

UNIVERZITA PARDUBICE

FAKULTA CHEMICKO – TECHNOLOGICKÁ

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

2025

Magdaléna Caletková

Univerzita Pardubice
Fakulta Chemicko – Technologická

Biodegradabilita zemědělských hydrogelů v půdách
Bakalářská práce

Univerzita Pardubice
Fakulta chemicko-technologická
Akademický rok: 2024/2025

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Magdaléna Caletková**
Osobní číslo: **C22065**
Studijní program: **B0531A130025 Chemie**
Téma práce: **Biodegradabilita zemědělských hydrogelů v půdách**
Zadávací katedra: **Katedra anorganické technologie**

Zásady pro vypracování

Důležitým faktorem při používání hydrogelů v zemědělství je jejich stabilita v prostředí půdy. Je žádoucí, aby hydrogely podléhaly rozkladu, nicméně až po uplynutí určité doby, po kterou v půdě fungovaly jako regulátory vlhkosti. Testy, jež charakterizují rozložitelnost hydrogelů v přirozeném prostředí, však nejsou dosud dobře popsány. Výsledkem této bakalářské práce by měl být příspěvek k popisu laboratorní metody, jež bude sloužit pro posouzení biodegradability zemědělských hydrogelů.

- Zpracujte informace z odborné literatury, které se týkají biodegradability polymerních látek se zaměřením na rozklad v prostředí půdy.
- Experimentálně ověřte tzv. "lahvovou metodu" se sledováním množství uvolněného oxidu uhličitého při rozkladu hybridního hydrogelu. Pokuste se o optimalizaci podmínek experimentu.

Rozsah pracovní zprávy:
Rozsah grafických prací:
Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná**

Seznam doporučené literatury:

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Petr Bělina, Ph.D.**
Katedra anorganické technologie

Datum zadání bakalářské práce: **17. února 2025**
Termín odevzdání bakalářské práce: **1. července 2025**

L.S.

prof. Ing. Petr Němec, Ph.D.
děkan

prof. Ing. Petra Šulcová, Ph.D.
vedoucí katedry

V Pardubicích dne 17. února 2025

Prohlašuji:

Práci s názvem Biodegradabilita zemědělských hydrogelů v půdách jsem vypracovala samostatně. Veškeré literární prameny a informace, které jsem v práci využila, jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

Byla jsem seznámena s tím, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, zejména se skutečností, že Univerzita Pardubice má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona, a s tím, že pokud dojde k užití této práce mnou nebo bude poskytnuta licence o užití jinému subjektu, je Univerzita Pardubice oprávněna ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložila, a to podle okolností až do jejich skutečné výše.

Beru na vědomí, že v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, a směrnicí Univerzity Pardubice č. 7/2019 Pravidla pro odevzdávání, zveřejňování a formální úpravu závěrečných prací, ve znění pozdějších dodatků, bude práce zveřejněna prostřednictvím Digitální knihovny Univerzity Pardubice.

V Pardubicích dne 25. 06. 2025

Magdaléna Caletková

PODĚKOVÁNÍ

Ráda bych poděkovala panu Ing. Petru Bělinovi, PhD za jeho vedení a cenné rady při psaní této bakalářské práce. Dále bych chtěla poděkovat paní Olze Erbenové za její pomoc a cenné rady v laboratořích. Také bych chtěla poděkovat své rodině za podporu během celého studia.

Bakalářská práce vznikla za podpory projektu Modernizace praktické výuky a zkvalitnění praktických dovedností v technicky zaměřených studijních programech, reg. číslo CZ.02.2.67/0.0/0.0/16_016/0002458 operačního programu Výzkum, vývoj a vzdělávání. Tento projekt je spolufinancován Evropskou unií.

ANOTACE

Hydrogely jsou polymerní látky schopné zadržovat vodu a díky této vlastnosti se často používají v zemědělství. Jelikož se hydrogely aplikují do přírodního prostředí, tedy do půdy, je důležité vědět, zdali se v půdě rozkládají. Cílem práce bylo otestovat různé varianty laboratorní lahvové metody pro testování biodegradability a určit optimální podmínky pro další opakování těchto testů.

KLÍČOVÁ SLOVA

Hydrogel, hydrogely pro zemědělství, hybridní hydrogel, biodegradabilita

TITLE

Red seems to be a little smaller next to blue and green

ANNOTATION

Hydrogels are polymeric materials able to hold water and because of this property they are often used in agriculture. Because hydrogels are used in natural environment, in soil, it is important to know if they are decomposing in said soil. The goal of this work was to test different variants of bottle method for testing biodegradability and to determine optimal conditions for repeating of these tests.

KEYWORDS

Hydrogel, agricultural hydrogel, hybrid hydrogel, biodegradability

OBSAH

SEZNAM ILUSTRACÍ A TABULEK.....	11
ÚVOD.....	12
1 TEORETICKÁ ČÁST	13
1.1 Hydrogely	13
1.1.1. Dělení hydrogelů.....	13
1.1.2. Využití hydrogelů	14
1.1.2.1. Hydrogely v zemědělství	15
1.1.2.1.1. Zlepšení odolnosti rostlin vůči suchu	15
1.1.2.1.2. Hydrogely jako lokalizované nosiče živin.....	15
1.1.2.1.3. Potah semen hydrogelem	15
1.1.2.1.4. Hydrogely při odbourávání těžkých kovů v půdě.....	16
1.1.3. Způsoby výroby hydrogelů	17
1.1.3.1. Bulk polymerizace	17
1.1.3.2. Radikálová polymerizace.....	17
1.1.3.3. Polymerizace z roztoku.....	17
1.1.3.4. Polymerizace ze suspenze nebo inverzní polymerizace ze suspenze	18
1.1.3.5. Polymerizace pomocí záření	18
1.1.3.6. Roubování na nosič.....	18
1.1.3.7. Fyzikální zesíťování.....	18
1.1.4. Vybrané přípravy konkrétních typů hydrogelů.....	18
1.1.4.1. Příprava polyakrylátového hydrogelu z akrylové kyseliny	18
1.1.4.2. Příprava hydrogelu roubováním na nosič	19
1.1.5. Komerčně používané hydrogely v zemědělství	19
1.1.6. Biodegradabilita.....	20
1.1.6.1. Definice důležitých pojmů.....	20
1.1.6.2. Biodegradace plastů	21

1.1.6.2.1. Mechanismus biodegradace plastů	21
1.1.6.2.2. Faktory ovlivňující biodegradabilitu	21
1.1.6.3. Normované metody určování biodegradability plastů.....	23
1.1.6.3.1. Plasty – Stanovení Úplné Aerobní Biodegradability Materiálu z Plastů v Půdě Měřením Spotřeby Kyslíku v Respirometru nebo Měřením Uvolněného Oxidu Uhličitého	23
1.1.6.3.2. Stanovení Úplné Aerobní Biodegradability za Řízených Podmínek Kompostování – Metoda Stanovení Uvolněného Oxidu Uhličitého – Část 1: Obecná Metoda	24
2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	26
2.1. Posouzení biodegradability	26
2.2. Seznam chemikálií	26
2.3. Použité přístroje	27
2.4. Postup práce	27
2.4.1. Syntéza hydrogelu.....	27
2.4.2. Test bobtnavosti.....	29
2.4.3. Příprava půdy	30
2.4.4. Příprava lahví a nasazení experimentu	30
2.4.5. Stanovení koncentrace uvolněného CO ₂	31
3 VÝSLEDKOVÁ ČÁST	33
3.1. Test bobtnavosti	33
3.2. Vlhkost půdy.....	34
3.3 Test biodegradability	35
3.3.1 Testy biodegradability – skupina 1	35
3.3.2 Testy biodegradability – skupina 2.....	36
3.3.3 Testy biodegradability – Skupina 3	37
3.3.4 Testy biodegradability – skupina 4.....	38
3.3.5 Testy biodegradability – skupina 5.....	40

3.3.6 Shrnutí výsledků	41
ZÁVĚR	42
POUŽITÁ LITERATURA	44

SEZNAM ILUSTRACÍ A TABULEK

Obrázek 1: Dělení Hydrogelů [4]	14
Obrázek 2: Rozložení Experimentu	26
Obrázek 3: Aparatura na syntézu hydrogelu.....	28
Obrázek 4: Schéma syntézy hydrogelu, a) iniciace, b) kopolymerace, c) vznik makroradikálu, d) zesíťování, roubování [9]	29
Obrázek 5: Příprava testu bobtnavosti	29
Obrázek 6: Probíhající test bobtnavosti	30
Obrázek 7: Nabobtnaný hydrogel (Vlevo) oproti suchému (Vpravo)	30
Obrázek 8: Automatický titrátor	32
Obrázek 9: Graf obvyklé titrační křivky	32
Obrázek 10: Množství uvolněného CO ₂ při testu biodegradability – skupina 1	35
Obrázek 11: Množství uvolněného CO ₂ při testu biodegradability – skupina 2	37
Obrázek 12: Množství uvolněného CO ₂ při testu biodegradability – Skupina 3	38
Obrázek 13: Množství uvolněného CO ₂ při testu biodegradability – skupina 4	39
Obrázek 14: Množství uvolněného CO ₂ při testu biodegradability – skupina 5.....	40
Tabulka 1: Komerčně dostupné hydrogely	19
Tabulka 2: Rozložení navážek a lahví	31
Tabulka 3: Bobtnavost hydrogelu 1	33
Tabulka 4: Bobtnavost hydrogelu 2.....	33
Tabulka 5: Bobtnavost hydrogelu 3	34
Tabulka 6: Tabulka pro výpočet vlhkosti půdy	34
Tabulka 7: Množství uvolněného CO ₂ při testu biodegradability skupina 1	35
Tabulka 8: Množství uvolněného CO ₂ při testu biodegradability skupina 2.....	36
Tabulka 9: Množství uvolněného CO ₂ při testu biodegradability skupina 3	38
Tabulka 10: Množství uvolněného CO ₂ při testu biodegradability skupina 4.....	39
Tabulka 11: Množství uvolněného CO ₂ při testu biodegradability skupina 5.....	40

ÚVOD

Hydrogely se využívají v zemědělství zejména k zadržování vody v půdě. V některých případech se mohou využít i pro dodávání živin pěstovaným rostlinám. Díky svým vlastnostem jsou zemědělské hydrogely schopny zadržovat vodu po dlouhou dobu a následně ji pomalu uvolňovat do půdy, což může být výhodné například v místech s nepravidelnými srážkami, nebo nutností pravidelného zavlažování. Problémem v současnosti používaných hydrogelů je jejich následné působení a rozklad v půdě. Z hlediska regulace půdní vláhly se hydrogel nesmí rozložit příliš rychle, aby byl v půdě účinný minimálně po dobu jedné pěstební sezóny, protože rozkladem ztrácí svoje vlastnosti. Z hlediska ochrany životního prostředí a ochrany zemědělské půdy jsou důležité produkty rozkladu, které mohou být v některých případech škodlivé pro půdní prostředí. Naopak, některé typy zemědělských hydrogelů se nerozkládají po velmi dlouhou dobu, přestože již ztratily své původní vlastnosti. Obzvláště plně syntetické hydrogely se velice špatně rozkládají. Proto je snaha v zemědělství přejít k používání hybridních neboli roubovaných hydrogelů, kde část hydrogelu je tvořena přírodní složkou, například škrobem nebo celulórou. Biodegradabilitu nebo přírodní rozklad lze sledovat vícero způsoby. V této práci jsme zvolili jednoduchou lahvovou metodu, která je konstrukčně i chemicky nenáročná a tím pádem je možné ji provádět i v běžné laboratoři. Zatím však není ustálen postup pro tuto metodu, problém nastává zejména u reprodukovatelnosti výsledků. Otázky, které si tato bakalářská práce klade a které se snaží zodpovědět se týkají vybraných parametrů lahvové metody pro posouzení biodegradability, jako jsou navážka vzorku, navážka testovací půdy a objem testovací láhve.

