

# Aplikace mikrokapslí v polymerní matrici

Bc. Anna Švarcová

---

Diplomová práce  
2020



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav inženýrství polymerů

Akademický rok: 2019/2020

## **ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE** (projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Anna Švarcová**  
Osobní číslo: **T18351**  
Studijní program: **N2808 Chemie a technologie materiálů**  
Studijní obor: **Inženýrství polymerů**  
Forma studia: **Kombinovaná**  
Téma práce: **Aplikace mikrokapslí v polymerní matici**

### **Zásady pro vypracování**

Mikrokapsle obsahující materiál s fázovým přechodem (PCM) lze využít k akumulaci tepelné energie. Aplikací potenciál takových systémů zahrnuje oblasti textilního a energetického průmyslu, stavebnictví a zdravotnictví. Aplikace takových typů mikrokapslí v polymerní matici však dosud není dostatečně prozkoumána.

V rámci diplomové práce se předpokládá:

1. zpracování literární rešerše týkající se daného tématu
2. příprava mikrokapslí s PCM
3. příprava kompozitů typu polymer-mikrokapsle a jejich charakterizace.

Forma zpracování diplomové práce: **Tištěná/elektronická**

**Seznam doporučené literatury:**

1. Sagis Leonard. Microencapsulaton and microspheres for food applications, Academic press, 2015, p.- 434, ISBN: 9780128003503, eBook ISBN: 0780128004180
2. L. F. Cabeza. Advances in Thermal Energy Storage Systems – Methods and Applications, Amsterdam: Elsevier, 2015, p. 572, ISBN 978-1-78242-088-0.
3. Swapan Kumar Ghosh. Functional Coatings: By Polymer Microencapsulation, Wiley-VCH; 1 edition (July 24, 2006), ISBN-10: 352731296X, ISBN-13: 978-3527312962.

Vedoucí diplomové práce: **Ing. Alena Kalendová, Ph.D.**  
Ústav inženýrství polymerů

Datum zadání diplomové práce: **2. ledna 2020**

Termín odevzdání diplomové práce: **15. května 2020**

L.S.

---

**prof. Ing. Roman Čermák, Ph.D.**  
děkan

---

**doc. Ing. Tomáš Sedláček, Ph.D.**  
ředitel ústavu

Ve Zlíně dne 17. února 2020

## PROHLÁŠENÍ AUTORA DIPLOMOVÉ PRÁCE

Beru na vědomí, že:

- diplomová práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému a dostupná k nahlédnutí;
- na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3;
- podle § 60 odst. 1 autorského zákona má Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- podle § 60 odst. 2 a 3 autorského zákona mohu užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- pokud bylo k vypracování diplomové práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tj. k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové práce využít ke komerčním účelům;
- pokud je výstupem diplomové práce jakýkoliv softwarový produkt, považuji se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

### Prohlašuji,

- že jsem na diplomové práci pracovala samostatně a použitou literaturu jsem citovala. V případě publikace výsledků budu uvedena jako spoluautor.
- že odevzdaná verze diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou obsahově totožné.

Ve Zlíně dne:

Jméno a příjmení studenta:

.....  
podpis studenta



## **ABSTRAKT**

Abstrakt česky

V rámci diplomové práce byla vypracována literární rešerše na téma aplikace mikrokapslí v polymerní matrici. Teoretická část poskytuje ucelený přehled o aplikaci a přípravě mikrokapslí, které jsou nedílnou součástí kompozitních materiálů s širokou škálou oblasti použití. Vysvětluje princip mikroenkapsulace, technologický proces pro optimalizaci zachování účinných látek v surovinách a v potravinách, během zpracování a skladování. Čtenáři objasňuje veškeré oblasti použití této metody v praxi. Praktická část navazuje na teoretickou část a zahrnuje metody výroby mikrokapslí a mechanické zkoušky pro lepší představu o vlastnostech polymeru plněného pomocí mikročástic.

Klíčová slova:

Mikročástice, mikrokapsle, matrice, mikroenkapsulace, koacervace, EVA, extruze

## **ABSTRACT**

Abstrakt ve světovém jazyce

In the frame of this thesis, a literature review was written on the topic of application of microcapsules in a polymer matrix. The theoretical part provides a comprehensive overview of the application and creation of microcapsules, which are an integral part of composite materials with wide range of applications. It explains the principle of microencapsulation, the technological process to optimize the conservation of active substances in raw materials in food, during processing and storage and shows to the reader all of this method in practice. The practical part continues to the theoretical part includes of microcapsules methods and production as a mechanical testing for better understanding of the properties of the polymer filled by microcapsules.

Keywords:

Microparticles, microcapsules, matrices, microencapsulation, EVA, extrusion

Mé největší poděkování patří vedoucí diplomové práce a skvělé učitelce Ing. Aleně Kalendové, PhD., která mě po celou dobu tvorby této závěrečné práce vedla a pomáhala mi k jejímu dokončení. Děkuji pí. Kalendové za podporu v tomto obzvláště nelehkém roce a díky jejíž výuce na Fakultě technologické jsem si závěrečnou práci vybrala právě u ní. Dále bych chtěla poděkovat všem svým nadřízeným a kolegům, za umožnění tvorby a studia při služebním poměru. V neposlední řadě bych chtěla poděkovat rodině, která při mně stála.

Prohlašuji, že odevzdaná verze diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

# OBSAH

ÚVOD .....	8
<b>I TEORETICKÁ ČÁST .....</b>	<b>9</b>
<b>1 KOMPOZITNÍ MATERIÁLY .....</b>	<b>10</b>
1.1 POLYMERNÍ MATRICE .....	10
1.2 ROZDĚLENÍ KOMPOZITŮ: .....	10
<b>2 MIKROENKAPSULACE.....</b>	<b>13</b>
<b>3 PŘÍPRAVA MIKROKAPSLÍ .....</b>	<b>16</b>
3.1 FYZIKÁLNÍ METODY .....	18
3.1.1 Odpaření/extrakce rozpouštědla .....	18
3.1.2 Odstranění rozpouštědla z emulze o/v .....	18
3.1.3 Odstranění rozpouštědla z emulze v/o/v .....	19
3.1.4 Odstranění rozpouštědla z nevodné emulze o1/o2.....	20
3.1.5 Extruze taveniny .....	20
3.1.6 Odstředivá extruze.....	20
3.1.7 Sprejové sušení/chlazení.....	21
3.1.7.1 Sprejové sušení.....	21
3.1.7.2 Sprejové chlazení (prilling) .....	23
3.1.8 Obalování ve fluidní vrstvě .....	23
3.2 CHEMICKÉ METODY .....	25
3.2.1 In situ polymerizace.....	25
3.2.2 Mezfázová polymerace.....	26
3.2.3 Polymerová inkompatibilita.....	26
3.2.4 Síťovací metody.....	26
3.3 FYZIKÁLNĚ-CHEMICKÉ METODY .....	27
3.3.1 Fázová separace (koacervace) .....	27
3.3.2 Jednoduchá koacervace .....	27
3.3.3 Komplexní koacervace .....	29
3.3.4 Sol-gel.....	29
<b>4 MATERIÁLY S FÁZOVÝM PŘECHODEM (PCM).....</b>	<b>31</b>
4.1 APLIKACE MIKROKAPSLÍ.....	32
4.1.1 Systém skladování tepelné energie (TES) .....	32
4.1.2 Kompozitní materiály s PCM .....	35
4.1.3 Tepelná energie.....	36
4.1.3.1 Citelné teplo.....	36
4.1.3.2 Latentní teplo.....	36
4.1.4 Solární energie.....	37
4.1.5 Mikroenkapsulované materiály s fázovým přechodem (MPCM).....	38
4.1.6 Nový PCM materiál s grafitem.....	39
4.2 APLIKACE VE STAVEBNICTVÍ .....	39
4.2.1 Retardéry hoření .....	41
4.3 APLIKACE V TEXTILNÍM PRŮMYSLU.....	42
4.3.1 Inteligentní termoregulační materiály.....	42
4.3.2 Funkční textilie .....	43
4.4 APLIKACE MIKROKAPSLÍ V POTRAVINÁŘSKÉM PRŮMYSLU .....	44
4.4.1 Jídlo a chlazení .....	44
4.4.2 Pekařství: .....	46
4.4.3 Mikroenkapsulace olejů v polymerních maticích.....	48
4.4.4 Citrusové oleje, vonné látky a koření. ....	50
4.4.5 Výroba sýrů: .....	51

