5
<i>Sapun #2</i>	85,0	52,5	35,0
<i>Komercijalni sapun</i>	73,8	67,3	47,5

#### 4. RASPRAVA

Sapuni su dio naše svakodnevnice još odavno, a koriste se za pranje, održavanje higijene i u raznim industrijama. Danas im je cijena vrlo pristupačna, ali sadrže velik broj sintetskih dodataka kako bi im se povećala primjena i postojanost. Dodaci poput deterdženata, omekšivača, ovlaživača, spojeva za pjenjenje, emulgiranje, dezodoriranje, sintetskih konzervanasa, mirisa i boja predstavljaju dermatološki i ekološki problem (toksičnost za vode, biorazgradljivost, bioakumulacija)<sup>10</sup>. Ljudi su postali svjesniji negativnog utjecaja na zdravlje i okoliš te je porasla potražnja za sapunima kućne izrade bez sintetskih dodataka.

U ovom radu provedena je sinteza sapuna toplim postupkom iz ricinusovog, palminog i kokosovog ulja. Cilj rada bio je sintetizirati proziran sapun isključivo iz biljnih ulja, ispitati utjecaj dodanih komponenata na prozirnost sapuna te usporediti njegovu moć pjenjenja s moći pjenjenja komercijalnog sapuna.

Kako bi se dobio uvid u kakvoću sirovine eksperimentalno su određeni kiselinski broj, peroksidni broj i saponifikacijski broj za sva ulja, čije vrijednosti su prikazane u tablicama 2-4. Rezultati su izraženi kao srednja vrijednost dvaju paralelnih mjerenja. Najveću vrijednost kiselinskog broja ima ricinusovo ulje i iznosi 0,47 mg KOH/g ulja, a peroksidnog broja palmino ulje što je 3,58 mmol O<sub>2</sub>/kg ulja. Svježa ulja imaju kiselinski broj do 2,0 mg KOH/g ulja. Dopuštena vrijednost peroksidnog broja za rafinirana ulja je do 5 mmol O<sub>2</sub>/kg ulja, a za hladno prešana do 7 mmol O<sub>2</sub>/kg ulja.<sup>11</sup> Iz navedenih podataka možemo zaključiti da su sva korištena ulja svježa i vrlo dobre kvalitete. Saponifikacijski broj mjera je prosječne molekulske mase masnih kiselina u uzorku i obrnuto je proporcionalan prosječnoj molekulskoj masi masnih kiselina ili duljini njihovog lanca. Dobivene vrijednosti saponifikacijskih brojeva ispitivanih uzoraka unutar su granica propisanih Pravilnikom o jestivim uljima i mastima (NN 11/19).<sup>11</sup>

Procesom saponifikacije sintetizirani su sapuni prikazani na slikama 17 i 18.



Slika 17. Sapuni #1



Slika 18. Sapuni #2

U obje sinteze sapuni su pripremljeni po istoj recepturi s razlikom u količini i vremenu dodavanja etanola te obliku dodanog šećera, saharoze (u prahu ili kristal). Omjeri ulja u smjesama su jednaki. Aparatura i reakcijski uvjeti procesa saponifikacije opisani su u poglavlju 2.2.3. Sinteza sapuna. U prvoj sintezi reakcija je vođena 120 minuta tijekom kojih je etanol dodavan u 3 obroka. Nakon završetka reakcije saponifikacije, smjesa je otopljena u novoj količini etanola (1/3) i dodan je glicerol. Za pola sata dodana je druga trećina etanola i otopina šećera u prahu. Nakon još 10 minuta, dodana je zadnja trećina etanola. Smjesa je ostavljena uz miješanje još pola sata. Kod pripreve drugog uzorka sapuna, sav je etanol dodan kroz prvih sat vremena. Nakon 120 minuta, smjesa je otopljena u ukupnoj količini etanola uz dodatak glicerola, a za pola sata i otopine kristal šećera. Smjesa je također ostavljena na miješanje 30 minuta. Količina alkohola koja se dodaje tijekom reakcije saponifikacije unaprijed je određena. Pri prvoj sintezi, dodatkom lužine, smjesa se zgusnula i bilo je potrebno dodati više od predviđene količine etanola kako bi se mogla miješati. Pri drugoj sintezi, etanol je dodan u kraćem periodu i smjesu je bilo moguće normalno miješati. Otapanje smjese u etanolu provedeno je postupno