1 TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Hydrogely

Jako hydrogely jsou označovány zesíťované polymery schopné pojmout velké množství vody bez toho, aniž by se rozpustily. Nejčastěji se setkáváme s definicí, že se jedná o zesíťovaný polymer, který bobtná při interakci s vodou a je připraven jednoduchou reakcí jednoho nebo více monomerů. Jiná definice říká, že se jedná o polymerní materiály, které jsou schopné pojmout velké množství vody ve své struktuře bez toho, aby se rozpustily. [1] Schopnost hydrogelů pojímat vodu vychází z přítomnosti hydrofilních skupin na polymerní matici (karboxylové, hydroxylové, amidové atd.) [2]

1.1.1. Dělení hydrogelů

Hydrogely lze dělit podle několika parametrů:

Dělení hydrogelů podle původu:

Hydrogely se dělí podle způsobu získávání, resp. podle původu výchozích látek, na přírodní například na bázi škrobu nebo celulózy a na syntetické, které byly vyrobeny chemickou syntézou například na bázi kyseliny akrylové nebo akrylamidu. [1] Existuje také skupina hydrogelů hybridních neboli semi syntetických, které jsou tvořeny kombinací dvou výše uvedených. [3]

Dělení podle tzv. citlivosti:

Hydrogely mohou být při syntéze modifikovány, aby vykazovaly určité vlastnosti. Například jsou upraveny tak, aby řízeně uvolňovaly vodu nebo další látky pouze v určitém intervalu pH nebo při určité teplotě [1]

Dělení podle způsobu zesíťování:

Hydrogely mohou být rozděleny do dvou kategorií. Chemicky zesíťované, kde se nachází permanentní vazby a fyzikálně zesíťované, které vznikají propletením polymerního řetězce nebo fyzikálními interakcemi jako jsou vodíkové můstky, iontové interakce nebo hydrofobní interakce. [1]

Dělení podle výroby, resp. přípravy:

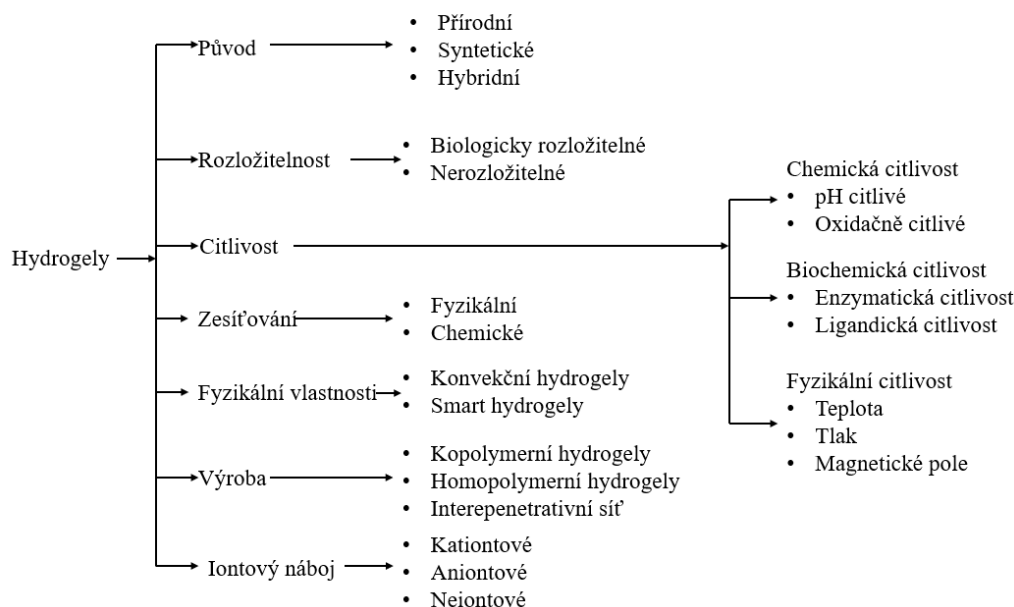
Hydrogely mohou být homopolymerní, pokud jsou vytvořeny pouze z jednoho monomeru. Kopolymerní hydrogely jsou vytvořeny ze dvou a více monomerů a mají různé konfigurace,

například blokovou nebo alternující, popřípadě náhodnou konfiguraci, která se nedrží žádného řádu. Interpenetrativní polymerní hydrogel je vytvořen ze dvou nezávislých zesíťovaných polymerů, ať už syntetických nebo přírodních. [1]

Dělení podle klasifikace:

Hydrogely mohou být děleny na základě fyzikální struktury na amorfni (bez krystalické struktury), semikrystalické (směs krystalické a amorfni fáze) a krystalické. [1]

Další možné dělení hydrogelů je vyobrazeno v Obrázku 1



Obrázek 1: Dělení Hydrogelů [4]

1.1.2. Využití hydrogelů

Hydrogely mají širokou škálu využití v řadě technologických odvětvích. Používají se například v hygienických a kosmetických produktech, zemědělství, při distribuci léčiv, v některých typech těsnění, při odvodňování uhlí, pro výrobu umělého sněhu, v potravinářství jako aditiva, pro biomedicínské aplikace, v tkáňovém inženýrství a regenerativní medicíně, při separaci biomolekul nebo buněk a jako bariérové materiály blokující biologickou adhezi a podobně. [1]

Jak je vidět hydrogely mají široké využití ve velké škále oborů. Hojně jsou hydrogely zkoumány pro použití v zemědělství pro jejich schopnost zadržovat vodu v půdě. Téma zemědělského využití hydrogelů je úzce spojeno s touto bakalářskou prací, protože pojednává o chování hydrogelů v půdě. Hydrogely v zemědělství mají několik možných využití. Nejčastějším využitím je samozřejmě zadržení vláhy a vody v půdě. Dále je lze využít na potah

semínek hydrogelovou vrstvou, pro navázání živin v půdě a pro jejich postupné uvolňování do půdy a podobně. Zajímavým příznivým vedlejším efektem je, že když hydrogel nabobtná při nasátí vody, tak tím kypří půdu. [2,5,6]

1.1.2.1. Hydrogely v zemědělství

Hydrogely zamezují vysychání půdy díky interakci mezi molekulami vody a polymerem. Když půda okolo kořenů začne vysychat, tak se voda navázaná v hydrogelu jednoduchou difúzí uvolní a přejde ke kořenům. Dále aplikace hydrogelů v půdě přispívá k adsorpci živin, zpomaluje jejich rozpouštění a zadržuje je pro postupné uvolňování. Hydrogely také zlepšují některé vlastnosti půdy, jako je pórovitost, textura, prodyšnost atd. Po adsorpci vody granule hydrogelu nabobtnají a tím nakypří půdu. Tímto se do půdy můžou lépe dostat plyny. [5,6]

1.1.2.1.1. Zlepšení odolnosti rostlin vůči suchu

Sucho je jedním z nejvážnějších problémů v zemědělství. Sucho snižuje příjem CO₂ a snižuje růst rostliny. Studie ukazují, že i malá dávka hydrogelu může až zdvojnásobit obsah vody v půdě. Voda v hydrogelu se k rostlinám dostává pomocí difúze, čímž se zvyšuje jejich odolnost vůči suchu. [5] Hydrogely se využívají jako rezervoáry vody v půdě. Zadržení vody je závislé na hydrofilních skupinách (amidové, karboxylové atd.) [6]

1.1.2.1.2. Hydrogely jako lokalizované nosiče živin

Hnojiva s postupným uvolňováním jsou výhodné, protože mohou být navržena tak, aby svým uvolňováním pokrývala celý cyklus růstu rostliny. Tím pádem se snižuje spotřeba hnojiva a množství práce spojené s aplikací hnojiva. Může se jednat o granule hnojiva potažené polymerní vrstvou, což vede k přesné aplikaci chemikálií s minimálním odpadem. Další metodou je bobtnání suchého hydrogelu v roztoku žádaného hnojiva. Množství živin, které hydrogel pojme může být modifikováno. Toto hnojivo je potom difúzí uvolňováno do půdy. Pokud je bobtnání v rovnováze tak i uvolňování hnojiva bude konstantní. Dalším způsobem je přidání kapalného hnojiva do směsi hydrogelu před zesíťováním. U těchto hydrogelů se uvolňování hnojiva odvíjí od biodegradability.[5]

1.1.2.1.3. Potah semen hydrogelem

Potah semen je metoda, kdy jsou semena potažena materiálem (pevným, kapalným nebo disperzním) na povrchu čímž se vytvoří jednolitá vrstva. Potah semen modifikuje fyzikální charakteristiky semen, kontroluje klíčení semen (buďto prodlením nebo urychlením). Také se dá využít jako nosič zemědělských aktivních látek a tím pomáhat klíčení, růstu a ochraně

rostliny. Dále se může zvýšit hmotnost semen což může chránit semena před odvtátím větrem. [7]

1.1.2.1.4. Hydrogely při odbourávání těžkých kovů v půdě

Vysoké množství těžkých kovů v půdě má negativní vliv na rostlinu a vede k jejímu poničení a smrti. Dále těžké kovy ovlivňují přijímání živin (například dusíku, fosforu a draslíku) což vede ke sníženému zemědělskému výtěžku. A v poslední řadě těžké kovy se mohou kumulovat v plodech, což je zdraví nebezpečné. Odstranění těžkých kovů je s hydrogely docíleno hlavně adsorpcí, a to jak chemickou, tak fyzikální. Chemická adsorpce je obecně více stabilní. [6]

1.1.3. Způsoby výroby hydrogelů

Jak už bylo řečeno hydrogely jsou zesít'ované polymery buďto syntetického, přírodního nebo hybridního původu. Zásít'ování hydrofilních skupin se dá docílit mnoha metodami.

