

UTJECAJ OTPADA TALOGA KAVE NA SVOJSTVA I BIORAZGRADIVOST BIOKOMPOZITA NA BAZI POLILAKTIDA

EFFECT OF SPENT COFFE GROUNDS ON THE PROPERTIES AND BIODEGRABILITY OF BIOCOMPOSITE BASED ON POLYLACTIDE

Ema Čemerika, Dora Milički, Martina Miloloža, Dajana Kučić Grgić, Vesna Očelić Bulatović
Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije,
Marulićev trg 19, 10 000 Zagreb

SAŽETAK

Kava je jedan od najpopularnijih napitaka diljem svijeta te druga roba, nakon nafte, kojom se najviše trguje. Radi sve većeg širenja tržišta kave, industrija kave nosi veliku odgovornost prema nekontroliranoj proizvodnji otpada među kojima se ističe istrošeni otpad talog kave (OTK) koji čini i do 95% otpad nakon konzumacije kave. Stoga bi razvoj tehnologija za ponovnu upotrebu otpada taloga kave u funkcionalne svrhe pomogao pretvoriti ovu veliku količinu otpada u nove resurse.

U ovom radu ispitana su svojstva biokompozita na bazi polilaktida (PLA) i različitog udjela otpada taloga kave (OTK) kao punila. Svojstva biokompozita PLA/otpad taloga kave praćena su primjenom diferencijalne pretražne kalorimetrije (DSC) i termogravimetrijske analize (TG). Ispitana je i veličina čestica te raspodjela veličina čestica metodom laserske difrakcije, te apsorpcija vode. Ispitana je biorazgradivost biokompozita PLA/otpad taloga kave procesom kompostiranja. Proces kompostiranja proveden je u 6 adijabatskih reaktora radnih volumena, $V_r = 1$ L, tijekom 19 dana. Biorazgradivost biokompozita PLA/otpad taloga kave pratila se gubitkom mase i praćenjem promjena morfološke strukture svjetlosnim mikroskopom prije i nakon procesa kompostiranja.

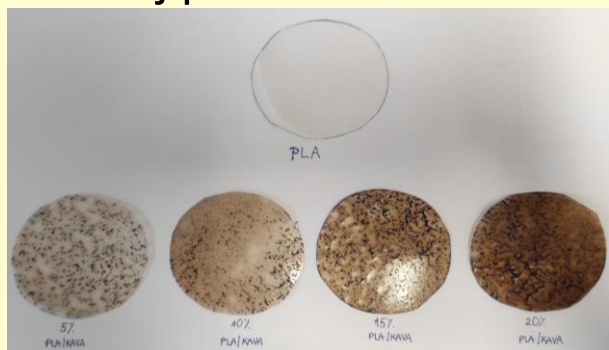
EKSPERIMENTALNI DIO

MATERIJALI

- ❖ POLILAKTID (Ingeo™ Biopolymer 4043D, Nature Works)
- ❖ OTPAD TALOGA KAVE (OTK)

PRIPREMA UZORAKA

➤ Polimerni biokompoziti PLA_OTK različitog udjela otpada taloga kave kao punila (5, 10, 15, 20 mas. %) priređeni su zamješavanjem u Brabender gnjetilici (180°C, 7 min., 60 okr min⁻¹+ predgrijavanje 2 min.), te prešani na hidrauličkoj preši Fontune Holland (180°C, 5 min, 25 kPa)



Prikaz pripremljenih biokompozitnih filmova

METODE KARAKTERIZACIJE

- **TGA**, TA Instruments Q500
 - 10-12 mg uzorka, 25 °C - 600 °C, brzina zagrijavanja 10 °C min⁻¹
- **DSC**, Mettler Toledo DSC 823e
 - 10 mg uzorka, brzina zagrijavanja 10 °C min⁻¹
 1. Ciklus 0 °C do 200 °C;
 - izotermna stabilizacija 3 min na 200°C
 2. Ciklus 200 °C do 0 °C
- **APOSRCIJA VODE**
 - dimenzija uzoraka, 2 cm x 1 cm, Petrijeve zdjelice s destiliranom vodom (25°C), praćenje 7 dana
- **SVJETLOSNI MIKROSKOP**, Olympus BX50, Olympus Optical Co. Ltd., Japan