4.5	APLIKACE MIKROKAPSLÍ VE FARMACEUTICKÉM PRŮMYSLU .....	52
4.5.1	Aplikace PCM ve zdravotnictví:.....	54
4.5.2	Želatina .....	55
4.5.3	Tvrdé želatinové kapsle HGC:.....	56
4.5.4	Měkké želatinové kapsle SGC:.....	57
<b>II PRAKTICKÁ ČÁST .....</b>		<b>59</b>
<b>5</b>	<b>PŘÍPRAVA MIKROKAPSLÍ .....</b>	<b>60</b>
5.1	POUŽITÉ CHEMIKÁLIE .....	60
5.1.1	Parafínový vosk (WAX).....	60
5.1.2	Polyvinylpyrrolidine PVP.....	61
5.1.3	Montmorillonit jílu .....	62
5.1.4	Styren.....	63
5.1.5	Benzoylperoxid BPO .....	64
5.1.6	Methanol.....	65
5.2	METODY PŘÍPRAVY MIKROKAPSLÍ .....	66
5.2.1	Suspenní polymerace .....	66
5.3	CHARAKTERIZACE MIKROKAPSLÍ.....	68
5.4	VÝSLEDKY HODNOCENÍ MIKROKAPSLÍ.....	69
5.4.1	DSC .....	69
5.4.2	SEM.....	72
<b>6</b>	<b>APLIKACE MIKROKAPSLÍ V POLYMERNÍ MATRICI .....</b>	<b>75</b>
6.1	POUŽITÉ CHEMIKÁLIE .....	75
6.1.1	EVA– Ethylenvinylacetát.....	75
6.1.2	PCM mikrokapsle .....	75
6.2	METODY PŘÍPRAVY KOMPOZITNÍHO MATERIÁLU .....	76
6.2.1	Extruze.....	76
6.2.2	Lisování .....	78
6.3	CHARAKTERIZACE KOMPOZITNÍHO MATERIÁLU.....	78
6.3.1	DSC .....	78
6.3.2	SEM.....	83
6.3.3	Tahové zkoušky .....	96
6.3.4	Tepelná vodivost.....	102
<b>ZÁVĚR .....</b>		<b>113</b>
<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY .....</b>		<b>114</b>
<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK .....</b>		<b>121</b>
<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>		<b>123</b>
<b>SEZNAM TABULEK.....</b>		<b>127</b>
<b>SEZNAM PŘÍLOH.....</b>		<b>128</b>

## ÚVOD

Mikroenkapsulace, proces zapouzdření částic v kapalném nebo pevném skupenství, který výrazně ovlivnil nynější dobu a našel uplatnění téměř ve všech odvětvích průmyslu. Tato technologie se promítla do našich životů převážně při styku s léky, kdy už nejsme nuceni přijímat lžičku rybího tuku a díky čemuž tuto nepříjemnou scénku máme před očima už jen ze sledování starších filmů. Léky s možností postupného uvolňování účinné látky v požadovaném místě a čase působení, při omezení množství nežádoucích a vedlejších účinků jsou nyní dostupné. Ve velké míře nalézáme uplatnění tohoto procesu při ochraně citlivých látek před vlhkostí a kontaktu s okolním prostředím. V potravinářském průmyslu našla tato metoda své využití od řízených enzymatických procesů, přes zapouzdřování bifidobakterií spojených se zráním plísňových sýrů, až po uplatnění v pekařském odvětví. Výrobky u kterých při dávkování mikrokapslí se zapouzdřenou skořicí již nehrozí předčasné, nežádoucí nakynutí těsta. V zemědělství se zasloužila o vznik pozvolně uvolňovaných hnojiv a herbicidů. Mikroenkapsulace nám usnadnila a zpříjemnila naše životy v řadě lidských činností, což mě vedlo k vypracování literární rešerše za účelem poskytnutí informací o tom, co mikroenkapsulace je a kde se s uplatňovanou metodou zapouzdřování můžeme setkat, ať už v běžném životě či méně známých aplikacích s neméně důležitou funkcí. Praktická část nabízí čtenáři jeden z postupů k získání povědomí o tom, jak se mikrokapsle vytváří a jaké jsou jejich fyzikálně-chemické a mechanické vlastnosti.

Předložená diplomová práce si klade za cíl pokusit se připravit polymerní kompozice obsahující mikrokapsle na bázi PS/vosk metodou extruze, neboť tato aplikační oblast není dosud dostatečně prozkoumána. Jako zkušební polymer byl zvolen kopolymer polyethylenu a vinylacetátu. V rámci diplomové práce byly testovány různé teplotní režimy přípravy kompozitních materiálů a následně byly hodnoceny vlastnosti připravených materiálů jak z pohledu morfologie, tak z pohledu ostatních důležitých užitečných vlastností.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

# 1 KOMPOZITNÍ MATERIÁLY

Kompozitní materiály (kompozity) jsou složené materiály, skládající se ze dvou či více složek, z nichž každá plní jinou specifickou funkci a má jiné materiálové vlastnosti, většinou značně odlišné [1].

Kompozitní materiál se skládá z nespojitě (diskontinuální fáze) a spojité fáze, která se nazývá matrice. Diskontinuální fáze, nosná část je obvykle tvrdší a pevnější a nazývá se vyztužení ve formě částic nebo vláken [1].

Základní úlohou mechaniky kompozitních materiálů je stanovení mechanických charakteristik (deformačních a pevnostních) na základě známých mechanických charakteristik složek, při definované struktuře a objemovém složení kompozitu [1].

## 1.1 Polymerní matrice

Hlavní úlohou matrice je zajištění celistvosti kompozitního tělesa, tj. dokonalé spojení nosné části a vytvoření vnějšího tvaru, který musí zajistit řádnou funkci tělesa. Materiálové vlastnosti matrice a plniva musí být v souladu pro dosažení optimálních vlastností celého kompozitu. Specifické funkce matrice je možné vyjádřit v několika bodech:

- Spojuje vlákna (resp. částice u částicových kompozitů) v kompaktní celek.
- Zprostředkuje zatížení vláken v místech vnějšího zatížení, v místech přerušení vláken, mezi vlákny u krátkovláknových kompozitů, mezi vlákny nerovnoměrně zatíženými, přemostňuje trhliny ve vláknech atd.
- Vytváří vnější funkční povrch tělesa a estetický vzhled včetně barvy [1].

Největšího průmyslového rozšíření dosáhly ve světě kompozity na bázi organických pryskyřic vyztužených různými typy keramických/anorganických vláken [2].

## 1.2 Rozdělení kompozitů:

Kompozity lze rozdělit na:

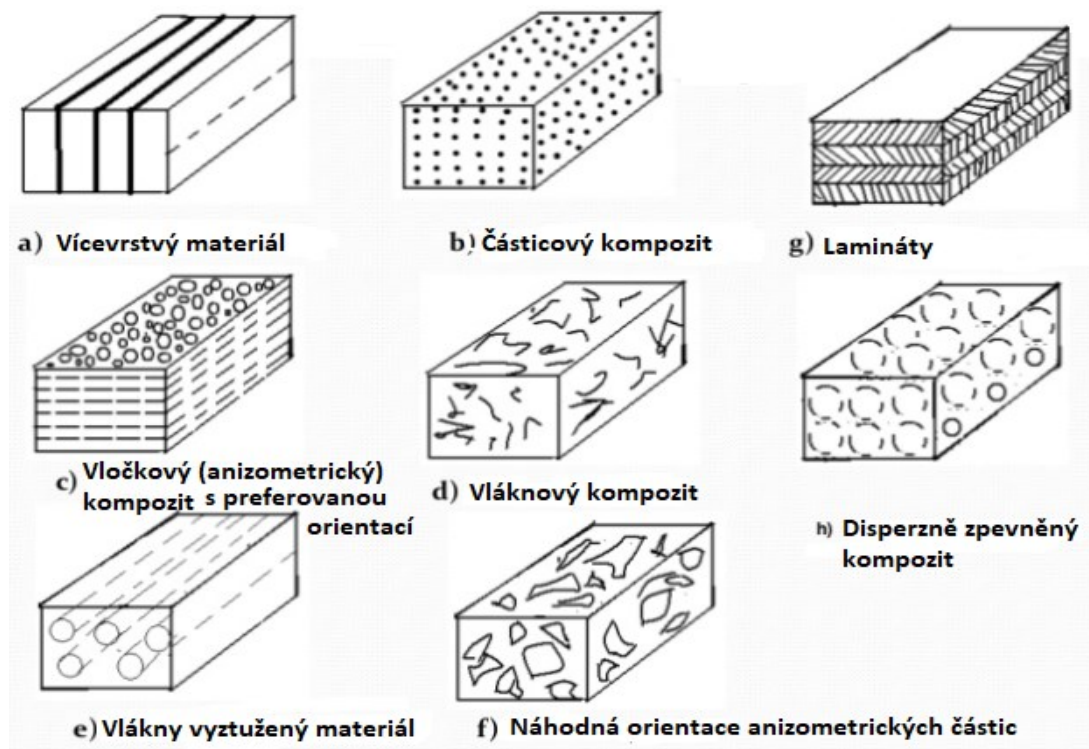
- a) Funkční kompozitní materiály, které lze v souladu se svou funkcí rozdělit na elektricky funkční kompozitní materiály, tepelné funkční kompozitní materiály, optické funkční kompozitní materiály atd [3].
- b) Kompozitní materiály obsahující plniva, která se přidávají do pojiva s cílem zvýšit pevnost, tvrdost, tvarovou stálost, zlepšit zpracovatelnost, snížit