1. Spojením polymerních řetězců chemickou reakcí;
2. Použitím ionizujícího záření;
3. Fyzikální interakce jako jsou elektrostatické působení náboje, fyzikální propletení řetězců a vznik krystalitů

V podstatě každá syntéza hydrogelu vyžaduje obecně tři součásti. Tj. monomer, iniciátor polymerace a síťovací činidlo. Hydrogely jsou často tvořeny z polárních sloučenin.

Hydrogely mohou být připravovány různými metodami polymerizace. Jako například blokovou radikálovou, polymerizací z roztoku, polymerizací ze suspenze a inverzní polymerizací ze suspenze, polymerizací pomocí záření, roubováním na nosič a fyzikálním zesít'ováním. [1, 8]

1.1.3.1. Bulk polymerizace

Takto tvořené hydrogely bývají tvořeny jedním nebo více monomery, často obsahující vinylový monomer. Iniciační reakce se provádí zářením (např. UV) nebo chemickou katalýzou. Iniciátor je volen podle monomerů používaných v reakci. Výsledné hydrogely mohou mít různé tvary jako tyčinky, částice, filmy a membrány nebo emulze.[8]

1.1.3.2. Radikálová polymerizace

Jako všechny ostatní radikálové reakce i tato podléhá základním třem stadiím reakce: iniciaci, propagaci a terminaci. Iniciační reakce pomocí volného radikálu se zahajuje různými způsoby od záření po redoxní iniciátory. Nejčastěji používanými monomery jsou akryláty, vinil, laktamy a amidy.[8]

1.1.3.3. Polymerizace z roztoku

Iontové nebo neutrální monomery jsou v tomto případě smíchány se síťovacím činidlem. Iniciační reakce je obvykle provedena termálně, UV zářením nebo redoxním iniciátorem. Hlavní výhodou oproti bulk polymerizaci je to, že rozpouštědlo funguje jako pohlcovač tepla. Vyrobene hydrogely musí být opláchnuty destilovanou vodou, aby se odstranily zbytky iniciátoru, monomerů, oligomerů a jiné nečistoty.[9]

1.1.3.4. Polymerizace ze suspenze nebo inverzní polymerizace ze suspenze

Produkty jsou získány ve formě mikrosfér (kuliček) a není třeba je mlít, což je jednoznačnou výhodou oproti jiným metodám. Pokud se bavíme o inverzní suspenzi znamená to, že je zvolen proces voda v oleji oproti častějšímu olej ve vodě. Monomery a iniciátor jsou dispergovány v nehomogenní uhlovodíkové směsi.[9]

1.1.3.5. Polymerizace pomocí záření

Ionizující vysoko energetické záření jako paprsky gamma a elektronové paprsky se dají využít jako iniciátor na přípravu hydrogelů. Použití záření na vodné roztoky polymeru vytváří radikály u polymerních řetězců. Radiolýza vod také vytváří hydroxylové radikály, které napadají polymerové řetězce, což tvoří makro radikály. Hydrogely tvořené touto metodou jsou čistší, protože neobsahují zbytky iniciátoru což je výhoda oproti chemické iniciaci.[7]

1.1.3.6. Roubování na nosič

Hydrogely tvořeny bulk polymerizací mají často slabou strukturu. Pro zlepšení mechanických vlastností hydrogelu se hydrogel může naroubovat na povrch silnější opory. Často se jedná o radikály kovalentně navázané na oporu.[8]

1.1.3.7. Fyzikální zesíťování

Nejjednodušší způsob zesíťování na tvorbu hydrogelu je vytvoření sítě pomocí fyzikálních interakcí. Jako například vodíkové můstky, hydrofobní asociace atd. [8]

1.1.4. Vybrané přípravy konkrétních typů hydrogelů

Jak už bylo několikrát řečeno hydrogelů existuje mnoho druhů. Proto zde se nacházejí hlavně informace k hydrogelům podobným tomu, který je používán v rámci této práce, tedy hydrogely tvořeny polyakrylátem a hydrogely tvořené částečně škrobem.

1.1.4.1. Příprava polyakrylátového hydrogelu z akrylové kyseliny

Tato metoda je velice podobná první části syntézy hydrogelu popsané v experimentální části této práce. Kyseliny akrylová je umístěna pod atmosféru dusíku a po zahřátí je přidáno síťovací činidlo a směs se ponechá reagovat po několik minut. Poté se do směsi přidá iniciátor (například peroxodisíran draselný) a po zvýšení teploty se směs nechá reagovat cca dvě hodiny. Výsledný hydrogel se opláchně a vysuší.[10]

1.1.4.2. Příprava hydrogelu roubováním na nosič

Škrob může pocházet z mnoha zdrojů například škrob z voskové kukuřice (také použitý v tomto experimentu), bramborový, rýžový nebo obilný. Nejdříve je připravený roztok akrylamidu, do kterého je přimíchána kyselina akrylová. Celá směs je zneutralizována KOH a ohřáta pod atmosférou dusíku. K této směsi je přidán škrob a směs je míchána do vzniku gelu. [11]

1.1.5. Komerčně používané hydrogely v zemědělství

Hydrogely se dnes běžně používají v zemědělství, u nás zejména v zahradnictví. Jsou tedy velmi jednoduché k nalezení na internetu, v zahrádkářských a hobby prodejnách atd. Krátký výčet pár příkladů hydrogelu je uveden v tabulce.

Tabulka 1: Komerčně dostupné hydrogely

Název	Výrobce	Složení	Dostupná váha
Floria Hydrogel [12]	AGRO CS	neuvedeno	200 g
HYDROGEL® [13]	Oslavan	Zesíťovaný polyakrylát draselný	0,5 – 5 kg
Hydrosorb plus [14]	Rašelina Soběslav	neuvedeno	1 kg
Polyakrylát sodný [15]	biomus	Polyakrylát sodný	0,1 – 5 kg

U některých hydrogelů výrobce neuvádí jeho složení. Tato informace ale může být zásadní pro některé zahrádkáře, kteří by chtěli použít například přírodní hydrogel z environmentálního hlediska.

1.1.6. Biodegradabilita

Biodegradabilita je schopnost látek podléhat rozkladu biologickou činností. Jedná se o problematiku moderní doby z důvodu vysoké produkce plastů a jejich nerecyklovatelnosti. Produkce biodegradabilních materiálů se jeví jako řešení problému s plasty. Tato bakalářská práce je zaměřena na biodegradabilitu hydrogelů, které se používají v zemědělství. Tato problematika se dá pojmout z několika hledisek. Z hlediska zemědělského a ekonomického je nepříjemné, pokud se hydrogel rozloží moc rychle. Z hlediska ekologického na druhou stranu je hydrogel plast a pokud se nerozkládá tak způsobuje zatížení a znečištění půdy. Pokud se ale hydrogel rozkládá na látky škodlivé, nebo toxické je jeho použití problematické z hlediska vlivu na půdní prostředí.[3]

1.1.6.1. Definice důležitých pojmů

Degradace je ireversibilní proces, který vede k významné změně struktury materiálu a je typicky charakterizován ztrátou vlastností materiálu (např. integrity, molekulové hmotnosti nebo struktury, mechanické síly) anebo fragmentace. Degradace je ovlivněna enviromentálními podmínkami, děje se přes delší časový úsek a je složena z jednoho nebo více kroků.[16]

Materiál je rozložitelný, pokud ve specifických enviromentálních podmínkách projde degradací do určité míry za určitý čas. [16]

Biodegradabilita je degradace způsobená biologickou aktivitou, hlavně enzymatickou činností, která vede k významné změně v chemické struktuře materiálu.

Kompost je převážně organický půdní materiál zlepšující vlastnosti půdy, je získán biodegradací směsi tvořené převážně ze zbytků rostlin, občasně s jinými organickými materiály, vyznačuje se vysokým obsahem humusu. [16]

Kvalita kompostu je definována relevantními státními nebo evropskými standardy

Kompostovatelnost je vlastnost materiálu se biodegradovat v kompostovacím procesu. Aby materiál mohl být brán jako kompostovatelný musí vykázat schopnost se biodegradovat v kompostovacím systému se standardní metodou. Výsledný produkt musí splňovat relevantní kritéria kvality kompostu. [16]

1.1.6.2. Biodegradace plastů

Koncept biodegradace plastů je považován za nejudržitelnější řešení ke snížení znečišťování prostředí. Tento koncept vedl ke zvýšení v oblasti výzkumu a vývoje typů biodegradabilních plastů, které jsou schopné biodegradace. [17]

1.1.6.2.1. Mechanismus biodegradace plastů

Biodegradace je chemický proces, ve kterém se látky rozpadají pomocí přirozeně se vyskytujících mikroorganismů jako jsou bakterie, houby a řasy, za současné produkce CO₂ a v některých případech methanu jako konečných produktů. Pokud se biodegradace uskutečňuje za přítomnosti kyslíku jedná se o proces aerobní. Pokud se biodegradace uskutečňuje bez přítomnosti kyslíku jedná se proces anaerobní. Biodegradace způsobená mikroorganismy zahrnuje tyto kroky:

- a) přisátí organismu na povrch polymeru;
- b) sekrece enzymů od mikroorganismů, která depolymerizuje polymer na nízkomolekulární složky;
- c) naprostá degradace polymeru. Jakmile se mikroorganismus přisaje na povrch polymeru, začne se množit a spotřebovává uhlík z polymeru, což vede k jeho rozkladu. Naprostá degradace nastává, když mikroorganismy vylučují mimobuněční enzym, který polymer chemicky rozkládá na nízkomolekulární fragmenty, jako jsou oligomery, dimery a monomery.

Rozklad polymeru způsobený mikroorganismy může být probíhat různými mechanismy. Biofyzikální efekt zahrnuje biodegradaci bioplastů jako výsledek růstu buněk, což vede k mechanickému poškození. Biochemický efekt zahrnuje rozklad bioplastu způsobený látkami sekretovanými mikroorganismy. Přímá enzymatická aktivita představuje rozklad bioplastu enzymy, které jsou sekretovány mikroorganismy. [17]

1.1.6.2.2. Faktory ovlivňující biodegradabilitu

Abiotické faktory

Tyto faktory, většinou fyzikálního rázu, které jsou součástí prostředí a ovlivňují biodegradabilitu. Mezi tyto faktory patří vlhkost, pH, teplota a další.

Vlhkost

Vysoká vlhkost katalyzuje biodegradaci plastů. Umožňuje interakci mikroorganismů s molekulami plastů.

pH

Hodnota pH ovlivňuje rychlost hydrolytických reakcí a růst mikroorganismů.

Teplota

Řada materiálů se rozkládá lépe při specifické teplotě. To je způsobeno několika faktory.

Mikrobiální růst a aktivita roste s teplotou. Naproti tomu velmi vysoké teploty snižují aktivitu mikrobů, jelikož vysoké teploty je mohou zabít. Standardní teplotou bývá rozmezí 20–28 °C

Biotické faktory

Tyto faktory souvisí s biologickými složkami, které ovlivňují biodegradaci.