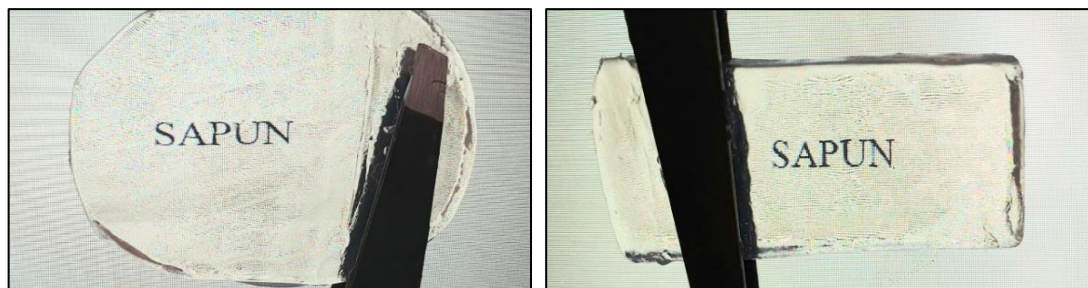
(sinteza 1) i dodana je veća količina etanola što je kasnije rezultiralo dužim vremenom skrućivanja sapuna. U sintezi 2, nije bilo prethodnog povećanja količine etanola i smjesa je odmah otopljena u ukupnoj (manjoj) količini etanola. U gotovom sapunu #1 pojavili su se mjehurići što može biti uzrokovano zaostalim etanolom. Pri pripravi sapuna #2 korištena je otopina kristal šećera. Sapun #2 imao je bolju prozirnost i homogenu strukturu bez mjehurića.

Gotovim sapunima određen je sadržaj ukupnih alkalija, ukupnih masnih kiselina, pH vrijednosti i moći pjenjenja. Vrijednosti sadržaja ukupnih alkalija i ukupnih masnih nalaze se u tablici 7. Vrijednost sadržaja ukupnih alkalija za sapun #1 iznosi 0,38 % i nešto je viša u odnosu na sapun #2 (0,22 %), dok je sadržaj ukupnih masnih kiselina veći kod sapuna #2 i iznosi 56,02 %.

Proces saponifikacije nije završen samom sintezom sapuna. Sušenje i sazrijevanje sapuna jako je bitno i trebalo bi trajati najmanje dva tjedna, a prije upotrebe potrebno je odrediti pH vrijednost sapuna koja mora biti niža od 10. pH vrijednost mjerena je jednostavnom metodom pomoću univerzalnog indikatorskog papira. U tablici 8 prikazane su pH vrijednosti iz kojih je vidljivo da su sapuni prikladni za upotrebu nakon nekoliko tjedana sušenja.

Moć pjenjenja sapuna određena je mjerenjem volumena pjene koja nastane pod određenim eksperimentalnim uvjetima, a podaci su prikazani u tablici 9. Nađeno je da oba sapuna imaju moć stvaranja pjene sličnu kao komercijalni sapun, ali lošiju sposobnost zadržavanja pjene. Sapun #2 ima bolje rezultate u odnosu na sapun #1. Moć pjenjenja sapuna ovakve izrade je manja od one komercijalnog sapuna zbog toga što ne sadržavaju razne sintetske dodatke koji poboljšavaju ovo svojstvo.

Sintetizirani sapuni po definiciji odgovaraju prozirnim sapunima jer se kroz komad sapuna debljine 6,35 mm može pročitati tekst fonta Times New Roman veličine 14 točaka (slika 19).



Slika 19. Provjera prozirnosti sapuna #1 i sapuna #2

## 5. ZAKLJUČAK

- Za sintezu prozirnog sapuna korištena su tri različita ulja: ricinusovo, palmino i kokosovo ulje. Na temelju vrijednosti kiselinskog i peroksidnog broja zaključeno je da su sva korištena ulja svježija i vrlo kvalitetna.
- U postupku sinteze sapuna udjeli pojedinih ulja nisu se mijenjali. U prvoj sintezi korištena je otopina šećera u prahu, dok je u drugoj korištena otopina kristal šećera.
- Sapun #1 ima nešto veći sadržaj ukupnih alkalija u odnosu na sapun #2, dok je sadržaj ukupnih masnih kiselina veći kod sapuna #2.
- Moć stvaranja pjene dobivenih sapuna slična je moći pjenjenja komercijalnog sapuna, ali je sposobnost zadržavanja pjene lošija. Sapun #2 ima bolje rezultate u odnosu na sapun #1.
- pH vrijednost sapuna pokazala je da su sapuni prikladni za upotrebu nakon nekoliko tjedana sušenja.
- Dobiveni sapuni su po definiciji prozirni sapuni. Sapun #2 imao je bolju prozirnost.