hořlavost a smrštění a většinou také pro zlevnění produktu. Nejužívanějšími plnivy jsou uhličitán vápenatý (křída), mastek, kaolin, křemenná moučka, hydroxid hlinitý (snížení hořlavosti), oxid hořečnatý, vločky kysličníku hlinitého (estetické efekty), kameninová drť atd. Plniva se přidávají podle typu a účelu použití v množství 30–400 hm. dílů na 100 hm. dílů matrice [2].

Dle

Tvaru disperzní fáze (Obr. 1):

- Částicové (s částicemi malými nebo velkými).
- Vlákňové (s dlouhými nebo krátkými vlákny).
- Strukturní (vrstvené).



Obr. 1 Typy kompozitních materiálů dle geometrie výztuže (upraveno z [4])

Typu matrice:

- S kovovou maticí (MMC).
- S keramickou maticí (CMC).
- S polymerní maticí (PMC).

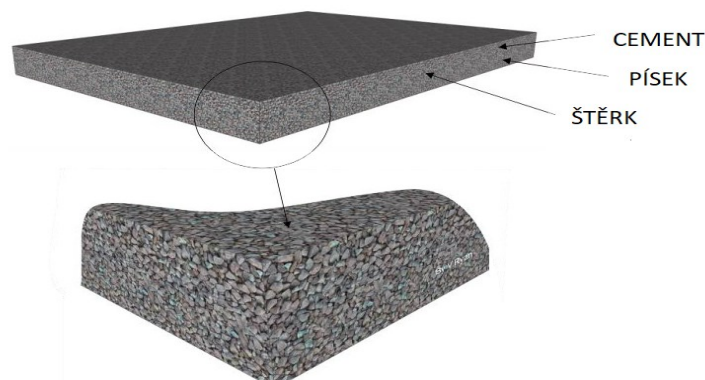


Podle použití:

- Žárupevné.
- Žáruvzdorné.
- Korozivzdorné.
- Aplikace v letectví, strojírenských výrobních technologiích, stavebnictví atd.

Podle struktury:

- Nanokompozity.
- Mikrokompozity.
- Makrokompozity (Obr. 2).



Obr. 2 Částicový kompozit s makročásticemi, beton (upraveno z [5])

### Kompozit s mikročásticemi:

Tyto kompozity se označují jako dispersně zpevněné (zpevnění na atomární či molekulární úrovni). Zpevňující fáze může být kovová i nekovová (karbidy, oxidy, např.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). SAP (Sintered Aluminium Powder) je práškovou metodou vyrobený kompozit. Odlitky z Al zpevněné částicemi SiC [1] [6].

### Výroba kompozitních materiálů

Vlastní výrobní technologie spojení nosné části (vlákna) a pojiva (matrice) závisí do značné míry na materiálu matrice. U kompozitních materiálů s polymerní matricí se používá laminace, extruze<sup>1</sup> či pultruze<sup>1</sup> [1].

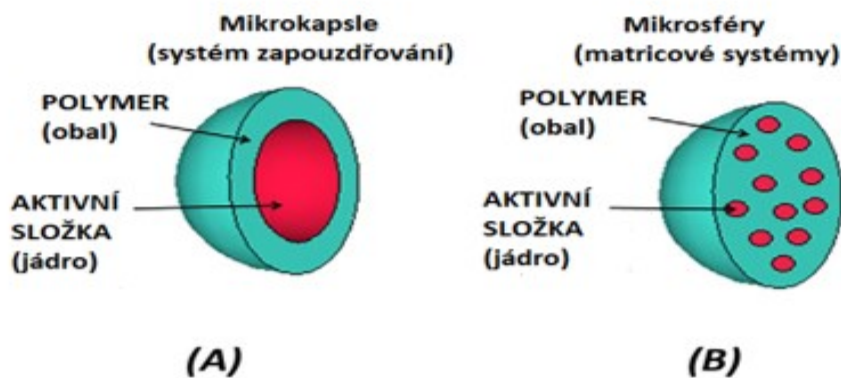
---

<sup>1</sup> Pultruze je proces kontinuální výroby vyztužených pryskyřic různých tvarů a délky tažením. Vstupní materiál je směs tekuté pryskyřice a vláknové výztuže. Proces zahrnuje tažení materiálu přes vyhřívanou ocelovou formu pomocí tažného zařízení [78].

## 2 MIKROENKAPSULACE

Technologie mikroenkapsulace byla poprvé představena společností Green a Schleicher v padesátých letech s patentovou registrací pro přípravu kapslí obsahujících barviva, která byla vyvinuta a začleněna do papíru za účelem kopírování. Mikroenkapsulace jak bylo popsáno výše, umožňuje v dnešní době chránit citlivé mikročástice před vlivem vnějšího prostředí a umožňuje řízené uvolňování těchto mikročástic. Aktivní složka pojmenovaná jako materiál jádra může být dočasně nebo trvale chráněna uvnitř membrány z druhého materiálu, označeného jako zapouzdření nebo stěna materiálu. Výsledné produkty technik mikroenkapsulace jsou označeny mikročásticemi (Obr. 3). Mikročástice lze rozlišit v mikrosférách nebo mikrokapslích, podle jejich vnitřní struktury a morfologie, i když jsou termíny často používány synonymně. Mikrosféry a mikrokapsle se odlišují v systémech zapouzdřovaného materiálu a matricovém systému. Tento technologický přístup byl zkoumán farmaceutickými přípravky (68 %), potravinářským (13 %), kosmetickým (8 %), textilním (5 %), biomedicínským (3 %), zemědělským (2 %) a elektronickým (1 %) průmyslem. Cílem mikroenkapsulace je zvýšení účinnosti vybraných látek v průmyslu. Několik autorů diskutovalo o hlavních výhodách použití mikroenkapsulačních technik v různých průmyslových odvětvích. I přesto je farmaceutický a potravinářský průmysl hlavní hnací silou rozvoje mikroenkapsulace [7].

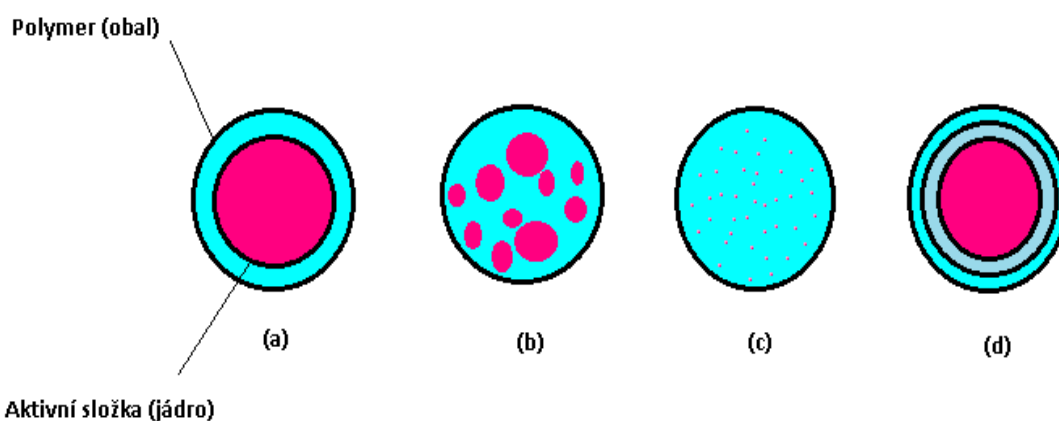
Mikroenkapsulace je dobře známá technika obalení jemných samostatných částic do ochranných vrstev. Tato metoda se běžně používá v různých oborech vědy a technologie k ochraně, separaci, usnadnění manipulace a skladování nebo řízeného uvolňování aktivních materiálů [8].



