

ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA

Studie biodegradace čistého P3HB a směsí P3HB a PLA

CONTENT

SHRNUTÍ	3
1. Název studie.....	3
2. Test biodegradace.....	3
2.1. Podmínky testu.....	3
2.2. Měření a analýza.....	3
2.3. Výsledky testu.....	3
ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA	4
1. Název studie.....	4
2. Sponzor.....	4
3. Zkušební zařízení.....	4
4. Účel studie.....	4
5. Testová metoda.....	4
6. Období testu.....	4
7. Testované látky.....	5
7.1. Název.....	5
7.2. Struktura.....	5
7.3. Molekulární vzorec.....	5
7.4. Složení testovaného materiálu.....	5
7.5. Nastavení folií.....	6
7.6. Podmínky skladování.....	6
8. Provedení studie biodegradace.....	6
8.1. Aktivovaný kal.....	6
8.2. Stanovení koncentrace suspendovaných částic aktivovaného kalu.....	6
8.3. Příprava testovacího média.....	6
8.4. Referenční materiál.....	6
8.5. Příprava suspenzí.....	6
8.6. Měřicí zařízení a pracovní postup.....	7
8.7. Podmínky testu.....	7
8.8. Výpočet biodegradability.....	7
8.9. Validity of test.....	7
9. Výsledky.....	8
9.1. Vzhled zkušebních suspenzí na začátku testu.....	8
9.2. Vzhled zkušebních suspenzí na konci testu.....	8
9.3. Výsledky testu.....	9
10. Závěr.....	9
11. Graf biodegradace.....	10

SHRNUTÍ

1. Název studie

Studie biodegradace kyseliny polymléčné (PLA) a kyseliny polyhydroxymásečné (P3HB) provedené na práškovém P3HB a na PLA-P3HB založenými směsmi.

2. Test biodegradace

2.1. Podmínky testu

Koncentrace ThOD* testovaného materiálu	100 mg/l
Koncentrace aktivovaného kalu	500 mg/l (jako suspendované částice)
Testovací objem suspenze	300 ml
Teplota testu	22 °C
Období testu	137 dní

*Teoretická spotřeba kyslíku

2.2. Měření a analýza

Měření biochemické spotřeby kyslíku v uzavřeném respirometru.

2.3. Výsledky testu

Materiál	Biodegradace [%]	Normalizovaná biodegradace [%]
Práškový P3HB (čistý)	88.4	96.3
Fólie směsi obsahující více než 50 % P3HB	88.9	96.8
Fólie směsi obsahující více než 50 % PLA	33.7	33.7
Pozitivní kontrola – mikrokrystalická celulóza	91.8	100

*odráží akumulaci chyby měření při opakovaných měřeních. Referenční materiál byl 100% rozložen dosažením ustálené úrovně (viz degradační graf). Na základě tohoto pozorování byly testované vzorky přepočítány na tento referenční materiál.

ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA

1. Název studie

Studie biodegradace kyseliny polymléčné (PLA) a kyseliny poly-3-hydroxymáselné (P3HB) provedené na práškovém P3HB a na PLA-P3HB založenými směsmi.

2. Sponzor

NAFIGATE Corporation, a.s.

3. Zkušební zařízení

Název	Laboratoř biodegradace bioplastů, Ústav chemie a technologie ochrany životního prostředí Vysoké učení technické v Brně
Adresa	Purkyňova 464/118, 612 00 Brno

4. Účel studie

Tato studie byla provedena k evaluaci biodegradability práškového P3HB a fólií s obsahem více než 50 % P3HB nebo PLA.

5. Testová metoda

Tato studie byla provedena v souladu s ISO 14851:1999 "Stanovení celkové aerobní biologické rozložitelnosti plastových materiálů ve vodním médiu metodou měření spotřeby kyslíku v uzavřeném respirometru".