Enzymy

Enzymy jsou biologické látky, které slouží jako katalyzátory chemických a přírodních procesů. Mikrobi (houby a bakterie) často vylučují enzymy, které napomáhají s biodegradací. Bakterie a houby mohou rozkládat látky až na konečné produkty CO₂ a H₂O.

Charakteristiky polymerů

Charakteristiky polymerů jsou esenciální v procesu biodegradace. Nejvíce důležité jsou molekulární hmotnost, polymerní řetězce, aditiva a biosurfaktanty.

Molekulární hmotnost polymeru

Molekuly s vyšší hmotností jsou obecně méně rozpustné což také ničí schopnost hydrolytických reakcí, které podporují aktivitu mikrobů.

Polymerní řetězec

Jedná se vazby mezi monomery a atomy. Čím více jsou tyto vazby v látkách ohebné, tím nižších teplot je potřeba na jejich rozklad a tím jsou více náchylné na napadení mikroorganismy, což zvyšuje biodegradaci.

Aditiva

Jako aditiva se mohou používat přírodní polymerní látky, například celulóza nebo škrob. Přidání těchto látek má pozitivní vliv na biodegradaci.

Biosurfaktanty

Mikroorganismy syntetizují tyto látky, aby jim pomohli s rozkladem hydrofobních látek, například plastů. Přidání biosurfaktantů může urychlit biodegradaci. [17]

1.1.6.3. Normované metody určování biodegradability plastů

Konkrétně biodegradace plastů je velkým ekologickým tématem ve světě. Právě proto existují i normované metody zjištění biodegradace těchto materiálů

1.1.6.3.1. Plasty – Stanovení úplné aerobní biodegradability materiálu z plastů v půdě měřením spotřeby kyslíku v respirometru nebo měřením uvolněného oxidu uhličitého

Číslo normy: EN ISO 17556

Tato metoda se nezaměřuje jenom na hydrogely, ale na vícero plastů (například přírodní nebo syntetické polymery, kopolymery a jejich směsi, plastové materiály, které obsahují aditiva jako plastifikátory nebo barviva, vodou rozpustitelné polymery)

Princip

Tato metoda je navržena tak, aby poskytovala optimální rychlost biologického rozkladu plastového materiálu v testovací zemině pomocí sledování vlhkosti zeminy.

Plast, který je zdrojem uhlíku a energie, je smíchán se zeminou. Směs je vložena do láhve, ve které je ponechán po dobu, za kterou se spotřebuje určité množství kyslíku nebo se uvolní určité množství oxidu uhličitého. Pokud se uvolněný oxid uhličitý absorbuje je možné měřit jeho množství. Měření spotřebovaného kyslíku je možné realizovat například měřením množství kyslíku nutného k udržení konstantního objemu plynu v nádobě nebo měřením (automatickým nebo manuálním) změny objemu nebo tlaku (nebo kombinaci obojího). Množství oxidu uhličitého se měří v intervalech závisících na biodegradační kinetice testované látky, tím že nad látkou proudí vzduch bez oxidu uhličitého a u výstupu z nádoby je obsah CO₂ měřen vhodnou metodou.

Úroveň biodegradace je vyjádřena v procentech a je určena srovnáním spotřeby kyslíku s teoretickou spotřebou kyslíku nebo srovnáním uvolněného oxidu uhličitého s teoretickým množstvím oxidu uhličitého. Musí také být zohledněn vliv možných nitrifikačních procesů při výpočtu spotřeby kyslíku. Tento test se provádí po dobu šesti měsíců. Doba testu může být zkrácena nebo prodloužena, ale celková délka testu by neměla přesáhnout dva roky.

Používané látky

Plast, u kterého byl určen teoretický obsah uhlíku, ve formě prášku (vytvořeného například kryogenickým mletím).

Referenční materiál, z dobře rozložitelného plastu například mikrokrytalická prášková celulóza nebo bez-prachové celulózové filtry. Také může být použita negativní kontrola s nerozložitelným polymerem například polyethylenem.

Jako zemina se používá vrchní vrstva z pole nebo lesa, bývá prosetá okolo 2–5 mm. Ze zeminy jsou odstraněny organické složky jako listí, kořínky atd. zemina má upravenou vlhkost 40–60 % a pH 6-8. [18]

1.1.6.3.2. Stanovení úplné aerobní biodegradability za řízených podmínek kompostování – Metoda stanovení uvolněného oxidu uhličitého – Část 1:

Obecná metoda

Číslo normy: EN ISO 14855-1

Princip

Tato testovací metoda určuje celkovou biodegradabilitu a stupně rozložení testovaného materiálu za podmínek, které simulují intenzivní aerobní kompostující proces. Inokulum je tvořeno vyzrálým kompostem získaným, pokud je to možné, z organické frakce pevného komunálního odpadu.

Testovaný materiál je smíchán s inokulem vložen do statické kompostovací nádoby, kde je intenzivně kompostován pod optimálním kyslíkem, teplotou a vlhkostí po dobu ne delší než 6 měsíců.

V průběhu aerobní biodegradace testovaného materiálu jsou konečnými produkty oxid uhličitý, voda, minerální soli a biomasa. Uvolňování oxidu uhličitého je kontinuálně monitorováno nebo měřeno v pravidelných intervalech. Spolu s těmito nádobami jsou zde i slepé nádoby na porovnání uvolňování oxidu uhličitého z inokula. Procenta biodegradace jsou dána poměrem

oxidu uhličitého vyprodukovaného testovaným materiálem proti teoretickému maximálnímu množství oxidu uhličitého, který může být vyprodukován z testovaného materiálu. Maximální teoretické množství oxidu uhličitého je vypočítáno z naměřeného celkového množství organického uhlíku. Procenta biodegradace neobsahují množství uhlíku, který se přeměnil na biomasu a není metabolizován na oxid uhličitý v průběhu testu.

Vermikulit by měl být použit, pokud je určení stupně biodegradace testovaného materiálu je ovlivněno kompostem (priming efekt), nebo pokud je v plánu určování konečné uhlíkové bilance s určením biomasy a znovuzískání zbytků testovaného materiálu k určení ztráty hmotnosti.

Vermikulitová náplň, tím že je anorganická, snižuje priming efekty a tím zvyšuje spolehlivost metody. Další výhodou použití vermikulitu je malé množství vytvořeného oxidu uhličitého ve slepých nádobách (skoro nulové) díky nízké mikrobiální aktivitě. To umožňuje přesné měření i nízkých stupňů degradace.

Hodnoty mineralizace aktivovaného vermikulitu jsou identické, nebo velmi podobné vyzrálému kompostu, jak v případě konečného stupně degradace, tak degradační hodnoty.

Testovací prostředí

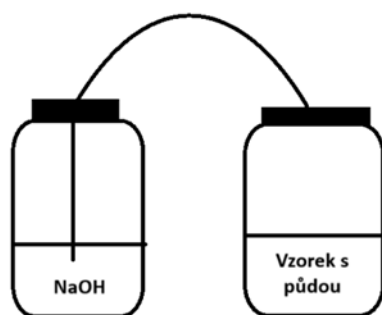
Inkubace by měla probíhat ve tmě nebo při difúzním světle, v uzavřené místnosti za konstantní teploty $58^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ (pozn.: Tento údaj považujeme za chybný, ale v dokumentu je takto uveden.) a bez výparů, které by inhibovaly mikroorganismy.

Ve speciálních případech (například když je bod tání testovaného materiálu nízký) může být zvolena jiná teplota. Tato teplota by měla být konstantní $\pm 2^{\circ}\text{C}$ po celou dobu experimentu.[19]

2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

2.1. Posouzení biodegradability

Biodegradabilita je hlavním sledovaným parametrem této bakalářské práce. Tato metoda sledování biodegradability může být využita i pro jiné organické látky, polymery nebo plasty. V této bakalářské práci byla zvolena metoda dvou lahví. Princip této metody spočívá ve dvou propojených lahvích, v nichž jedna je naplněna půdou, ve které je vzorek hydrogelu, jež podléhá rozkladu a ve druhé je roztok NaOH, do kterého vede hadička. Hádčinkou prochází uvolněný CO₂, který je absorbován v roztoku. Z množství uvolněného CO₂ se poté určí míra rozložení materiálu.



Obrázek 2: Rozložení Experimentu

Tato metoda byla zvolena z toho důvodu, že je konstrukčně jednoduchá a finančně nenáročná. Tato metoda se dá využít i v méně vybavené laboratoři.

2.2. Seznam chemikálií

Hydroxid draselný p.a., Lach-Ner, s.r.o., Neratovice

Methylalkohol p.a., PENTA s.r.o., město

Akrylamid, Sigma-Aldrich CHEMIE GmbH, USA

Kyselina akrylová, Sigma-Aldrich CHEMIE GmbH, USA

Škrob z voskové kukuřice, Sigma-Aldrich CHEMIE GmbH, USA

Peroxodisíran amonný, Lachema n.p., Brno

Hydroxid sodný pecky p.a., PENTA s.r.o., Praha

Normanál Kyselina Chlorovodíková, Lach-Ner s.r.o., Neratovice

Dusík 4.0, Linde CZ, ČR

2.3. Použité přístroje

Syntéza hydrogelu

Magnetická míchačka MR Hei-Standard, výrobce: Heidolph

Běžné laboratorní nádobí

Sušárna UNB 400, výrobce: Memmert

Potenciometrická titrace

Automatická byreta TITRONIC *universal*, výrobce SCHOTT instruments,

pH metr Orion Star A211, výrobce: Thermo Scientific

Skleněná elektroda ORION Ross Ultra Triode, výrobce: Thermo Scientific

Běžné laboratorní nádobí a vybavení

2.4. Postup práce

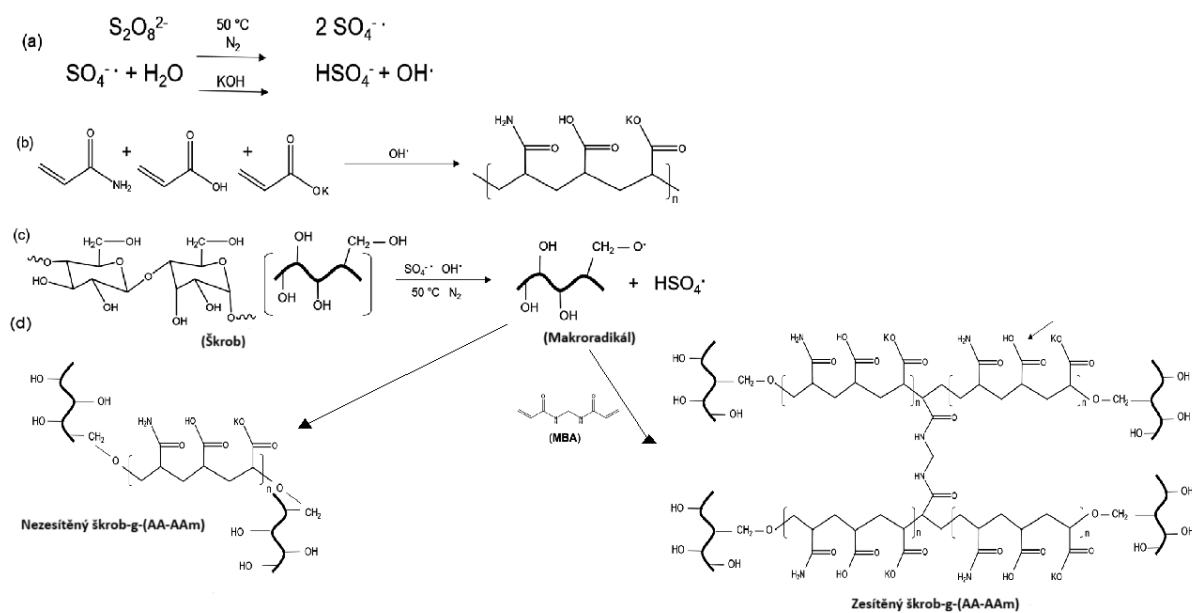
2.4.1. Syntéza hydrogelu

Aparatura pro syntézu hydrogelu se skládala z trojhrdlé baňky umístěné na vodní lázni s magnetickým míchadlem. Do baňky byl ponořen teploměr a hadička s přívodem čistého plynného dusíku pro vytvoření inertní atmosféry.