Obr. 3 Morfologie mikrokapsle: mikrokapsle (A), mikrosféry (B) (upraveno z [7])

Mikroenkapsulace představuje malé, „sbalené“ tvary nazývané mikročástice, mikrosféry nebo mikrokapsle skládající se z jedné nebo více aktivních potravních složek zahrnující jeden nebo více polymerů (Obr. 4). Cílem procesu mikroenkapsulace (Obr. 5) je snížit reaktivitu enkapsulovaného materiálu, chránit enkapsulovaný materiál proti vypařování nebo ztrátě dalších složek, včetně snadnějšího zacházení.

- Uvolnění postupně nebo v určitý čas.
- Částice o průměru mezi 1–1000  $\mu\text{m}$  jsou známé jako mikročástice, mikrokapsle nebo mikrosféry.
- Částice větší než 1 000  $\mu\text{m}$  jsou známé jako makročástice [9].



Obr. 4 Morfologie mikrokapsle: (a) mononukleární, (b) polynukleární, (c) matricová, (d) vícevrstvá (upraveno z [10])

Obecně se mikročástice skládají ze dvou složek:

#### a) Materiál jádra:

Pevným jádrem může být směs aktivních složek, stabilizátorů, ředidel, pomocných látek a retarderů nebo urychlovačů uvolňování. Materiál jádra může být kapalina, pevná látka nebo plyn. Kapalně jádro může být rozpuštěný nebo dispergovaný materiál.

#### b) Obal, stěna, materiál skořepiny:

Kompatibilní, nereaktivní s materiálem jádra. Zajišťuje požadované vlastnosti povlaku, jako je pevnost, pružnost, nepropustnost, optické vlastnosti, nehygroskopičnost, chutnost a stabilita. Materiál stěny je složen z inertního polymer, plastifikátoru, barviva, pryskyřice, vosků a lipidů, látek zvyšující/zpomalující rychlost uvolňování [9].



Obr. 5 Výhody technologie enkapsulace (upraveno z [11])

### 3 PŘÍPRAVA MIKROKAPSLÍ

V současnosti jsou dostupné různé metody přípravy. Nejčastěji se tyto techniky rozdělují podle formovacího mechanismu a stavu skořepiny. Mikroenkapsulační metody lze rozdělit do tří kategorií, a to fyzikální, chemické a fyzikálně–chemické metody:

Fyzikální metody:

- Formování mikročástic odpařením rozpouštědla.
- Extruze.
- Odstředivá extruze.
- Sprejové sušení a chlazení.
- Formování a obalování mikročástic ve fluidní vrstvě.

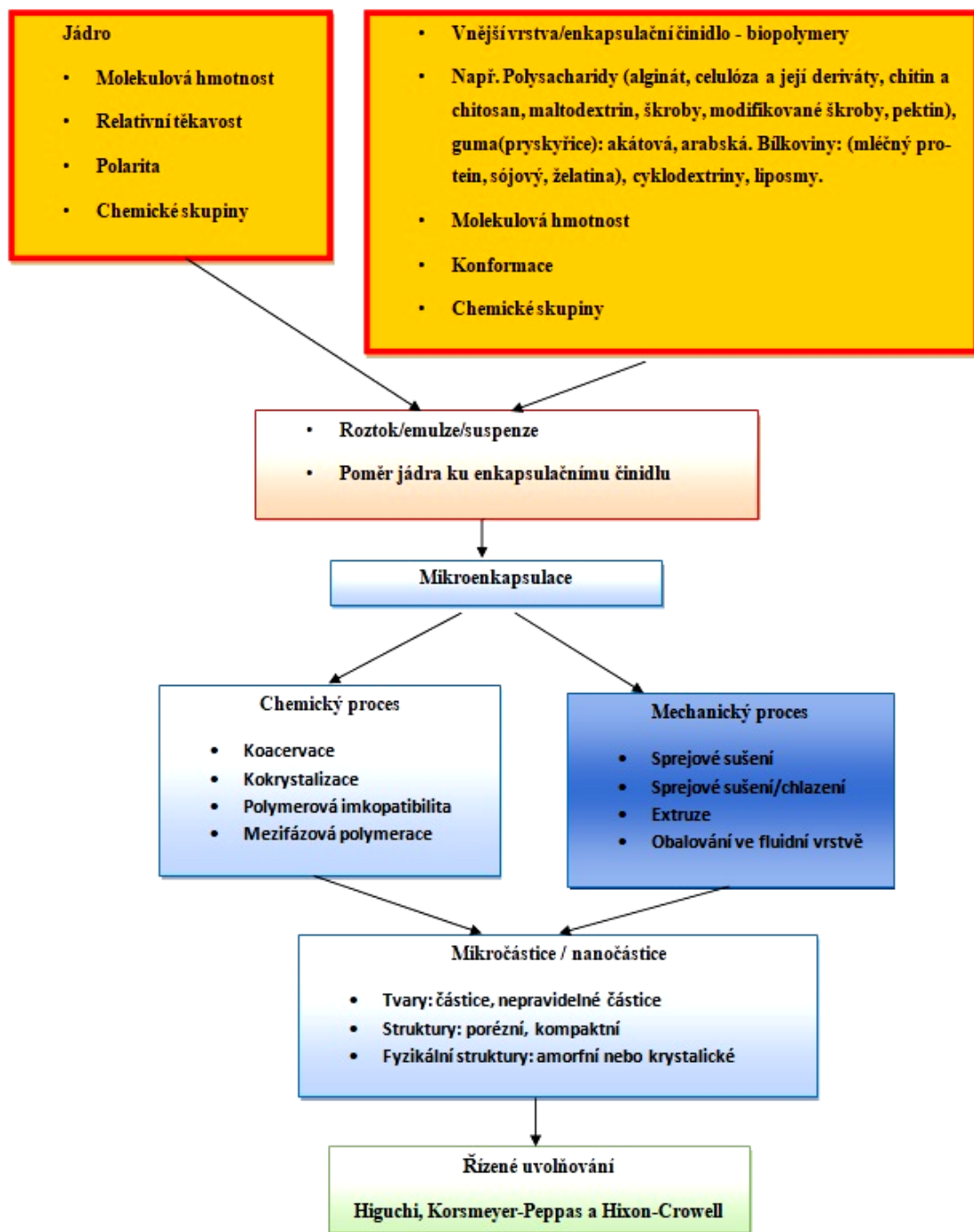
Chemické metody:

- Polymerace in situ.
- Mezipovrchová polymerace.
- Polymerová inkompatibilita.
- Síťovací metody.

Fyzikálně-chemické metody:

- Koacervace neboli fázová separace.
- Sol-gel [12] [13].

Pro přípravu mikrokapslí nelze použít všechny syntetické a přírodní polymery. Některé polymery jsou vhodnější než jiné a za základní kritérium bývá považována schopnost polymeru navázat se na aktivní látku tvořící jádro. Je proto nutná určitá kompatibilita. Princip kompatibility polymer–jádro souvisí s fyzikálně–chemickými interakcemi (iontové, hydrofobní, vodíkové můstky) [12].



Obr. 6 Schéma mikroenkapsulačního procesu (upraveno z [14])

Kokrytalizace<sup>2</sup>

<sup>2</sup> Zahrnuje současnou krystalizaci (nebo precipitaci) materiálu tvořícího jádro a polymerního obalu. Proces je relativně jednoduchý a může nalézt uplatnění zejména tam, kde se nevyžaduje velká tloušťka polymerního obalu [79].

### 3.1 Fyzikální metody

Fyzikální metody mikroenkapsulace jsou založeny na fyzikálních a mechanických principech a tvorba skořápky závisí na fázovém přechodu pevná látka–kapalina. K tomu dochází při zahřívání nebo snížení rozpustnosti v důsledku odpařování rozpouštědla [13].

#### 3.1.1 Odpaření/extrakce rozpouštědla

Metoda odpaření/extrakce rozpouštědla z vnitřní fáze emulze je jednou z nejpoužívanějších metod přípravy mikročástic. Polymerní materiál se nejdříve rozpustí v těkavém organickém rozpouštědle, který představuje vnitřní fázi. Metoda spočívá ve třech krocích:

1. Tvorba roztoku/disperze léčiva do organické polymerní fáze.
2. Emulgace polymerní fáze do vodné fáze obsahující vhodný stabilizátor, čímž se vytvoří emulze o/w.
3. Odstranění organického rozpouštědla z dispergované fáze extrakcí nebo odpařením vedoucím k vysrážení polymeru a tvorbě mikrokapslí.