6. Období testu

Vzorky aktivovaného kalu odebrané v Brněnských vodárnách a kanalizacích, a.s. v Brně-Modřice	6. dubna 2018
Počátek testu	9. dubna 2018
Konec testu	24. srpna 2018
Konec studie	3. září 2018

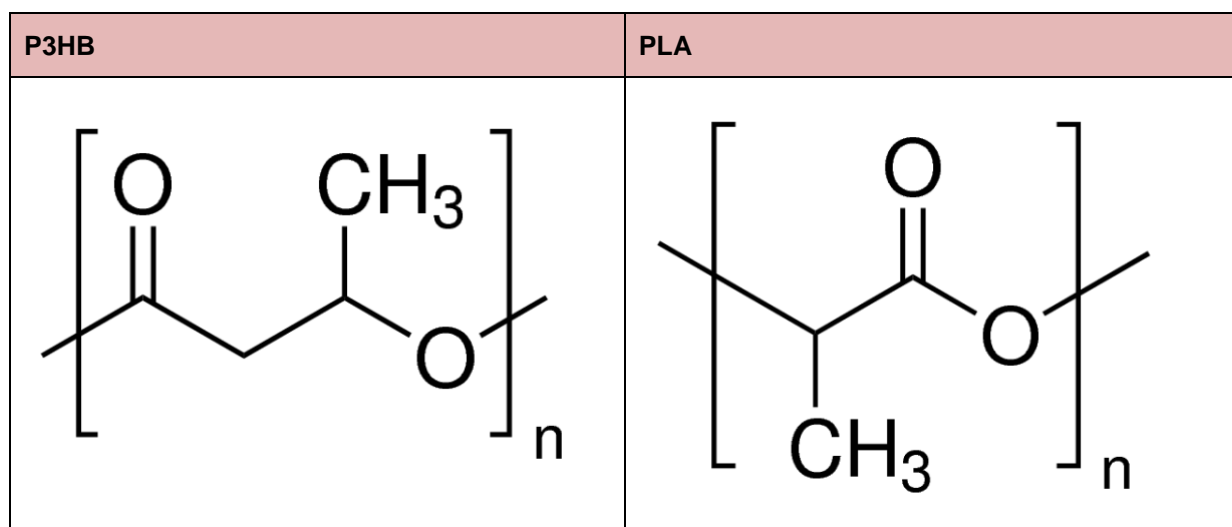
7. Testované látky

P3HB je přírodní látka. PLA je syntetická látka vyrobená z přírodních zdrojů. Obě látky jsou v této studii považovány za biopolymery. V této studii popsané testované látky jsou identifikovány následujícími názvy, strukturami atd.

7.1. Název

Kyselina poly-3-hydroxymáselná, kyselina polymléčná

7.2. Struktura



7.3. Molekulární vzorec

P3HB	$[C_4H_6O_2]_n$
PLA	$[C_3H_4O_2]_n$

7.4. Složení testovaného materiálu

Práškový P3HB	100% P3HB
Směsná folie s více než 50% obsahem P3HB	P3HB, PLA a další aditiva
Směsná folie s více než 50% obsahem PLA	P3HB, PLA a další aditiva

7.5. Nastavení folií

Folie s více než 50% podílem P3HB a folie s více než 50% podílem PLA byly nastříhány na čtverečky o průměru cca 0,5 cm².

7.6. Podmínky skladování

Všechny testované materiály byly skladovány na chladném a tmavém místě při teplotě 22 °C. Práškový P3HB byl skladován v tmavé skleněné láhvi. Obě fólie byly uloženy v uzavřených plastových sáčcích.

8. Provedení studie biodegradace

8.1. Aktivovaný kal

Aktivovaný kal byl odebrán v čistírně odpadních vod Modřice (ekvivalent 513 000 obyvatel) v lahvích PTFE a byl skladován v chladničce při teplotě 4±2°C.

8.2. Stanovení koncentrace suspendovaných částic aktivovaného kalu

Koncentrace suspendovaných částic aktivovaného kalu byla stanovena v souladu s normou ISO 11923: 1997 "Kvalita vody - Stanovení suspendovaných pevných látek filtrací skrze skleněná vlákna". V prvním kroku byly filtry Filpap Z7 (o průměru 55 mm) promyty destilovanou vodou a vysušeny v laboratorní sušárně při teplotě 105 °C po dobu 90 minut. Dva z filtrů byly použity pro filtraci aktivovaného kalu a jeden byl použit pro filtrování destilované vody jako kontrola. Filtry byly vysušeny za stejných podmínek jako předtím a koncentrace suspendovaných částic byla vypočítána z hmotnostního přírůstku. Výsledkem bylo stanovení 6106 mg L⁻¹ suspendovaných částic na 1 litr.

8.3. Příprava testovacího média

Testovací médium bylo připraveno v odměrné baňce podle normy ISO 14851: 1999. V každé zkušební nádobě bylo použito 300 ml tohoto testovacího média.