Obrázek 3: Aparatura na syntézu hydrogelu

Do baňky bylo nejprve naváženo 0,5 g akrylamidu, který byl rozpuštěn v 10 ml destilované vody. Po rozpuštění bylo přidáno 1,9 ml kyseliny akrylové. S pomocí 40% roztoku KOH bylo upraveno pH na hodnotu v intervalu 6 až 7 (kontrola pomocí pH papírku). Roztok v baňce byl poté zahřát na 40 °C a byl probubláván čistým N₂ po dobu 12 minut. Poté byla hadička s dusíkem povytažena nad roztok. Do baňky byly přidány 2 g škrobu z voskové kukuřice a zvýšena teplota na 50 °C, za těchto podmínek byl roztok ponechán dalších 10 minut za stálého míchání. Následně přidán iniciátor polymerace, tj. 0,5 ml 1% roztoku peroxodisíranu amonného a reakce dále probíhala cca 30 minut při 50 °C do vzniku viskózní hmoty.



Obrázek 4: Schéma syntézy hydrogelu, a) iniciace, b) kopolymerace, c) vznik makroradikálu, d) zesítování, roubování [9]

Trojhrdlá baňka se vzorkem byla uzavřena a přenesena do sušárny, kde zůstala při 75 °C po dobu 3 hodin. Po uplynutí času byl hydrogel vyjmut z baňky a opláchnut ethanolem a ponechán schnout na vzduchu po dobu 48 hodin. Hydrogel byl následně rozstříhán na kousky o velikosti 1 až 2 mm a tyto kousky byly opláchnuty methanolem a vysušeny na vzduchu do konstantní hmotnosti. Výše uvedeným postupem byly připraveny tři stejné vzorky.

2.4.2. Test bobtnavosti

Aby byly ověřeny stejné vlastnosti tří připravených vzorků, byl proveden test bobtnavosti. Test bobtnavosti se prováděl tzv. T-bag metodou. Byly zváženy polyesterové sáčky jak v suchém, tak v mokřem stavu. Poté do nich bylo naváženo cca 30 mg suchého hydrogelu. Tyto sáčky byly vloženy do 100 ml demineralizované vody při laboratorní teplotě a nechány bobtnat po 3 hodiny. Následně se určila hmotnost nabobtnalého hydrogelu.



Obrázek 5: Příprava testu bobtnavosti



Obrázek 6: Probíhající test bobtnavosti

Bobtnací poměr, který byl použit jako kvalifikační faktor k porovnání vzorků, byl vypočítán podle tohoto vzorce

Rovnice 1: Rovnice testu bobtnavosti

$$BP = \frac{(m_{\text{hydrogel mokrý}} - m_{\text{sáček mokrý}}) - m_{\text{hydrogel suchý}}}{m_{\text{hydrogel suchý}}}$$



Obrázek 7: Nabobtnaný hydrogel (Vlevo) oproti suchému (Vpravo)

2.4.3. Příprava půdy

K testování byla vybrána zahradní půda, u které bylo možné předpokládat vysokou biologickou aktivitu. Půda byla zbavena kamenů a rostlinných zbytků a proseta přes síto s velikostí ok 3 mm. Byla zjištěna vlhkost půdy z hmotnostního úbytku sušením. Tři navážky cca 5 gramů půdy byly vloženy do sušárny při 105 °C a sušeny do konstantní hmotnosti. K experimentu pro biodegradabilitu je vhodná vlhkost půdy 20 až 30 %.

2.4.4. Příprava lahví a nasazení experimentu

Bylo připraveno 12 lahví o objemu 1000 ml a 18 lahví o objemu 500 ml, které byly řádně vymyty a vydesinfikovány ethanolem. Ke každé lahvi byla přidělena jedna 250 ml lahvička. Celý tento experiment je především ověřením funkčnosti a reprodukovatelnosti výsledků metody pro stanovení biodegradability. Z tohoto důvodu byla použita sada různě velkých lahví s různými navážkami půdy a hydrogelu. Navážky popisuje tabulka č. 2.

Tabulka 2: Rozložení navážek a lahví

	Objem láhve [ml]	Navážka půdy [g]	Navážka hydrogelu [g]
Skupina 1	1000	100	0,2
Skupina 2	1000	200	0,4
Skupina 3	500	100	0,2
Skupina 4	500	100	0,4
Skupina 5	500	200	0,4

Dohromady bylo připraveno pět sad experimentů, přičemž v každé sadě bylo dohromady šest lahví, v pěti byl do půdy vložen připravený hydrogel a jedna lahev bez hydrogelu sloužila jako slepý pokus. Dohromady to bylo tedy 30 experimentů. Do každé lahve byla nejdříve navážena polovina množství půdy a ovlhčena na vlhkost 20–30 %, poté byla do lahve vložena navážka hydrogelu. Hydrogel byl vážen suchý, ale nechal před vložením do láhve hodinu bobtnat v demineralizované vodě. Poté byl do lahví navážen zbytek hlíny a opět ovlhčen. Do 250 ml baněk bylo přidáno 50 ml 0,1 M NaOH na zachycení unikajícího CO₂. Lahve byly zazátkovány a zaizolovány parafilmem. Každá dvojice lahví byla spojena hadicí, aby se mohl zachycovat unikající CO₂, vznikající biologickou činností v půdě a při rozkladu hydrogelu.

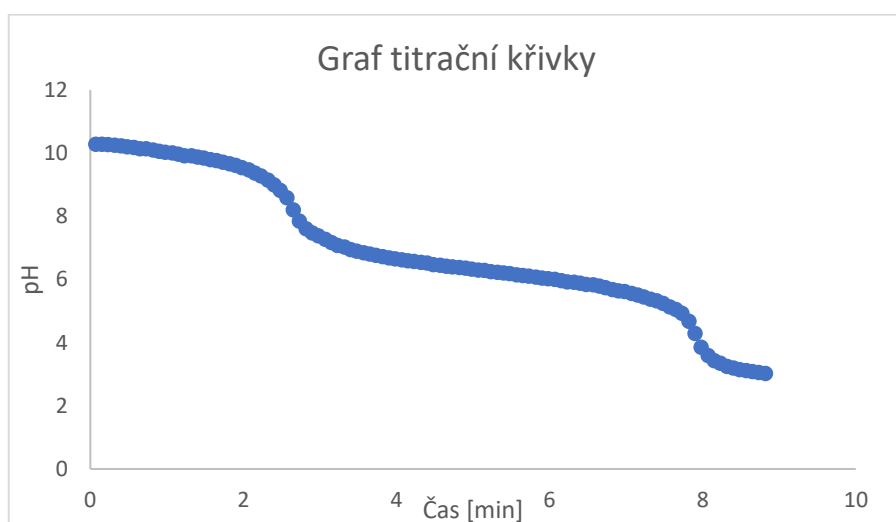
2.4.5. Stanovení koncentrace uvolněného CO₂

Stanovení koncentrace uvolněného oxidu uhličitého bylo prováděno poteciometrickou titrací s pomocí standardního roztoku HCl. Obsah všech 250 ml baněk s hydroxidem sodným byl převed do odměrných baněk o objemu 100 ml a doplněn demineralizovanou vodou po rysku.



Obrázek 8: Automatický titrátor

K titraci bylo pipetováno 20 ml roztoku z odměrné baňky do vysoké kádinky. Do kádinky bylo přidáno 25 ml demineralizované vody a magnetické míchadelko. Do kádinky byla poté vložena pH elektroda a skleněná trubička titrátoru, kterou byl přiváděn roztok 0,01 M HCl (připravený z normanalu). Průběh měření byl zaznamenáván počítačově a titrace byla ukončena po stabilizaci druhého bodu ekvivalence. Průtok automatického titrátoru byl 1,2 ml za minutu a záznam pH byl každých pět sekund. Příklad titrační křivky je uveden na obrázku č. 9 První skok na titrační křivce odpovídá spotřebě na titraci zachyceného CO_2 , druhý pak odpovídá titraci zbývajícího hydroxidu sodného.



Obrázek 9: Graf obvyklé titrační křivky

Bod ekvivalence byl určen pomocí derivace titrační křivky, a tak bylo vypočítáno množství zachyceného CO_2 . Množství bylo vypočítáno z rovnice

$$m_{\text{CO}_2} = f_{\text{red}} \cdot f_{\text{titr}} \cdot c_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} \cdot M_{\text{CO}_2}$$

Z naměřených hodnot byly vypočítány průměrné hodnoty pro jednotlivé skupiny a byla určena chyba měření.