BIORAZGARDNJA PROCESOM KOMPOSTIRANJA



Uzorci PLA_OTK biokompozita za proces kompostiranja



Priređeni supstrat za kompostiranje



Ispitivanje biorazgradivosti kompozitnih materijala u adijabatskim reaktorima 1 L



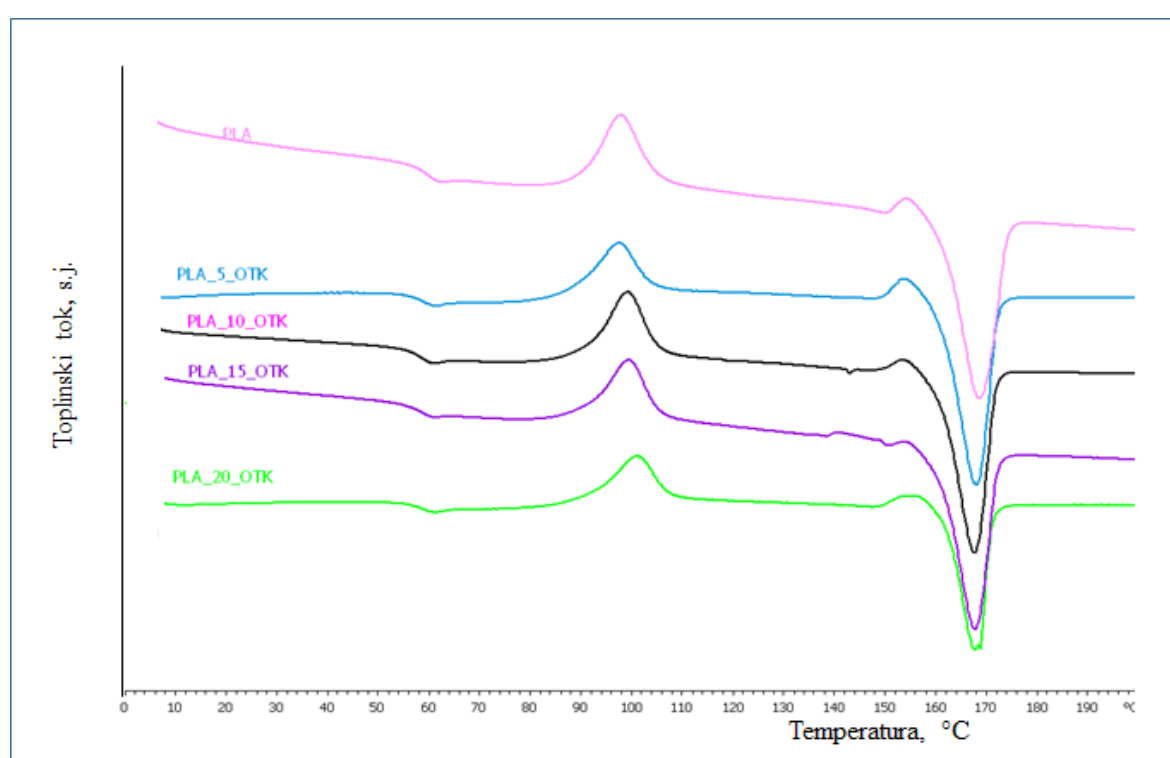
Uzorci PLA_OTK biokompozita nakon proces kompostiranja