8.4. Referenční materiál

Mikrokrytalická celulóza (ZVC Dr. Hoffmann, Cítov, ČR).

8.5. Příprava suspenzí

TESTOVACÍ SUSPENZE:

300 ml testovacího média bylo přeneseno do reakční láhve, kam byl přidán aktivovaný kal pro získání koncentrace suspendovaných částic 500 mg/l. Testované materiály byly přidány tak, aby koncentrace ThOD byla 100 mg/l. Láhve byly hermeticky uzavřené. Každý experiment byl proveden dvakrát.

INOCULUM BLANK:

Postup byl stejný jako v případě testovací suspenze, jen nebylo přidána testovaný materiál.

POZITIVNÍ KONTROLA:

Postup byl stejný jako u testovací suspenze, namísto testovaného materiálu však byla přidána mikrokrystalická celulóza. V souladu s ISO 14851: 1999 tento test byl proveden pouze jednou.

8.6. Měřicí zařízení a pracovní postup

Zařízení:

Kyslíková elektroda GMH 3651 od společnosti GHM-Greisinger

Laboratorní třepačka GFL 3005

Pracovní postup:

Testované suspenze byly nasyceny kyslíkem za použití stlačeného vzduchu. Každá láhev byla třepána v laboratorní třepačce, aby se zabránilo usazování aktivovaného kalu. Následující den byl změřen pokles obsahu kyslíku v každé láhvi. Pak byly suspenze opět nasyceny kyslíkem. Procento biodegradace materiálu bylo vypočteno z naměřené spotřeby kyslíku, tj. z poklesu obsahu kyslíku spotřebovaného mikroorganismy.

8.7. Podmínky testu

Teplota	22 °C
Testovací období	137 dní
Rychlost laboratorní třepačky	250 rpm
Rychlost laboratorního mixéru během měření kyslíku	200 rpm

8.8. Výpočet biodegradability

$$\text{degradabilita(\%)} = \frac{BOD - B}{ThOD} \cdot 100$$

kde

BOD znamená biochemickou potřebu testovací kultury

B je biochemická potřeba kyslíku prázdného inokula

ThOD je teoretická potřeba kyslíku potřebná pro kompletní oxidaci testovaných substancí

8.9. Validita testu

Platnost testu byla potvrzena biodegradací mikrokrystalické celulózy 91,8 % po 137 dnech.

9. Výsledky

9.1. Vzhled zkušebních suspenzí na začátku testu

Testovací suspenze	Vzhled
Práškový P3HB (Čirý)	Hnědá suspenze s viditelnými částicemi P3HB
Směsná folie s více než 50% obsahem P3HB	Hnědá suspenze se čtverci fólie
Směsná folie s více než 50% obsahem PLA	Hnědá suspenze se čtverci fólie
Čisté inokulum	Hnědá suspenze
Pozitivní kontrola	Hnědá suspenze s viditelnými částicemi celulózy

9.2. Vzhled zkušebních suspenzí na konci testu

Testovací suspenze	Popis vzhledu
Práškový P3HB (Čirý)	Hnědá suspenze
Směsná folie s více než 50% obsahem P3HB	Hnědá suspenze
Směsná folie s více než 50% obsahem PLA	Hnědá suspenze s viditelnými částicemi fólie
Čisté inokulum	Hnědá suspenze
Pozitivní kontrola	Hnědá suspenze

9.3. Výsledky testu

Materiál	Degradace [%]	Normalizovaná degradace [%]
Práškový P3HB (Čirý)	88.4	96.3
Směsná folie s více než 50% obsahem P3HB	88.9	96.8
Směsná folie s více než 50% obsahem PLA	33.7	33.7
Pozitivní kontrola – mikrokrytalická celulóza	91.8	100

**odráží akumulaci chyby měření při opakovaných měřeních. Referenční materiál byl 100% rozložen dosažením ustálené úrovně (viz degradační graf). Na základě tohoto pozorování byly testované vzorky přepočítány na tento referenční materiál.*

10. Závěr

Test potvrdil biodegradaci folie s majoritním podílem P3HB a práškového P3HB. Rychlost biodegradace těchto materiálů se ukázala jako téměř totožná, přestože folie s většinovým podílem P3HB obsahuje malé množství PLA. Biodegradace folie s většinovým podílem PLA nebyla potvrzena, tento materiál se pouze dezintegruje, přičemž je nutná další analýza suspenze a potvrzení výsledků jinou měřicí metodou.

11. Graf biodegradace