3 VÝSLEDKOVÁ ČÁST

3.1. Test bobtnavosti

Průběh testu bobtnavosti byl popsán v kapitole 3.3.2 Výsledky jsou uvedeny v tabulkách č 3, 4 a 5 a pohybují se na úrovni 27–33 g vody / g sušiny

Tabulka 3: Bobtnavost hydrogelu 1

Číslo měření	Sáček suchý [g]	Sáček mokrý [g]	Hydrogel suchý [g]	Hydrogel mokrý [g]	Bobtnací poměr [g vody/ g sušiny]
1	0,2780	0,6842	0,0315	2,0043	40,91
2	0,2498	0,5223	0,0325	1,6309	33,12
3	0,2328	0,6679	0,0327	1,5907	27,22
				Průměr	33,75 ± 1,72

Tabulka 4: Bobtnavost hydrogelu 2

Číslo měření	Sáček suchý [g]	Sáček mokrý [g]	Hydrogel suchý [g]	Hydrogel mokrý [g]	Bobtnací poměr [g vody/g sušiny]
1	0,2295	0,7207	0,0317	1,6558	28,5
2	0,2199	0,5135	0,0322	1,46109	28,42
3	0,2487	0,5953	0,0302	1,3964	25,52
				Průměr	27,8 ± 0,45

Tabulka 5: Bobtnavost hydrogelu 3

Číslo měření	Sáček suchý [g]	Sáček mokrý [g]	Hydrogel suchý [g]	Hydrogel mokrý [g]	Bobtnací poměr [g vody/g sušiny]
1	0,2276	0,8385	0,0303	1,6097	24,45
2	0,2572	0,8497	0,0298	1,5040	20,96
3	0,2187	0,5624	0,0296	1,6644	36,24
				Průměr	27, 22 ± 2,14

Vzorky nebylo možné připravit najednou z důvodu omezené kapacity aparatury pro přípravu hydrogelů. Proto bylo nutné potřebné množství vzorku hydrogelu připravit ve třech várkách. Z naměřených hodnot pak vyplývá, že vzorky jsou vzájemně porovnatelné, což potvrzuje stejný průběh syntézy a stejnou strukturu výsledného hydrogelu.

3.2. Vlhkost půdy

Příprava půdy a měření vlhkosti bylo popsáno v kapitole 3.3.3. Z půdy byly odebrány tři vzorky o hmotnosti cca 5 g a byly sušeny do konstantní hmotnosti. Úbytek hmotnosti je vyznačen v tabulce č. 6

Tabulka 6: Tabulka pro výpočet vlhkosti půdy

Číslo měření	1	2	3
Hmotnost původní [g]	5,01	5,08	5,04
Hmotnost po vysušení [g]	4,55	4,6	4,55
Vlhkost půdy	9,18 %	9,44 %	9,72 %
Průměr	9,43 %		

Výsledná procentuální hodnota byla zaokrouhlena a jelikož vhodnou vlhkostí pro experiment je 20-30 % vlhkosti, tak následně bylo k půdě přidáno tolik vody, aby se hodnota pohybovala v doporučeném intervalu.

3.3 Test biodegradability

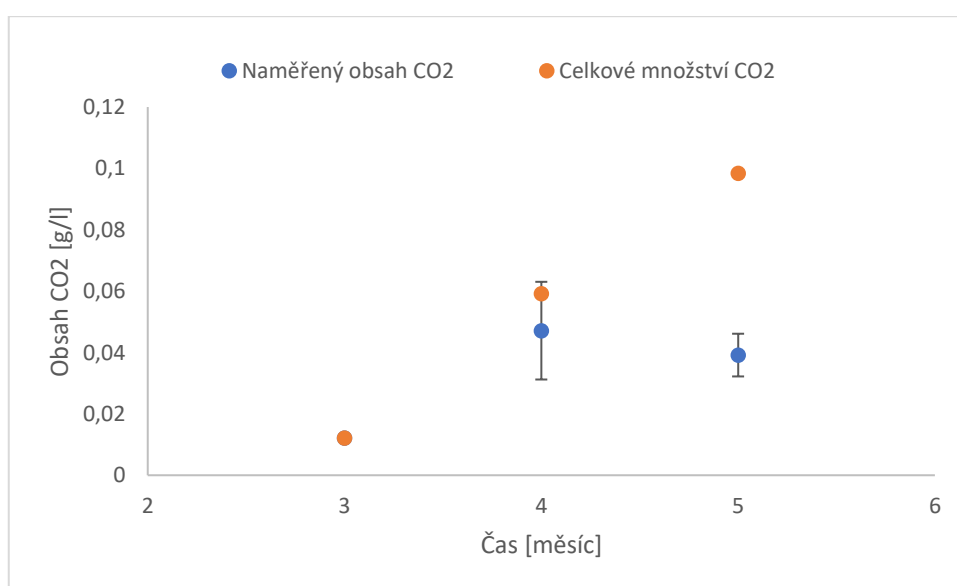
Průběh potenciometrické titrace pro stanovení množství uvolněného oxidu uhličitého byl popsán v kapitole 3.3.5. Z naměřených hodnoty byly sestaveny grafy pro každou skupinu experimentů zvlášť. U každé skupiny byl proveden Deanův-Dixonův test [20] pro odstranění odlehlých hodnot. Hodnoty odstraněné z měření jsou v tabulkách vyjádřeny kurzívou. V každé tabulce jsou vyznačeny obsahy CO₂ všech lahví (včetně slepého vzorku) za všechny měřené měsíce a také jejich průměr po provedení Dean-Dixonova testu.

3.3.1 Testy biodegradability – skupina 1

Skupina 1 byla sada lahví o objemu 1000 ml s navázkou půdy 100 g a navázkou hydrogelu 0,2 g. Naměřené obsahy jsou vyjádřeny v tabulce č. 7

Tabulka 7: Množství uvolněného CO₂ při testu biodegradability skupina 1

Měsíc	Slepý pokus	Láhev 1	Láhev 2	Láhev 3	Láhev 4	Láhev 5	Průměr	Sm.odch	Relativní sm.odch
	[g/l]								
3	0,0209	0,0128	<i>0,0488</i>	0,0125	<i>0,0242</i>	0,0110	0,0121	0,0007	5,67
4	0,0455	0,0315	0,0609	0,0304	0,0743	0,0385	0,0471	0,0159	33,79
5	0,0356	0,0297	0,0407	0,0385	0,0524	0,0345	0,0392	0,0070	17,77



Obrázek 10: Množství uvolněného CO₂ při testu biodegradability – skupina 1

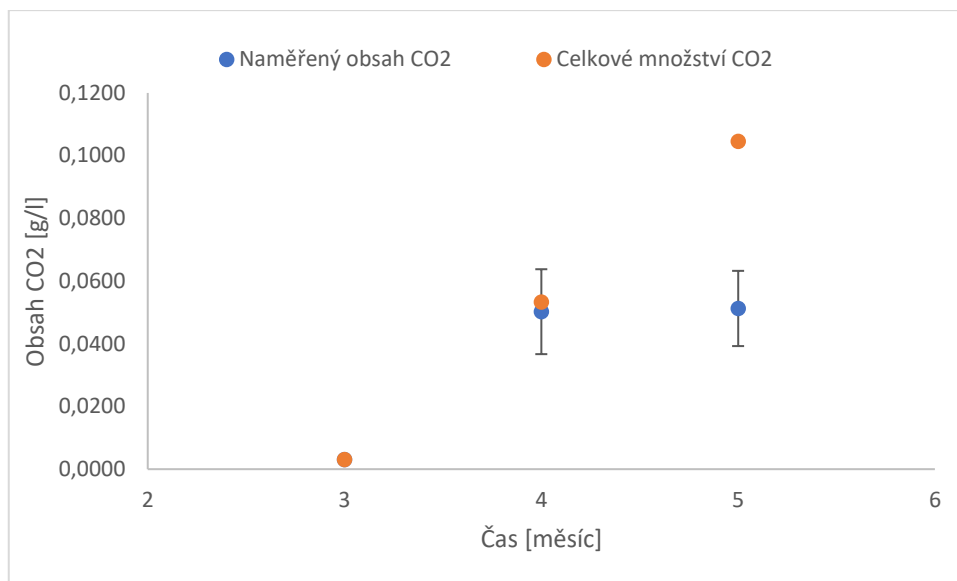
Z obrázku č. 10 vyplývá že ve skupině 1 se po třech měsících uvolňovalo velice málo CO₂ dá se předpokládat, že hydrogel se nezačal nebo se pouze mírně rozkládal. Oproti tomu čtvrtý měsíc je znatelný nárůst uvolněného CO₂. Dá se tedy předpokládat, že v tomto období již rozklad hydrogelu probíhal, v pátém měsíci je vidět mírný pokles uvolněného množství CO₂ což může znamenat, že rozklad dále pokračuje ale již pomalejším tempem. Z uvedených dat v tabulce č. 7 je také vidět, že nejvyšší chyba na úrovni 34 % byla u měření po 4 měsících. Toto je patrné i z obrázku č. 10, kde jsou uvedeny chybové úsečky. V době, kdy rozklad hydrogelu v půdě intenzivně začíná, je variabilita naměřeného množství oxidu uhličitého vysoká.

3.3.2 Testy biodegradability – skupina 2

Skupina 2 byla sada lahví o objemu 1000 ml s navázkou půdy 200 g a navázkou hydrogelu 0,4 g. Naměřené obsahy jsou vyjádřeny v tabulce č. 8

Tabulka 8: Množství uvolněného CO₂ při testu biodegradability skupina 2

Měsíc	Slepý pokus	Láhev 1	Láhev 2	Láhev 3	Láhev 4	Láhev 5	Průměr	Sm.odch	Relativní sm.odch
	[g/l]								[%]
3	0,0150	0,0033	0,0022	0,0029	0,0022	0,0044	0,0030	0,0007	24,79
4	0,0268	0,0550	0,0330	0,0730	0,0554	0,0348	0,0502	0,0135	26,95
5	0,0363	0,0341	0,0491	0,0748	0,0499	0,0484	0,0513	0,0120	23,40



Obrázek 11: Množství uvolněného CO₂ při testu biodegradability – skupina 2

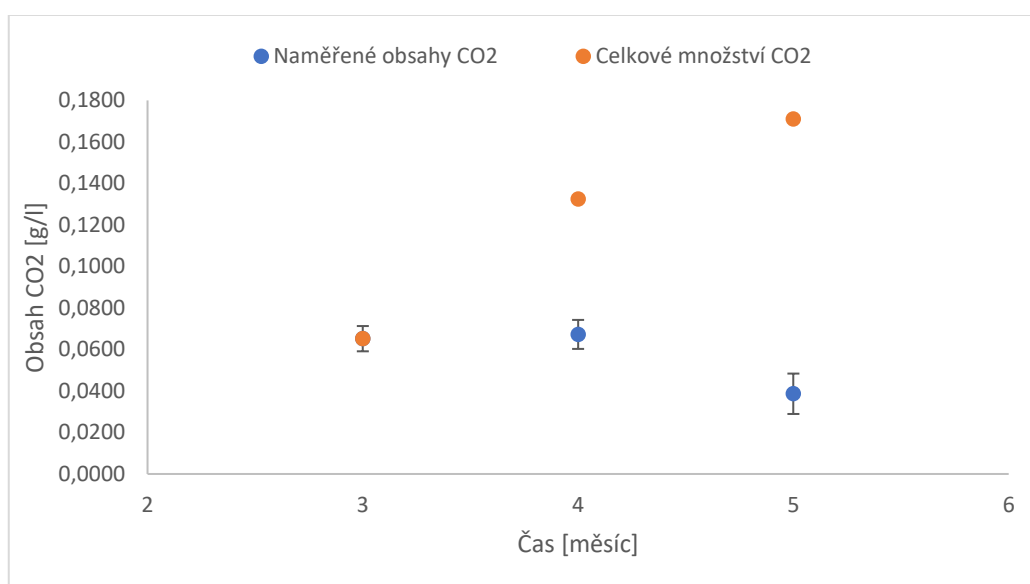
Na obrázku č. 11 je vidět po třech měsících vskutku malý obsah uvolněného CO₂. Zároveň zde můžeme vidět vysoký skok ve čtvrtém měsíci, což značí prudký nárůst CO₂ tedy že biodegradace započala náhle a poměrně silně. V pátý měsíc je vidět že obsah je stejný nebo dokonce vyšší než předchozí měsíc, což značí že biodegradace by teoreticky mohla pokračovat nadále a že objem hydrogelu se nezmenšil natolik, aby to bylo znatelné. V porovnání se skupinou 1 je vidět, že množství uvolněného CO₂ je vyšší, nelze však hovořit o dvojnásobných hodnotách. V tabulce č. 8 je možné vidět vysoké relativní chyby okolo 25 % u všech tří měření, přičemž měření po čtyřech měsících je nejvyšší ležící na 27 %. Je tedy patrné, že při probíhající rozkladu je variabilita naměřeného množství oxidu uhličitého vysoká. Je velice pravděpodobné, že na vysoká míru odchylky při tomto měření je způsobena prostředím samotným.