REZULTATI

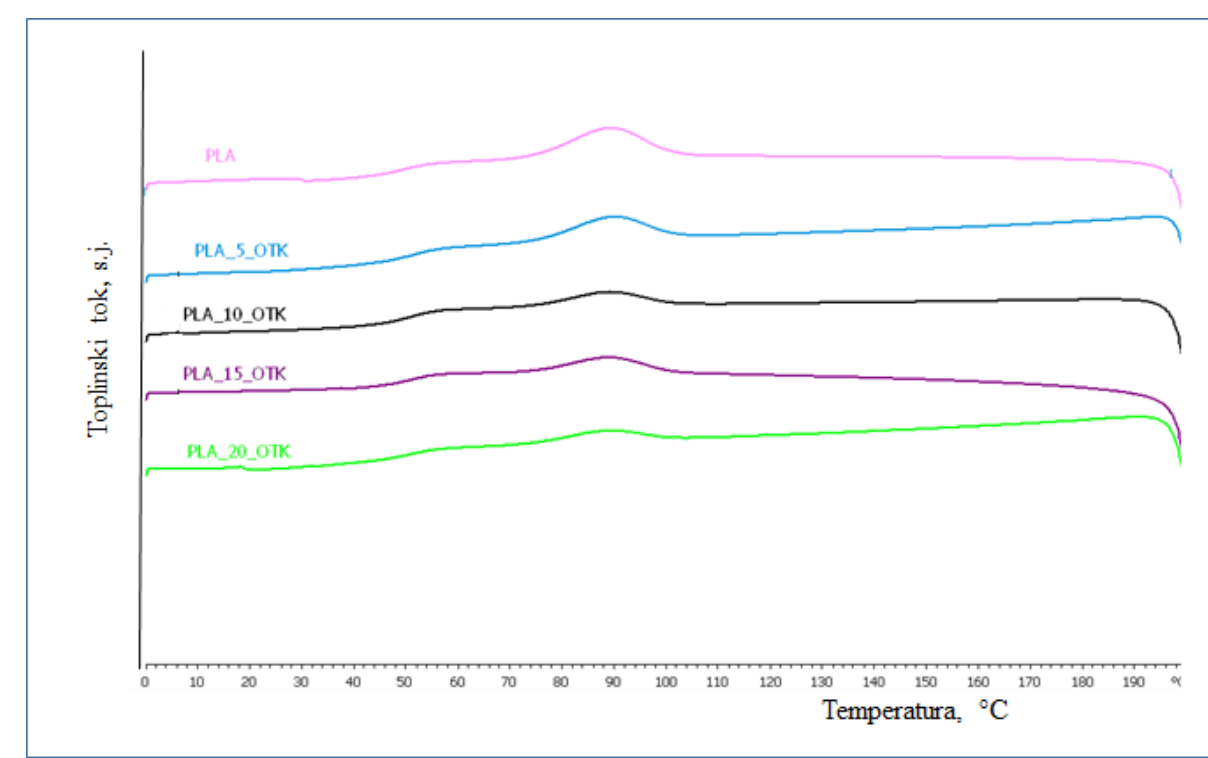
DIFERENCIJALNA PRETRAŽNA KALORIMETRIJA

Rezultati DSC analize PLA matrice i PLA_OTK biokompozita

Biokompoziti	T_c (°C)	ΔH_c (Jg ⁻¹)	T_g (°C)	T_{cc1} (°C)	ΔH_{cc1} (Jg ⁻¹)	T_{exo} (°C)	ΔH_{exo} (Jg ⁻¹)	T_m (°C)	ΔH_m (Jg ⁻¹)	χ_c (%)
PLA	90,1	7,0	59,3	98,1	22,7	154,5	2,4	168,9	42,6	31,9
PLA_5_OTK	90,0	9,4	58,0	97,3	17,9	154,2	3,4	168,2	38,7	30,9
PLA_10_OTK	90,6	4,9	57,7	99,3	19,7	153,7	1,9	168,0	37,2	29,4
PLA_15_OTK	89,6	5,7	58,7	99,6	17,9	154,8	1,3	167,9	35,6	29,8
PLA_20_OTK	89,1	4,7	58,2	101,0	15,4	155,8	2,4	168,0	24,7	26,9