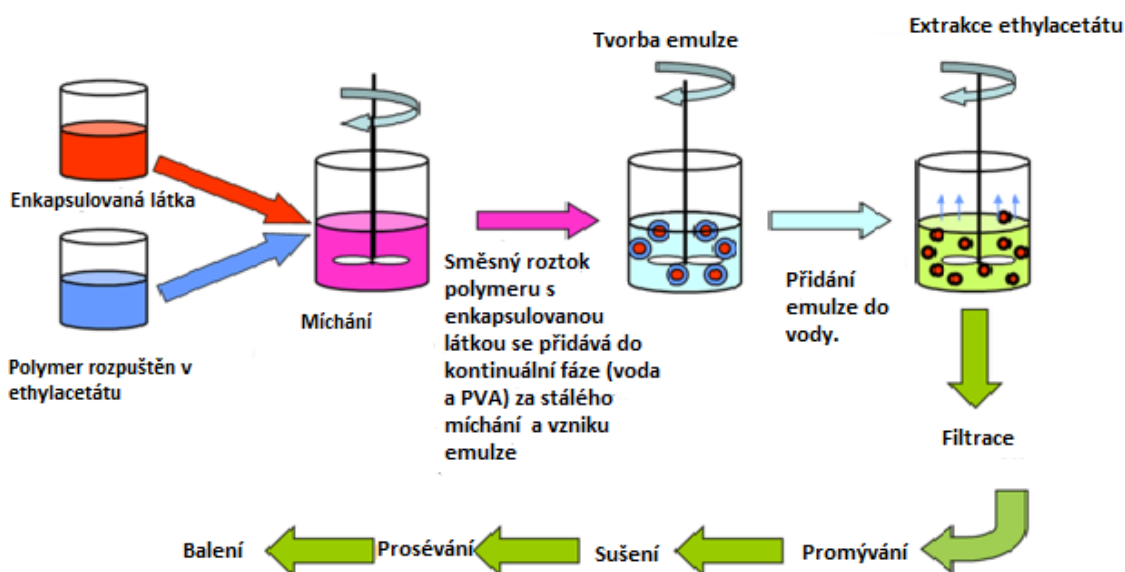
Kritické faktory ovlivňující velikost kapek:

- Rychlost míchání.
- Rozpustnost polymeru ve vnější fázi, polymer se nesmí rozpouštět.
- Mísitelnost fází. Vnější fáze musí být nemísitelná s vnitřní.
- Rychlost odpaření rozpouštědla může záviset na teplotě disperze.

Vzniklé mikrosféry zůstávají suspendované v kontinuální fázi, kde se sbírají filtrací nebo odstředěním, a jsou pak následně promyty a vysušeny. Sušení probíhá za sníženého tlaku nebo lyofilizací (sušení mrazem), čímž se získává volně tekoucí prášek [9] [12].

#### 3.1.2 Odstranění rozpouštědla z emulze o/v

Odstranění rozpouštědla z emulze, kde voda plní roli vnější fáze bývá upřednostňována oproti jiným fázím. Tato metoda je ekonomičtější a šetrnější k životnímu prostředí. V první fázi se polymer rozpustí v organickém rozpouštědle např. dichlormethanu, chloroformu nebo ethylacetátu (Obr. 7). Následně se v tomto médiu disperguje enkapsulovaná látka a celá směs je emulgována do vnější vodné fáze obsahující vhodný emulgátor. Látka může být v pevném stavu, nebo ve formě netěkavé kapaliny [12].



Obr. 7 Metoda odpaření rozpouštědla, ilustrace vývojového diagramu [15]

### 3.1.3 Odstranění rozpouštědla z emulze v/o/v

Tato metoda je vhodná zejména pro snadno rozpustná léčiva, která se zpracovávají ve formě vodného roztoku do organického rozpouštědla za vzniku primární emulze typu v/o. Tato emulze, která je často stabilizována neiontovými emulgátory, je následně emulgována do vnější vodné fáze za vzniku dvojité emulze typu v/o/v. Samovolné difuzi účinné látky mezi vodnými fázemi brání organická fáze.

Vlastnosti konečného produktu jsou pak ovlivňovány:

- Rozpustností a koncentrací léčiva.
- Typem polymeru.
- Typem organického rozpouštědla.
- Typem a koncentrací emulgátoru.
- Teplotou a viskozitou emulze.

Tato metoda se využívá k přípravě mikrokapslí obsahující peptid leuprolelin určený k subkutánnímu podání ve formě suspenze při léčbě rakoviny prostaty. Léková forma zajišťuje kontinuální uvolňování peptidu do organismu po dobu 1 měsíce, čímž se výrazně zvyšuje předpoklad úspěšné léčby pacienta [12].



### 3.1.4 Odstranění rozpouštědla z nevodné emulze o1/o2

U této metody je vnější kontinuální vodná fáze nahrazena olejovou fází. Dispergovaná fáze musí být zcela nemísitelná s kontinuální fází.

Zahrnuje:

- Minerální oleje.
- Rostlinné oleje.
- Netěkavá organická rozpouštědla.

Metoda je vhodná zejména pro hydrofilní léčiva, kterými mohou být například cytostatika, protizánětlivá léčiva a antimalarika. Nevýhodou této techniky může být omezené množství léčiv vhodných k enkapsulaci a manipulace s nevodnými rozpouštědly, která jsou často drahá a musí se recyklovat [12].

### 3.1.5 Extruze taveniny

Tento proces smíme nazývat extruzí taveniny, zapouzdření taveniny nebo Durarome proces. Během vytlačování se na perforovaném povrchu síta s malým průměrem vytvoří tenký viskózní film a částice, které mají být zapouzdřeny, jsou protlačeny tímto perforovaným povrchem. Pro toto vytlačování se používají odstředivky specifického designu. Materiál se dále chladí na vzduchu nebo padáním do vytvrzovací lázně. V lázni dochází ke zpevnování a uzavření aktivní látky do polymerní matrice. Nejčastěji používanou vytvrzovací lázní bývá isopropylalkohol. Vzniklá vlákna, dlouhé cylindrické provazce se pak rozemelou a prosejí na požadovanou velikost částic. Obecně produkt obsahuje 8 až 20 % aroma, i když velikost kapslí je obecně poměrně velká (~ 500 mikronů) [16] [12] [17].

V praxi se tato metoda používá hlavně v potravinářství pro přípravu mikročástic s obsahem citrusové silice. Povlak na bázi cukru je vhodný především pro cukrářské aplikace [12] [17].

### 3.1.6 Odstředivá extruze

Metoda využívá dvojité kapilární zařízení. Náplň mikrotobolky a obalový materiál jsou dávkovány vnitřním a vnějším ústím sousedě dvojité kapiláry (trysky).

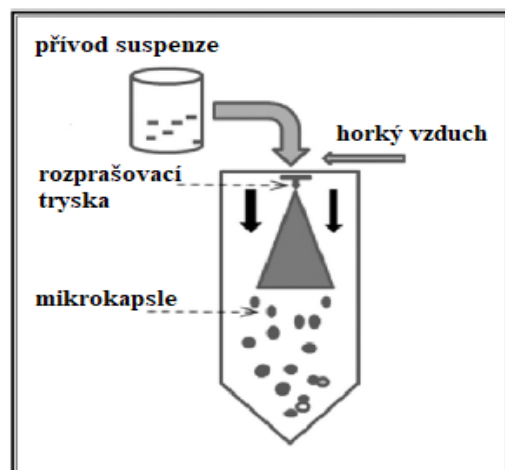
Obal jádra je tvořený:

- a) Materiálem, který je kapalný při teplotě místnosti.
- b) Pevnými látkami, jejichž teplota tání je menší než 80 °C (tavenina).
- c) Disperzemi účinných látek.

Podmínkou metody je však vzájemná nemísitelnost obalového materiálu a jádra mikrotobolky, které bývá také kapalné. Ve špičce trysky vytvoří kapaliny jednotný proud. Rotací zařízení se vytváří odstředivá síla, díky které se provazce materiálu rozlamují na menší kapky. Ty jsou poté dávkovány do vytvrzovací lázně, kde dochází ke zpevnění obalu ochlazením, odstraněním rozpouštědla nebo zesíťováním mikročásticemi. Enkapsulační účinnost je vysoká a může dosahovat až 80 % [12].