3.3.3 Testy biodegradability – Skupina 3

Skupina 3 byla sada lahví o objemu 500 ml s navázkou půdy 100 g a navázkou hydrogelu 0,2 g. Naměřené obsahy jsou vyjádřeny v tabulce č. 9

Tabulka 9: Množství uvolněného CO₂ při testu biodegradability skupina 3

Měsíc	Slepý pokus	Láhev 1	Láhev 2	Láhev 3	Láhev 4	Láhev 5	Průměr	Sm.odch	Relativní sm.odch
	[g/l]								[%]
3	0,0297	0,0539	0,0649	0,0744	0,0682	0,0645	0,0652	0,0061	9,34
4	0,0781	0,0678	0,0583	0,0601	0,0704	0,0796	0,0672	0,0070	10,39
5	0,0330	0,0579	0,0271	0,0378	0,0396	0,0308	0,0386	0,0097	25,17



Obrázek 12: Množství uvolněného CO₂ při testu biodegradability – skupina 3

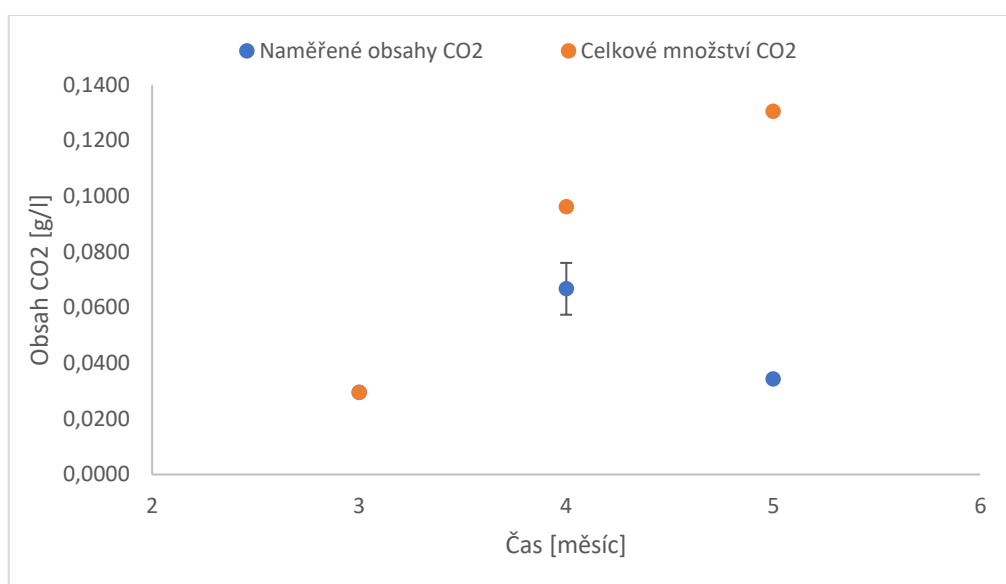
Ve skupině 3 je již po třech měsících viditelný vyšší naměřený obsah zachyceného plynu než u skupin 1 a 2, je tedy možné přepokládat pozitivní vliv menšího objemu láhve. Ve čtvrtém a pátém měsíci je naměřený obsah uvolněného plynu také poměrně vysoký, má klesající tendenci. Což značí, že biodegradace pokračovala Po dobu experimentu prakticky stejnou rychlostí. Z tabulky č. 9 je vidět že relativní chyby měření chyby jsou nízké, přičemž nejvyšší 25 % byla u měření po 5 měsících. K největší variaci množství CO₂ tedy docházelo pravděpodobně až při poklesu množství rozkládané látky.

3.3.4 Testy biodegradability – skupina 4

Skupina 4 byla sada lahví o objemu 500 ml s navázkou půdy 100 g a navázkou hydrogelu 0,4 g. Naměřené obsahy jsou vyjádřeny v tabulce č.10

Tabulka 10: Množství uvolněného CO₂ při testu biodegradability skupina 4

Měsíc	Slepý pokus	Láhev 1	Láhev 2	Láhev 3	Láhev 4	Láhev 5	Průměr	Sm.odch	Relativní sm.odch
	[g/l]								[%]
3	0,0319	0,0634	0,0392	0,0301	0,0286	0,0297	0,0295	0,0005	1,83
4	0,0440	0,0730	0,0825	0,0609	0,0645	0,0528	0,0667	0,0093	13,96
5	0,0411	0,0348	0,0304	0,0722	0,0341	0,0341	0,0343	0,0003	0,87



Obrázek 13: Množství uvolněného CO₂ při testu biodegradability – skupina 4

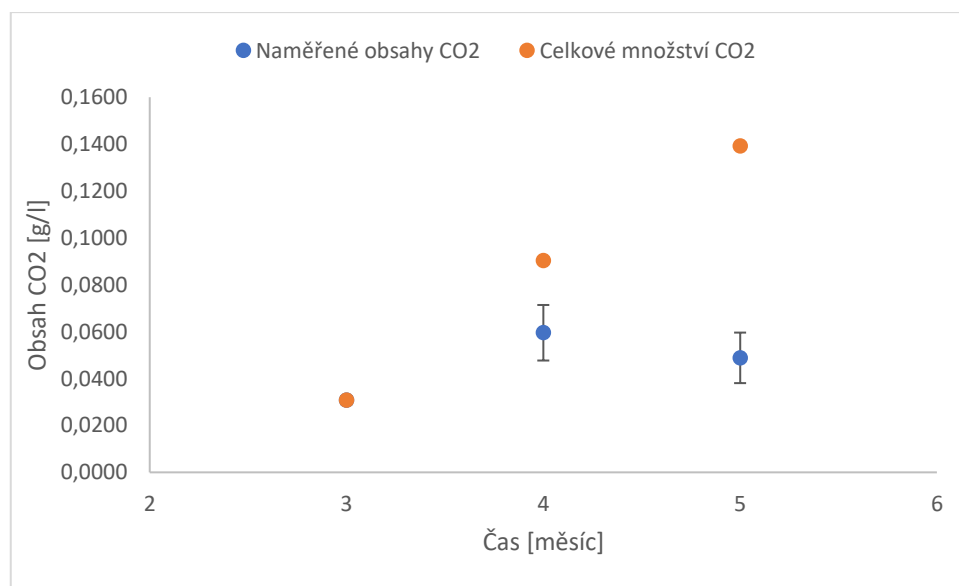
V této skupině lze z obrázku č. 13 vidět po třech měsících nižší obsah uvolněného CO₂, což opět naznačuje začínající biodegradaci. Ve čtvrtém měsíci je vidět nárůst obsahu uvolněného plynu, což může naznačovat silnější biodegradaci. V pátém měsíci je opět viditelný znatelný pokles, což může být způsobeno ubýváním hydrogelu. Naměřené hodnoty uvolněného CO₂ jsou velmi podobné jako pro skupinu 3, což naznačuje, že navážka hydrogelu není významným faktorem při sledování biodegradability touto metodou. V tabulce č. 10 je vidět že nejvyšší chyba 14 % se vyskytuje po 4 měsících měření. Největší variace množství CO₂ se tedy objevuje v období nejintenzivnějšího rozkladu vzorku. Dosaženo bylo v tomto případě velmi příznivých hodnot.

3.3.5 Testy biodegradability – skupina 5

Skupina 5 byla sada lahví o objemu 500 ml s navázkou půdy 200 g a navázkou hydrogelu 0,4 g. Naměřené hodnoty jsou vyznačeny v tabulce č. 11

Tabulka 11: Množství uvolněného CO₂ při testu biodegradability skupina 5

Měsíc	Stepý pokus	Láhev 1	Láhev 2	Láhev 3	Láhev 4	Láhev 5	Průměr	Sm.odch	Relativní sm.odch
	[g/l]								
3	0,0275	0,0308	0,0297	0,0292	0,0297	0,0345	0,0308	0,0018	5,72
4	0,0557	0,0667	0,0730	0,0411	0,0700	0,0469	0,0595	0,0118	19,90
5	0,0517	0,0323	0,0381	0,0519	0,0616	0,0605	0,0488	0,0108	22,06



Obrázek 14: Množství uvolněného CO₂ při testu biodegradability – skupina 5

Z obrázku č. 14 vyplývá, že nejvyšší obsah uvolněného CO₂ byla naměřen opět ve čtvrtém měsíci. V pátém měsíci měření je vidět mírný pokles. Naměřený obsah uvolněného CO₂ je srovnatelný se skupinami, kde se použily lahve o objemu 500 ml. Z tabulky č. 11 a obrázku č. 14 je zřejmé že nejvyšší chyba se vyskytuje ve 4 a 5 měsíci měření. Je tedy zřejmé že k největší variabilitě v množství CO₂ při nejvyšším rozkladu vzorku.

3.3.6 Shrnutí výsledků

Jak je z jednotlivých měření vidět k největším chybám měření docházelo ve skupinách 1 a 2, což byly skupiny s lahvemi o objemu 1000 ml. Oproti tomu skupiny 3, 4 a 5, které byly tvořeny lahvemi o objemu 500 ml, mají výrazně nižší chyby, tedy nižší variabilitu. Dá se tedy předpokládat, že menší objem testovací lahve je pro měření vhodnější. Zároveň bylo zjištěno, že v případě lahví s menším objemem je rozdíl mezi naměřeným množstvím uvolněného CO₂ ze slepého pokusu a z pokusu s hydrogelem vyšší. Což ukazuje na další výhodu lahví o menším objemu.