DSC termogrami 2. ciklusa zagrijavanja PLA matrice i PLA_OTK biokompozita

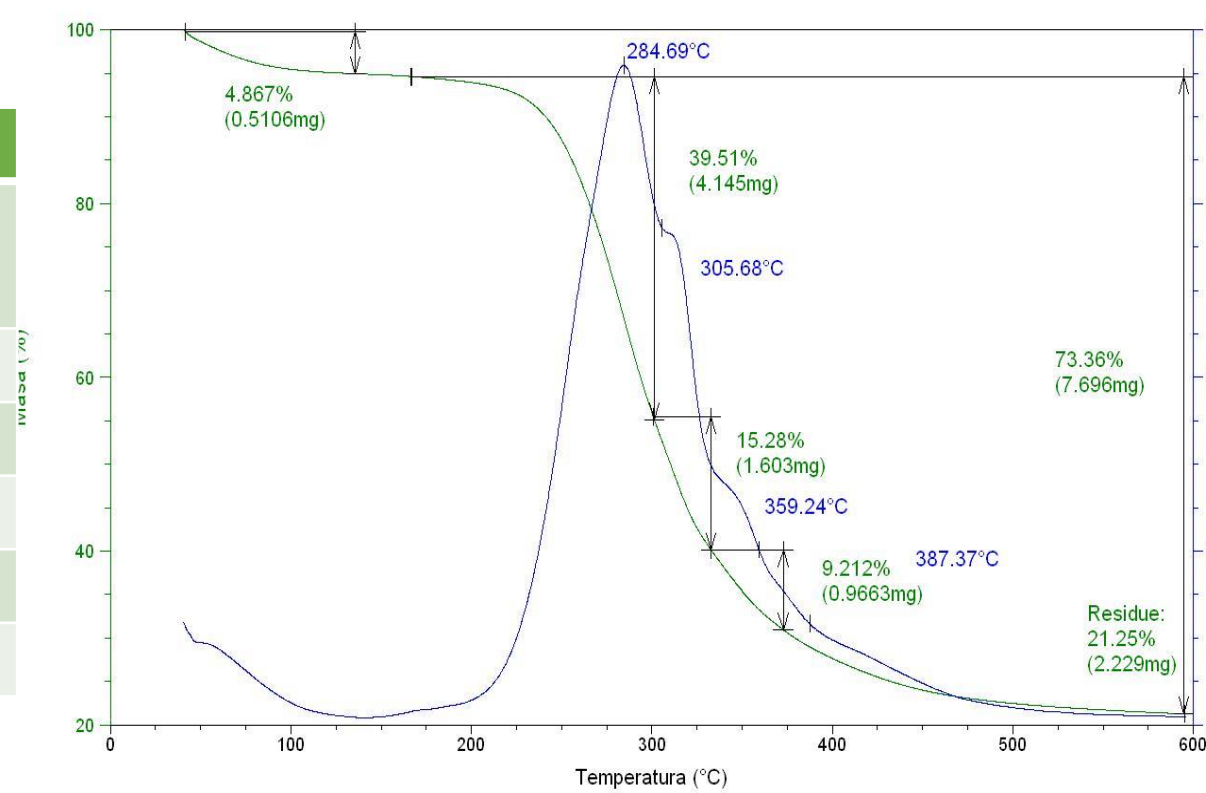


DSC termogrami ciklusa hlađenja PLA matrice i PLA_OTK biokompozitima

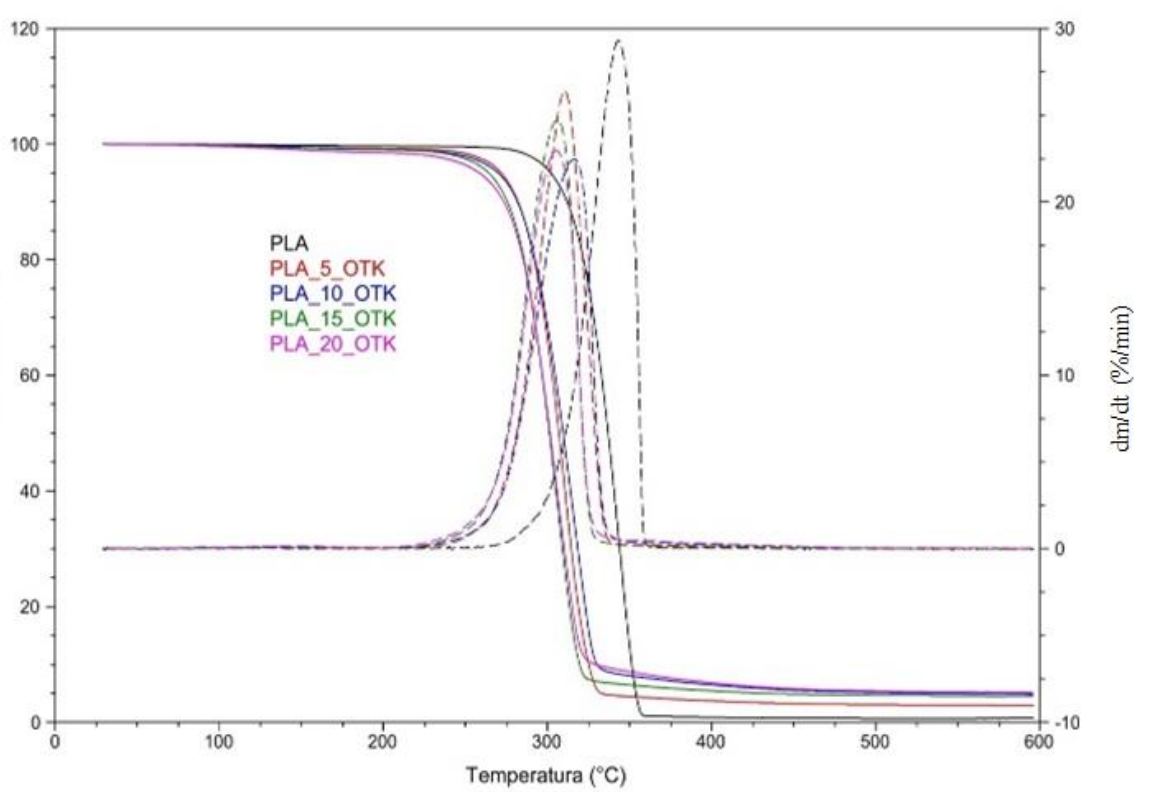
TERMOGRAVIMETRIJSKA ANALIZA

Rezultati termogravimetrijske analize biokompozita PLA_OTK

Biokompoziti	TG					DTG
	$T_{poč.}$ (°C)	T_{50} (°C)	Δm (%)	$T_{kraj.}$ (°C)	$R_{600°C}$ (%)	T_{max} (°C)
PLA	302,0	336,9	98,7	354,2	0,685	343,0
PLA_5_OTK	271,7	306,9	96,5	327,3	2,908	310,5
PLA_10_OTK	269,9	309,4	94,7	327,8	4,881	317,9
PLA_15_OTK	264,2	301,0	94,6	318,3	4,519	306,2
PLA_20_OTK	269,6	301,5	94,6	321,7	5,122	605,5