### 3.1.7 Sprejové sušení/chlazení

Tvorba mikročástic na (Obr. 8) základě změny teploty vnějšího prostředí je principem metod sprejového sušení a sprejového chlazení. Zatímco u sprejového chlazení je tavenina vstříkována do komory se studeným vzduchem, principem sprejového sušení je odpaření rozpouštědla z mikročástic v komoře s horkým vzduchem. Tato technika přeměňuje kapalné látky na práškový produkt v uzavřeném systému a v jediné výrobní operaci [12].



Obr. 8 Tvorba mikrokapslí principem sprejového rozprašování [18]

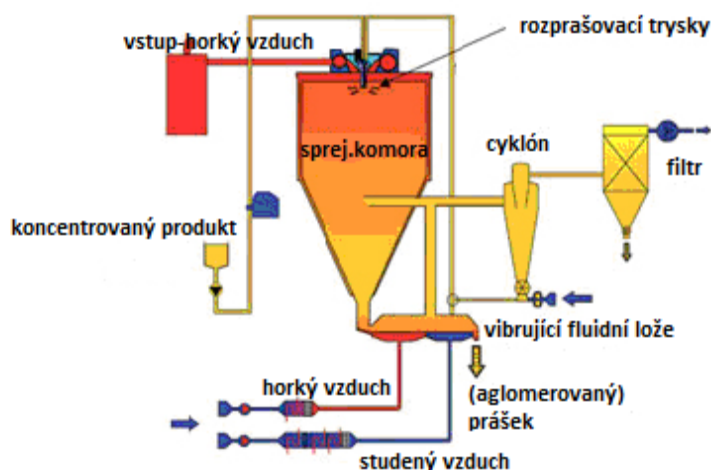
#### 3.1.7.1 Sprejové sušení

Tradičně nejběžnější metoda mikroenkapsulace složek potravin. Sušení rozprašováním je proces, při kterém je kapalná fáze (emulze, suspenze nebo roztok) nucena vytvářet kapičky rozprašovačem nebo rozprašovací tryskou. K přípravě materiálů pro sušení rozprašováním se materiál stěny (např. Maltodextrin, modifikovaný škrob, guma nebo jejich kombinace hydratuje). Příklad nebo složka, která má být zapouzdřena, se přidá k nosiči a homogenizuje se nebo se důkladně promíchá za použití ekvivalentní techniky, čímž se vytvoří malé kapičky.

Proces je tvořen z následujících kroků:

1. Látka je dispergována ve velmi koncentrovaném (40–60 %) vodném nebo organickém roztoku obalového materiálu.
2. Disperze se rozstříkuje do vyhřáté pracovní komory (Obr. 9).
3. Odpařování rozpouštědla z mikrokapek a vznik pevných částic.
4. Vysušené mikročástice pak padají na dno pracovní komory a jsou přesunuty do cyklonového odlučovače prachu, odkud se odebírá finální produkt.

Mikročástice připravené touto metodou se vyznačují velkou pórovitostí a velikostí 10–300  $\mu\text{m}$ . Mají tendenci tvořit aglomeráty. Nižší pórovitosti lze dosáhnout přidávkem plastifikátoru, který urychluje splývání kapek polymeru a tvorbu filmu. Metoda poskytuje řadu výhod, mezi které patří nízká výrobní cena, vysoká enkapsulační účinnost, poměrně malá velikost a dobrá stabilita [19] [17] [12].



Obr. 9 Mechanismus sprejového sušení [17]

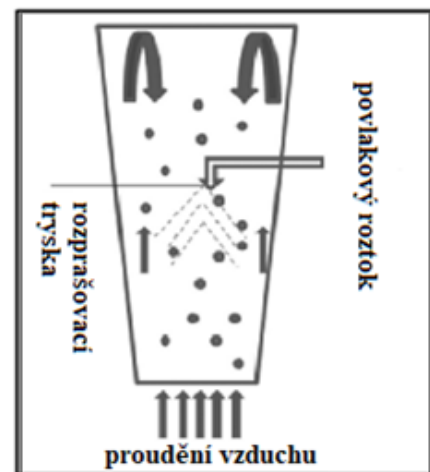
Mikroenkapsulace sprejovým sušením je relativně levný, rychlý a efektivní proces, který se většinou používá pro zapouzdření olejů, barviv, vitamínů a probiotik. Volba enkapsulačního činidla je důležitým krokem při sprejovém sušení, protože ovlivňuje vlastnosti produkovaných mikročástic. Proto je důležité vybrat vhodné materiály a stěny. Nejběžněji používané enkapsulanty jsou syntetické polymery, kopolymery a materiály na biologické bázi, jako jsou bílkoviny, sacharidy / gummy nebo tuky [20].

### 3.1.7.2 Sprejové chlazení (*prilling*)

Prilling někdy nazývaný sprejovým chlazením, chlazením rozprašováním nebo tuhnutím rozprašováním je podobný sprejovému sušení. Účinná látka je dispergována v horké tavenině tuků, vosků, mastných kyselin nebo jejich směsí. Následně se směs vstříkuje do komory se vzduchem, jehož teplota je nižší, než je teplota tání jednotlivých komponent. V těchto případech se však směs ochlazuje a materiál obalu, stěny tuhne kolem aktivní složky. V některých případech lze použít dvě rozprašovací trysky. Mikrokapsle mohou být vyráběny zpravidla o průměru 10 až 400 mikrometrů. V důsledku absence odpařování rozpouštědla během procesu vznikají pevné, málo pórovité mikročástice. Tato technologie byla aplikována na agrochemikálie a léky, ale může být také použita pro příchutě a vůně [12] [17].

### 3.1.8 Obalování ve fluidní vrstvě

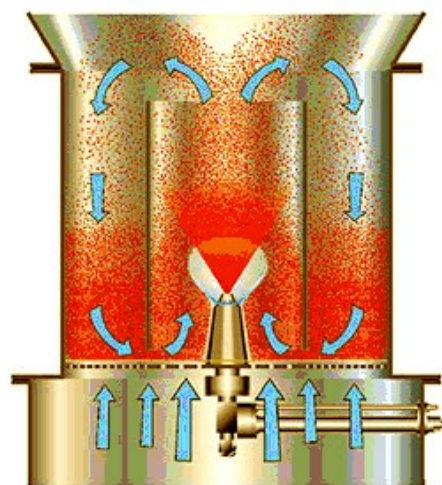
Mikroenkapsulace ve fluidním loži se provádí vytvořením fluidního lože částic rozprašováním roztokem nebo suspenzí materiálu vytvářejícího film. Fluidní vrstvu, tj. vrstvu částic vznášejících se účinkem proudícího vzduchu, jejíž chování připomíná promíchávanou kapalinu. Pevné částice materiálu jádra jsou dispergovány ve svislém proudu vzduchu a stříkány povlakovým materiálem (Obr. 10) (obvykle polymerním roztokem). Na povrchu jader postupně krystalizují rozpouštěné látky. Ty jsou kapilárními silami přitahovány k povrchu částic a po odpaření veškerého rozpouštědla se tvoří pevné můstky. Jejich pevnost závisí na vlastnostech léčiva, pojiva a dalších pomocných látek. Během každého průchodu povlakovací zónou dostává materiál jádra přírůstek materiálu na obalu mikrokapsle. Cyklický proces se během zpracování opakuje několikrát, v závislosti na účelu mikroenkapsulace, požadované tloušťky povlaku nebo na tom, zda jsou částice materiálu jádra důkladně zapouzďeny. Podpůrný proud vzduchu také slouží k sušení produktu během jeho zapouzďení. Rychlosti sušení souvisí s teplotou proudu vzduchu [9] [12].



Obr. 10 Mechanismus obalování

ve fluidní vrstvě [18]

Existují tři typy fluidních zařízení: Na (Obr. 11) zařízení se spodním nástřikem (bottom-spray), zařízení s horním nástřikem (top-spray) a zařízení s tangenciálním nástřikem (tangential-spray), které se liší umístěním trysky. Zařízení se skládají z pracovní komory, ve které fluidují částice pomocí vzduchu přiváděného děrovanou přepážkou na dně komory. V horní části je systém filtrů bránící úletu jemného prášku. Materiál se vlivem fluidizačního vzduchu posunuje do expanzní komory, kde působením gravitační síly spadá zpět do pracovní komory. Nejvíce využívanou metodou při obalování mikročástic je fluidní zařízení se spodním (Wurster) nástřikem zobrazeno [16] [12].