Z naměřených hodnot se zdá, že navážka půdy nebo hydrogelu nemá výrazný vliv na získaná data, tedy na průběh biodegradability. To se potvrzuje opět zejména u lahví s nižším objemem. Statisticky nedokážeme přesně vyhodnotit, zda je vyšší uvolněné množství oxidu uhličitého z vyšší navážky hydrogelu významné, jako významné se to jeví při použití lahví o větším objemu, zde však mohou hrát roli i jiné faktory. Dá se tedy říct, že na navážce hydrogelu a půdy nezáleží tolik jako na velikosti testovací lahve.

ZÁVĚR

Tato bakalářská práce se zabývá především ověřením spolehlivosti jednoduché laboratorní lahvové metody testování biodegradability polymerních materiálů, jmenovitě hydrogelů. Cílem práce bylo ověřit tuto metodu pro posouzení rozkladu hybridního hydrogelu, který lze v zemědělství využít např. pro zadržování vody. Byla vybrána právě tato metoda, jelikož i v běžně vybavené malé laboratoři je proveditelná. Hydrogely jsou dost možná budoucností moderního zemědělství pro svou schopnost zadržovat vodu, jejíž nedostatek je narůstajícím problémem v zemědělství. Je důležité vědět, zdali a jak se hydrogely v půdě rozkládají. Důležité to je z několika úhlů pohledu. Z enviromentálního úhlu pohledu, může být rozklad negativní, pokud látky, na které se hydrogel rozkládá jsou toxické pro půdu. Na druhou stranu je pozitivní, protože dochází k přirozenému odstranění materiálu vnášeného do půdy. Dále z hlediska ekonomického rychlý rozklad je finančně nevýhodný, neboť přicházíme o efekt zadržování vody.

Hlavním cílem bylo samotné ověření biodegradability připravených materiálů a podmínky při kterých v laboratoři optimálně probíhá. Byl syntetizován vlastní hybridní hydrogel. Znalost složení hydrogelu umožňuje předpokládat, jak se bude při rozkladu chovat. Byla zvolena syntéza hydrogelu pomocí roubování kyseliny akrylové a akrylamidu na škrob z voskové kukuřice, jelikož jsme předpokládali že tato přírodní část se bude lépe rozkládat. U tohoto hydrogelu, neboť byl připravován opakovaně, byl stanoven bobtnací poměr, jehož hodnota byla vždy okolo 30 g vody/g sušiny.

Samotné měření biodegradace bylo je poměrně jednoduché. Byla zvolena metoda měření množství uvolněného oxidu uhličitého po zachycení v roztoku hydroxidu sodného. Celý test trval dohromady pět měsíců. Prvně po třech měsících a dále každý měsíc bylo provedeno měření množství uvolněného oxidu uhličitého. Z naměřených hodnot je vidět postupný jednoznačný nárůst, který představoval biodegradaci hydrogelu. Realizace pokusu biodegradability v různých objemech lahví a v různých navážkách půdy a hydrogelu měla posloužit k určení optimálních podmínek

Bylo zjištěno, že lahve se větším objemem vykazují vyšší variabilitu, tedy chybu měření, oproti lahvím s menším objemem, a proto jsou výsledky méně spolehlivé. Jednoznačně vhodnější je použití menších lahví o objemu 500 ml. Zároveň jsme zjistili oproti předpokladu, že, pokusy s větší navážkou hydrogelu vykazovaly sice větší objemy uvolněného oxidu uhličitého, tento

rozdíl je poměrně malý. To znamená, že na navážce hydrogelu prakticky nezáleží anebo by rozdíl mezi navážkami musel být výrazně větší.

POUŽITÁ LITERATURA

- [1] AHMED, Enas M. Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review. *Journal of Advanced Research*. **2015**, 6 (2), 105–121. DOI: 10.1016/j.jare.2013.07.006
- [2] KAUR, Prabhpreet; AGRAWAL, Ruchi; PFEFFER, Frederick M.; WILLIAMS, Richard; BOHIDAR, Himadri B. Hydrogels in Agriculture: Prospects and Challenges. *Journal of Polymers and the Environment*. **2023**, 31 (9), 3701-3718. DOI: 10.1007/s10924-023-02859-1
- [3] MAKSIMOVA, Yu. G.; SHCHETKO, V. A.; MAKSIMOV, A. Yu. Polymer Hydrogels in Agriculture (review). *Agricultural Biology*. **2023**, 58 (1), 23-42. DOI: 10.15389/agrobiol.2023.1.23eng
- [4] QAMRUZZAMAN; AHMED, Firoz; MONDAL, Ibrahim H. An Overview on Starch-Based Sustainable Hydrogels: Potential Applications and Aspects. *Journal of Polymers and the Environment*. **2021**, 30, 19-50. DOI: 10.1007/s10924-021-02180-9
- [5] KAUR, Prabhpreet; AGRAWAL, Ruchi; PFEFFER, Frederick M.; WILLIAMS, Richard; BOHIDAR, Himadri B. Hydrogels in Agriculture: Prospects and Challenges. *Journal of Polymers and the Environment*. **2023**, 31, 3701-3718. DOI: 10.1007/s10924-023-02859-1.
- [6] QIN, Chao; WANG, Hui; ZHAO, Ying; QI, Yue; WU, Nan; ZHANG, Shaohua; XU, Wenlong. Recent advances of hydrogel in agriculture: Synthesis, mechanism, properties and applications. *European Polymer Journal*. **2024**, 219, 113376. DOI: 10.1016/j.eurpolymj.2024.113376
- [7] SOHAIL, Mariam; PIRZADA, Tahira; OPPERMAN, Charles H.; KHAN, Saad A. Recent advances in seed coating technologies: transitioning toward sustainable agriculture. *Green Chemistry*. **2022**, 24 (16), 6025–6085. DOI: 10.1039/d2gc02389j
- [8] CHAUHAN, Lalita; THAKUR, Purna; SHARMA, Sheetal. HYDROGELS: A REVIEW ON CLASSIFICATION, PREPARATION METHODS, PROPERTIES AND ITS APPLICATIONS. *Indo American Journal of Pharmaceutical Sciences*. **2019**, 6 (6), 13490–13503. DOI: 10.5281/zenodo.3263861.
- [9] SIKARWAR, Urvashi; KHASHERAO, Bhosale Yuvraj; SANDHU, Deepika. A review on hydrogel: Classification, preparation techniques and applications. *The Pharma Innovation Journal*. **2022**, 11 (7), 1172–1179. DOI: 10.22271/tpi.2022.v11.i7o.13944
- [10] MUSA, Haruna; SULEIMAN, Maijidda; MUSA, Yakubu. Preparation of Poly Acrylic Acid Hydrogel and Applications in Diphenylhydramine Hydrochloride Drug Delivery. *Nig. J. Pure & Appl. Sci.* **2019**, 32 (1), 3289–3296. DOI: 10.7910/DVN/QO5ZJO
- [11] KALEDOVA, Petra; SVOBODA, Ladislav; HROCH, Jan; HONCOVA, Pavla; DROBNA, Helena; SLANG, Stanislav. Hydrogels Based on Starch from Various Natural Sources: Synthesis and Characterization. *Starch*. **2021**, 73 (9-10). DOI: 10.1002/star.202100051
- [12] ZAFIDO. FLORIA Hydrogel [online]. [cit. 2025-06-05]. Dostupné z: https://www.zafido-eshop.cz/FLORIA-Hydrogel-200-g-d645.htm?utm_source=tanganica&utm_medium=cpc&utm_campaign=tgh62e193e331474efc

2b944de862907ac5&utm_term=CjwKCAjw24vBBhABEiwANFG7yyoeEBnMPYqNko1CyT-WHWTst9a4e2DaizQklDuuyecwGE_OCOpu2BoCBsoQAvD_BwE&gad_source=1

[13] OSLAVAN. *Vodu akumulující látky* [online]. [cit. 2025-06-05]. Dostupné z: [https://eshop.oslavan.cz/vodu-akumulujici-latky\[5\]?_gl=1*1z2kcn*_up*MQ..*_gs*MQ..&gclid=CjwKCAjw24vBBhABEiwANFG7y6QsnqHCKzCrhw5PWBFQKmgX3xOtkCVpiPBd8tZOjCCQr3B7feyzTRoChZIQAvD_BwE&gbraid=0AAAAADuOXPO7iKTWCNdAF0svnKfB3tnNY](https://eshop.oslavan.cz/vodu-akumulujici-latky[5]?_gl=1*1z2kcn*_up*MQ..*_gs*MQ..&gclid=CjwKCAjw24vBBhABEiwANFG7y6QsnqHCKzCrhw5PWBFQKmgX3xOtkCVpiPBd8tZOjCCQr3B7feyzTRoChZIQAvD_BwE&gbraid=0AAAAADuOXPO7iKTWCNdAF0svnKfB3tnNY)

[14] RAŠELINA SOBĚSLAV. *HYDROSORP PLUS* [online]. [cit. 2025-06-05]. Dostupné z: <https://www.raselina.cz/cs/produkty/hnojiva/mineralni/detail/hydrosorb-plus>

[15] BIOMUS CZYSTA CHEMIA. *Hydrogel* [online]. [cit. 2025-06-06]. Dostupné z: <https://sklep.biomus.eu/en/search?controller=search&s=hydrogel>

[16] PAGGA, U; BEIMBORN, D. B.; YAMAMOTO, M. Biodegradability and Compostability of Polymers Test-Methods and Criteria for Evaluation. *Journal of environmental polymer degradation*. **1996**, 4, 173–178. DOI: 10.1007/BF02067451

[17] ABIOYE, Abiodun A.; AFOLALU, Sunday A.; YUSUF, Omolola O.; EMETERE, Moses E.; ONGBALI, Samson O.; ARUBAYI, Ofome C.; IMADE, Kenneth I. Enhancing the Production of Bioplastics for Sustainable Recycling and Biodegradation- Short Review. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*. **2021**, 1107, 012180. DOI: 10.1088/1757-899X/1107/1/012180

[18] TECHNICAL COMMITTEE ISO/TC 61 "PLASTICS": TECHNICAL COMMITTEE CEN/TC 249 "PLASTICS, 2019. *Plastics – Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in soil by measuring the oxygen demand in a respirometer or the amount of carbon dioxide evolved (ISO 17556:2019)*. Third edition.

[19] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION: TECHNICAL COMMITTEE ISO/TC 61, PLASTICS: SUBCOMMITTEE SC 5 PHYSICAL – CHEMICAL PROPERTIES, 2012. *Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials under controlled composting conditions – Method by analysis of evolved carbon dioxide Part 1: General method*. Second edition

[20] WIKIPEDIE. *Deanův–Dixonův test* [online]. 2024-06-07 [cit. 2025-06-24]. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/Dean%C5%AFv%E2%80%93Dixon%C5%AFv_test