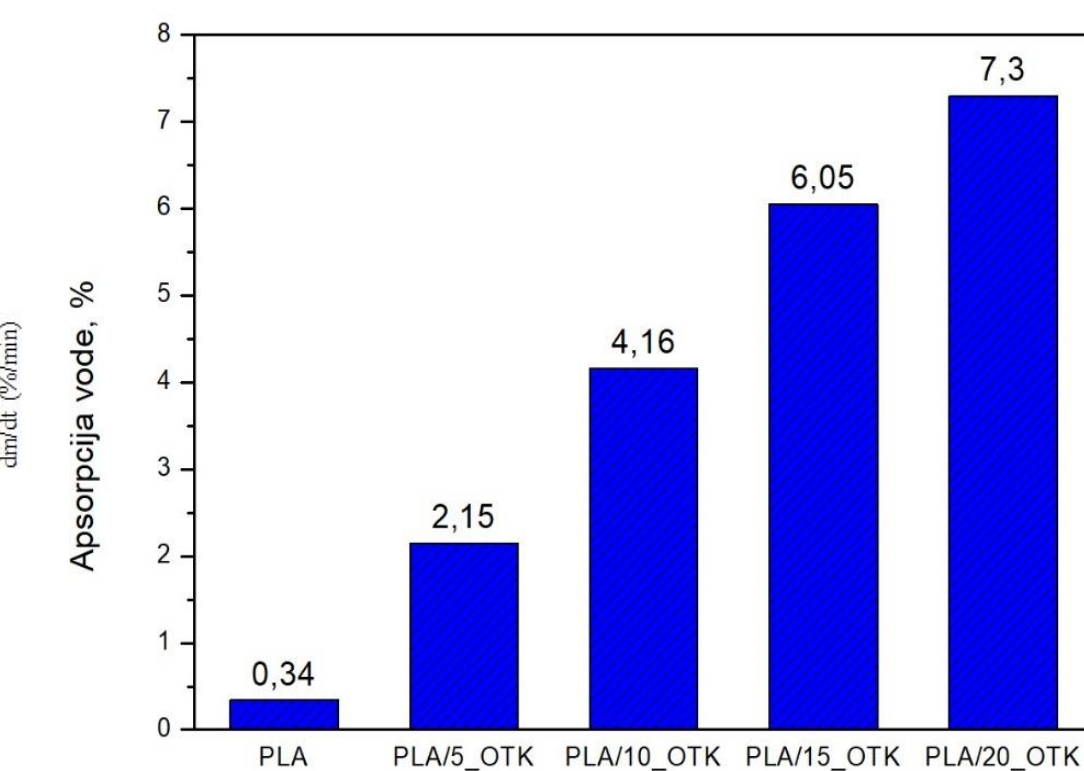


TG/ DTG krivulja otpada taloga kave



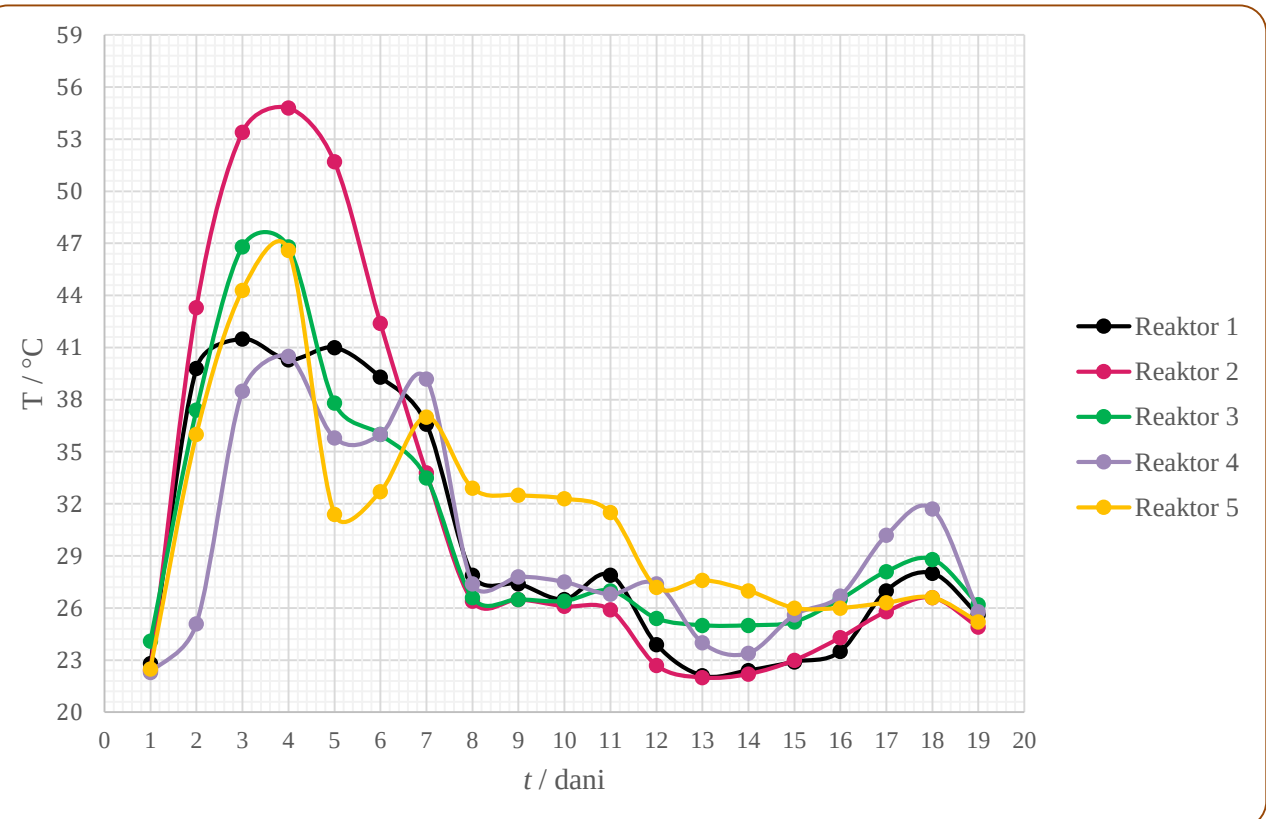
TG/DTG krivulje čistog PLA i biokompozita PLA_OTK