Obr. 11 Zařízení se spodním nástřikem

(bottom-spray) [17]

## 3.2 Chemické metody

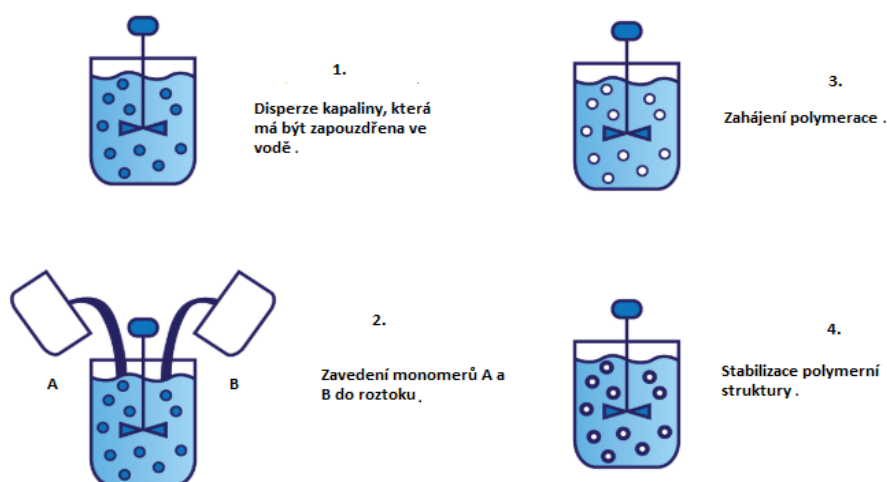
Chemická metoda je založena na chemických reakcích, ve kterých monomery s malými molekulami polymerují za vzniku polymerního obalu [13].

### 3.2.1 In situ polymerizace

Polymerace in situ je široký pojem, který zahrnuje:

- Suspenzní polymeraci.
- Emulzní polymeraci.
- Disperzní polymeraci.

Polymerizace in situ (Obr. 12) je metoda velmi blízká mezifázové polymeraci (IFP). Metoda zahrnuje reakci monomerní jednotky umístěné na rozhraní existujícím mezi látkou materiálu jádra a kontinuální fází, ve které je materiál jádra dispergován. Liší se v tom, že u metody in situ probíhá polymerace pouze ve vnější kontinuální fázi a na fázovém rozhraní. V případě polymerace *in situ* je monomer nebo prepolymer přítomen pouze v jediné fázi reakční směsi, zatímco v mezifázové polymeraci každá z kapalných fází obsahuje alespoň jeden reaktivní monomer. Prepolymer vzniklý v první fázi se ukládá na povrchu dispergovaných jader, kde dochází k síťování polymerních řetězců a vzniku obalu mikrokapsle. Metoda je velmi využívána při přípravě mikrotobolek s obsahem bezuhlíkatého inkoustu nebo parfémových testrů používaných v marketingových produktech kosmetických firem. Parfémy enkapsulované do mikročástic uvolňují začleněný parfém mechanickým namáháním [9] [12].



Obr. 12 In situ polymerace [21]

### 3.2.2 Mezifázová polymerace

Mezifázová polymerace obecně používá dva monomery, které reagují na rozhraní kapičky, což vede k vytvoření kapsle. Polymerací dvou monomerů na povrchu kapky nebo pevné částice se vytvoří obal mikrokapsle. V případě, že dojde k rozpuštění výchozích monomerů zvláště ve vzájemně nemísitelných rozpouštědlech (např. voda a alkan) a poté se tyto roztoky smíchají dohromady, monomery se začnou hromadit na mezifázi, kde spolu reagují a vytváří tenký polymerní film. V průběhu reakce se vytváří stále silnější membrána až do úplného spotřebování rozpuštěných monomerů.

Vzniklé mikrokapsle se filtrují, promývají vodou a vysouší se rychlým promytím acetonem. Mezipovrchová polymerace nachází uplatnění především při enkapsulaci biologických molekul a proteinů. Metoda se také využívá v kosmetickém průmyslu pro přípravu polyamidových mikrokapslí s obsahem jojobového oleje [19] [12].

### 3.2.3 Polymerová inkompatibilita

Princip této metody spočívá ve smísení dvou vzájemně nekompatibilních polymerů rozpuštěných v rozpouštědlech. Díky vzájemné nekompatibilitě dochází k oddělení polymerních fází v důsledku odpuzování polymerních molekul. Obal mikrokapsle tvoří pouze jeden z polymerů. Druhý polymer je přítomen za účelem vyvolání fázové separace. V obalu mikrokapsle se nevyskytuje, někdy se však jeho přítomnost v obalu mikrokapsle může objevit, a to ve formě nečistot.

Mikrokapsle získané touto metodou mají obvykle velikost 200–800  $\mu\text{m}$  a nepravidelný tvar. Jejich uplatnění souvisí především s nepříjemným maskováním chuti a pro prodloužené uvolňování léčiva. Příkladem komerčně enkapsulovaných léčivých látek je například chlorid draselný a kyselina acetylsalicylová [12].

### 3.2.4 Síťovací metody

Tvorba mikrokapslí touto technikou zahrnuje disperzi vodného roztoku materiálu jádra obsahujícího polymer v nemísitelném organickém rozpouštědle (suspensní/disperzní médium) ve formě malých kapiček. Suspensní médium obsahuje vhodný stabilizátor pro udržení samostatných kapiček/mikrokapslí. Kapičky jsou následně zesíťovány principem založeným na tvorbě kovalentních vazeb mezi polymerem a aktivní látkou. Způsob zesíťování se provádí buď tepelně (při  $T > 500$  °C) nebo za použití síťovacího činidla (glutaraldehyd, formaldehyd, tereftaloylchlorid nebo přírodní látka genepin). Mezi interakce

založené pouze na fyzikálních (elektrostatických) silách patří iontová gelace, kdy dochází k zesíťování polyelektrolytů v přítomnosti polyvalentních iontů. Síťování je všestrannou metodou a lze ji použít pro mikroenkapsulaci rozpustných, nerozpustných, kapalných nebo pevných materiálů jak pro výrobu mikrokapslí, tak i nanokapslí [19] [12].

### 3.3 Fyzikálně-chemické metody

Ve fyzikálně-chemickém mikroenkapsulačním procesu se předem rozpuštěné materiály tvořící skořepinu vysrážejí z roztoku po změně teploty, hodnoty pH nebo koncentrace elektrolytu a postupně se ukládají na povrch materiálu jádra za vzniku skořepiny. Konečná morfologie mikrokapslí závisí hlavně na morfologii základních materiálů [13]

#### 3.3.1 Fázová separace (koacervace)

Koacervace je metoda fázové separace polymerního roztoku, při které dochází k rozdělení na dvě nemísitelné kapalně fáze, z nichž jedna je bohatá na makromolekulární fázi označuje se jako koacervační fáze, a druhá, zředěná, se nazývá koacervační médium neboli supernatant. K dispozici jsou dvě metody koacervace, a to jednoduchá a komplexní. Mechanismus tvorby mikrokapslí pro oba procesy je stejný, s výjimkou způsobu, jakým je fázová separace prováděna. Koacervace se obvykle používá k zapouzdření aromatických olejů a může být také upravena pro zapouzdření rybích tuků, živin, vitamínů, konzervačních látek a enzymů. [9] [12].

#### 3.3.2 Jednoduchá koacervace

Jednoduchá koacervace (Obr. 13) je děj, kdy fázová separace nastává v přítomnosti jednoho typu makromolekulární látky na rozdíl od komplexní koacervace, která probíhá v přítomnosti dvou a více opačně nabitých polymerů.