## 6. LITERATURA

1. Tehnološki procesi organske industrije, Interna skripta za vježbe, IV. Ulja i masti i površinski aktivne tvari, Kemijsko-tehnološki fakultet, str. 1-38.
2. D. Swern, Industrijski proizvodi ulja i masti po Baileyju, Znanje, Zagreb, 1972, str. 1-369, 751-768.
3. K. R. Lange, Surfactants, A Practical Handbook, Hanser Publishers, Munich, 1999, str. 1-32.
4. D. Marijanović, Sapuni u: Tehnička enciklopedija, Svezak 11., JLZ Miroslav Krleža, Zagreb, 1988, str. 701-710.
5. [https://pdfs.semanticscholar.org/33b2/a4b57e3cd78aabdb74231a0624be483e958c.pdf?\\_ga=2.55197035.1915748647.1590343719-549826707.1590343719](https://pdfs.semanticscholar.org/33b2/a4b57e3cd78aabdb74231a0624be483e958c.pdf?_ga=2.55197035.1915748647.1590343719-549826707.1590343719)  
(8.4.2020.)
6. <https://prirodna.hr/Masnoce-u-receptima-prozirnih-sapuna> (16.4.2020.)
7. [http://eacharya.inflibnet.ac.in/data-server/eacharya-documents/55daa452e41301c73a2cb5ac\\_INFIEP\\_208/739/ET/208-739-ET-V1-S1\\_11.pdf](http://eacharya.inflibnet.ac.in/data-server/eacharya-documents/55daa452e41301c73a2cb5ac_INFIEP_208/739/ET/208-739-ET-V1-S1_11.pdf) (20.4.2020.)
8. HRN EN ISO 685:1998 – Analiza sapuna – Analiza sadržaja ukupnih alkalija i ukupnih masnih kiselina
9. HRN EN ISO 696:1998- Površinski aktivne tvari - Mjerenje moći pjenjenja - Modificirana Ross-Miles metoda
10. K. Holmberg, B. Jönsson, B. Kronberg, B. Lindman, Surfactants and polymers in aqueous solution, John Wiley & Sons, Ltd , Göteborg, Lund and Stockholm, 2002, str. 24-32.
11. Pravilnik o jestivim uljima i mastima, Narodne novine 11/19.



## IZVORI SLIKA

Slika 1. <https://repositorij.kemija.unios.hr/islandora/object/kemos%3A208> (7.4.2020.)

Slika 2.

<https://repositorij.kemija.unios.hr/islandora/object/kemos%3A48/datastream/PDF/view>  
(8.4.2020.)

Slika 3. [https://www.topchinasupplier.com/wholesale/Stain-Remover-Liquid-Detergent-Gel-Ball-Laundry-Pods-Detergent-Capsules\\_108424/](https://www.topchinasupplier.com/wholesale/Stain-Remover-Liquid-Detergent-Gel-Ball-Laundry-Pods-Detergent-Capsules_108424/) (10.4.2020.)

<https://www.in-portal.hr/in-portal-news/vijesti/6106/alarmantno-opasne-kemikalije-u-komercijalnim-deterdzentima-koje-truju-vas-i-vasu-obitelj> (10.4.2020.)

Slika 4. <https://repositorij.ktf-split.hr/islandora/object/ktfst%3A376/datastream/PDF/view> (13.4.2020.)

Slika 5. <https://www.cmecorner.com/wp/update-on-hypertriglyceridemia> (14.4.2020.)

Slika 6. <https://net.hr/zena/zdravlje-ljepota/tekuce-zlato-ako-imate-rijetke-obrve-ovo-ulje-je-prava-stvar-za-vas-doslovno-radi-cuda/> (15.4.2020.)

Slika 7. <https://www.krenizdravo.rtl.hr/prehrana/palmino-ulje-nutritivno-bлаго-ili-stetnost-za-zdravlje> (15.4.2020.)

Slika 8. <http://metro-portal.hr/tri-primjene-kokosovog-ulja-za-ljepotu/112278>  
(15.4.2020.)

Slika 9. <https://www.kremica.si/kako-nastane-milo-ali-vse-o-saponifikaciji/> (16.4.2020.)