APSORPCIJA VODE

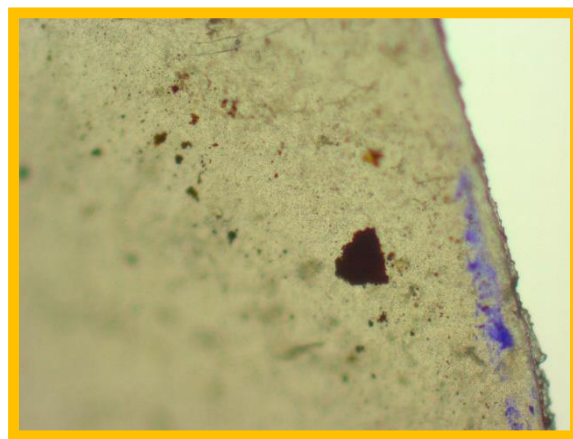


Grafčki prikaz udjela apsorpcije vode u PLA matrici i biokompozitima PLA_OTK

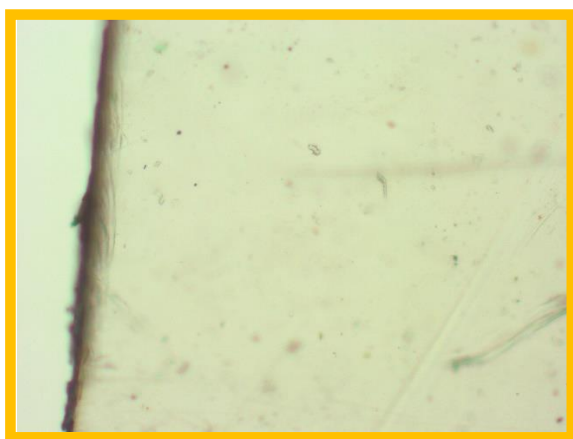
BIORAZGRADNJA BIOKOMPOZITA PLA/OTK PROCESOM KOMPOSTIRANJA



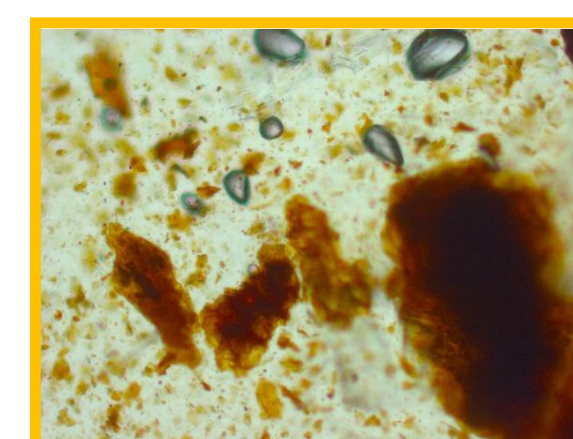
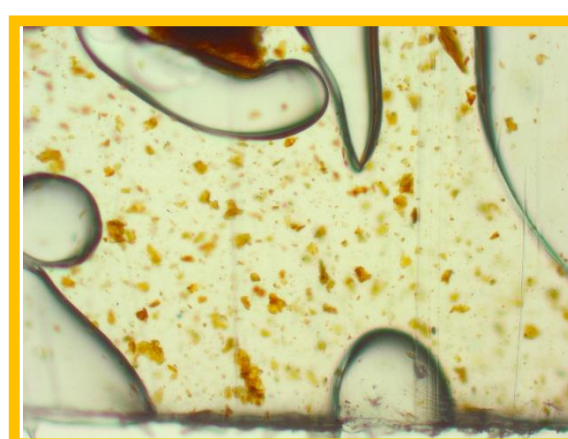
Prikaz temperaturne promjene sustava tijekom 19 dana procesa kompostiranja



Mikrostruktura čistog PLA;
a) prije i b) poslije kompostiranja



Mikrostruktura biokompozita PLA_5_OTK;
a) prije i b) poslije kompostiranja



Mikrostruktura biokompozita PLA_15_OTK;
a) prije i b) poslije kompostiranja



Prosječna promjena mase biokompozita PLA/OTK tijekom kompostiranja

Biokompoziti	m (početno) / g	m (konačno) / g	Δm / g
PLA	0,00834	0,00834	0,00000
PLA_5_OTK	0,02097	0,02091	0,00006
PLA_10_OTK	0,01558	0,01512	0,00046
PLA_15_OTK	0,00949	0,00892	0,00057
PLA_20_OTK	0,02274	0,02211	0,00063

ZAKLJUČCI

- Dodatkom kao i povećanjem udjela OTK ne dolazi do promjene temperature staklastog prijelaza što ukazuje da dodatak otpada taloga kave kao punila ne utječe na promjenu fleksibilnosti makromolekula
- Iz endotermnih DSC krivulja vidljivo je da dodatkom i povećanjem udjela OTK u PLA matricu temperatura taljenja ostaje nepromijenjena što ukazuje da ne dolazi do promjene unutar kristalne strukture PLA matrice
- Dodatak kao i povećanjem udjela OTK ne utječe znatno na stupanj kristalnosti PLA matrice
- Toplinska razgradnja OTK odvija se u četiri stupnja, prvi stupanj povezan je sa vezanom vodom, zatim slijedi toplinska razgradnja hemiceluloze, celuloze i na kraju lignina
- TGA analizom utvrđeno je da OTK kao punilo snižava toplinsku stabilnost PLA/OTK biokompozita
- Biokompoziti PLA/OTK pokazuju veću apsorpciju vode od PLA matrice zbog izrazito hidrofilnog karaktera prirodnog punila, odnosno otpada taloga kave
- Maksimalna temperatura tijekom procesa kompostiranja postignuta je u reaktoru s biokompozitom s najvećim udjelom OTK te iznosi 54,8°C. Postignuta temperatura govori o aktivnosti mikroorganizama koji razgrađuju organsku tvar i pritom oslobađaju toplinu
- Biokompozit s najvećim udjelom otpada taloga kave (20 mas.%) odražava se najvećim gubitkom mase nakon procesa kompostiranja. Veći udio otpada taloga kave ubrzava kinetiku biorazgradnje kompozita zbog zadržavanja vode uzrokovano hidrofilnim katakterom što doprinosi rastu mikroorganizama
- Iz svjetlosnih mikrofotografija primjećuje se površinski napad mikroorganizama uzoraka s manjim udjelom otpada taloga kave, dok je intenzivnija razgradnja vidljiv kod biokompozita s većim udjelom otpada taloga kave kao punila