Obecně proces jednoduché koacervace sestává ze třech kroků za neustálého míchání, třech nemísitelných fází:

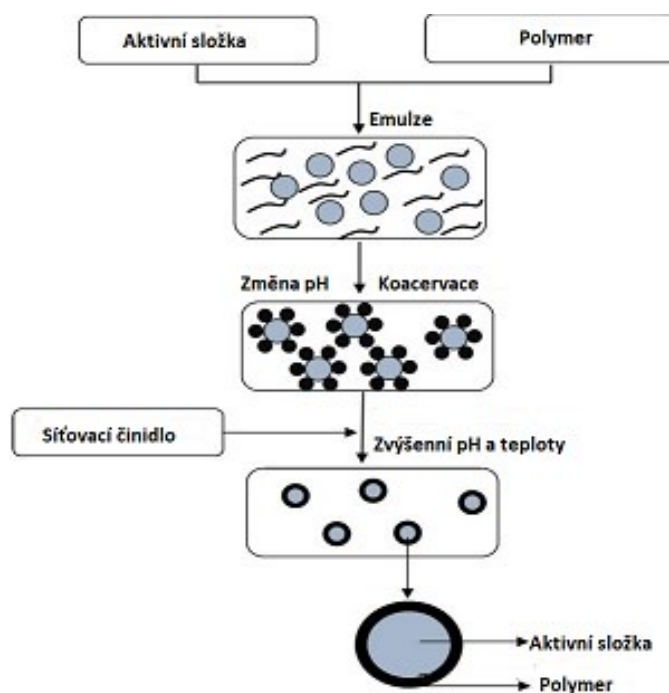
1. Kapalná fáze.
2. Fáze materiálu jádra.
3. Fáze materiálu obalu, (stěny).



Obal materiálu jádra je vytvořen:

- Změnou teploty.
- Přidáním nekompatibilního polymeru.
- Přidáním soli.
- Interakcí polymer-polymer.

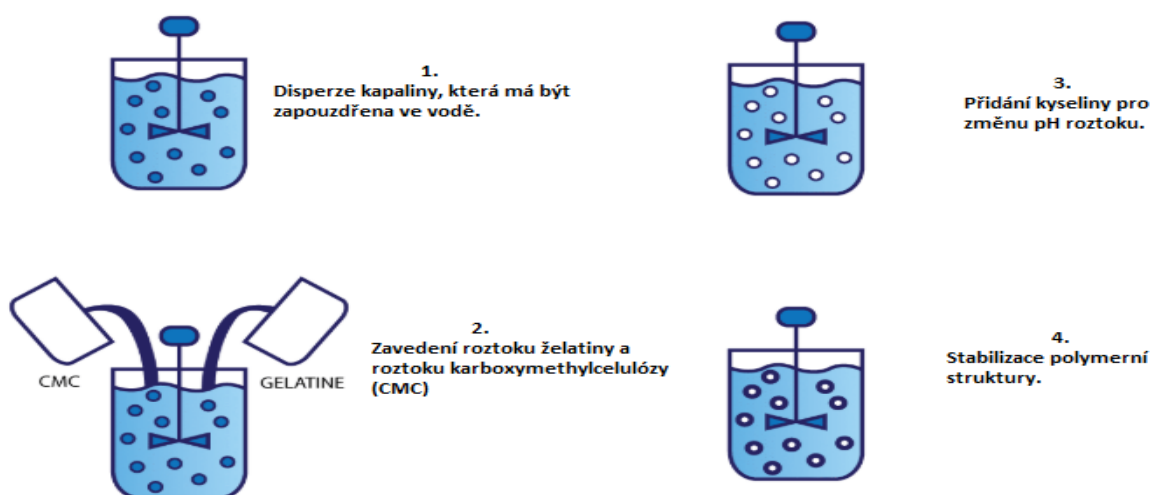
Během jednoduché i komplexní koacervace se vytváří drobné kapky, které se usazují nebo spojují a vytváří oddělenou koacervovanou fázi. V jednoduché koacervaci se pro separaci fází přidává síťovací činidlo, zatímco u komplexní koacervace je separace zajištěna dvěma opačně nabitými polymery. Pokud jsou v roztoku přítomná jádra, kapky koacervátu se kolem nich hromadí a po přidání vhodného síťovacího činidla (např. glutaraldehydu nebo při použití zvýšené teploty) vytváří stěnu mikrokapslí. Mícháním roztoku se může předejít shlukování a sedimentaci kapek koacervátu. V některých případech je nezbytný přídavek stabilizátoru, aby nedocházelo k slepování výsledných mikrokapslí. Tvorba mikrokapslí koacervací obvykle vyžaduje další kroky pro jejich zpevnění. Těmi mohou být relativně jednoduché procesy vedoucí k odstranění zbytkového rozpouštědla, např. snížení teploty nebo propláchnutí srážecím roztokem či stabilizace síťovacími činidly [9] [12].



Obr. 13 Jednoduchá koacervace (upraveno z [22])

### 3.3.3 Komplexní koacervace

Komplexní koacervaci (Obr. 14) lze vyvolat v systémech s dispergovanými hydrofilními koloidy nesoucími opačné elektrické náboje. Jako kladně nabitý polykationt se používají například želatina typu A nebo chitosan, jako polyanionty se nejčastěji uplatňují arabská klovatina, algináty, polyfosfáty aj. Podstatou je vyrovnávání nábojů na koloidech při vhodně zvoleném pH. Metodě komplexní koacervace se věnuje velká pozornost v oblasti genetiky, v potravinářském průmyslu, zejména pro enkapsulaci silic, umělých sladidel, barviv, konzervačních látek, s vodou nemísitelných olejů (např. vitaminů a rostlinných olejů), a v zemědělském průmyslu, kde se metoda používá pro obalování semen. Mikro kapsle získané komplexní koacervací obsahující 35 % účinné látky pro použití v chemickém bezuhlíkatém materiálu, které bylo možné nanášet přímo na papírenský stroj byly ve své době prodávány po celém světě [12] [21].



Obr. 14 Mikroenkapsulace pomocí komplexní koacervace [21]

### 3.3.4 Sol-gel

Sol-gel enkapsulace je zkratka pro „gelovatění roztoku“. Tento termín označuje proces, ve kterém se sol přidává k roztoku, a střídáním fyzikálně-chemických faktorů se materiál gelovává a vytvrzuje do tvaru kapslí [19].

Název sol-gel je odvozen od skutečnosti, že mikročástice nebo molekul v roztoku (sol) aglomerují, aby vytvořily souvislou síť (gel). Ke spojení částic dochází za kontrolovaných podmínek. Obecně existují dvě techniky sol-gel procesu. První se nazývá tzv. koloidní metoda, druhá je označena jako polymerní (alkoxidová cesta). Rozdíl mezi těmito metodami plyne z použitých výchozích materiálů (prekurzorů) [23].

Obě metody zahrnují suspenzi nebo rozpouštění ve vhodné kapalině. V případě koloidní metody je touto kapalinou obvykle voda. Pro polymerní metodu je touto kapalinou alkohol. Následná aktivace prekurzoru probíhá přidáním kyseliny (HCl) nebo zásady (NaOH). Aktivované prekurzory společně reagují za vzniku sítě. Síť roste a vyvíjí se s časem a teplotu až do požadované velikosti. V tomto okamžiku se viskozita kapaliny zvyšuje exponenciální rychlostí [23].

Touto metodou lze získat ultrajemné nebo kulovitě-tvarované prášky, tenké povlaky, keramická vlákna, mikroporézní anorganické membrány, jednolitě keramiky a skla a extrémně porézní aerogely.

## 4 MATERIÁLY S FÁZOVÝM PŘECHODEM (PCM)

Materiály s fázovým přechodem (PCM, Phase Change materials) jsou látky, které absorbují a uvolňují tepelnou energii během procesu tavení a zmrazování. Když PCM zamrzne, uvolňuje velké množství energie ve formě latentního tepla při relativně konstantní teplotě. Naopak, když se takový materiál roztaví, absorbuje velké množství tepla z okolí. PCM se dobíjí, protože okolní teploty kolísají, takže jsou ideální pro různé každodenní aplikace vyžadující regulaci teploty. Existuje celá řada PCM s různými body tání, které jsou rozděleny do tří kategorií. V roce 1983 se objevila první klasifikace látek používaných pro tepelné skladování a klasifikace PCM a to na:

- Anorganické.
- Organické.
- Eutektické směsi.

Anorganické materiály pro změnu fází jsou klasifikovány jako hydratované a kovové soli. Soli kovů dosud nebyly vážně zvažovány pro tepelné skladování kvůli jejich hmotnosti. Souhrnem, výhody anorganického PCM jsou vysoká entalpie, nízká cena, snadno dostupná, vysoká tepelná vodivost, nehořlavá, nízká změna objemu, kompatibilní s plastovými nádobami a malý dopad na životní prostředí.

Materiály pro změnu organické fáze mohou být parafinové nebo neparafinové. Skládají se z řetězce atomů uhlíku a vodíku. Čisté parafiny například obvykle obsahují od 14 do 40 atomů uhlíku a parafinové vosky od 8 do 15 atomů uhlíku. Parafiny jsou bezpečné, spolehlivé, předvídatelné, nekorozivní, levné, chemicky inertní a stabilní materiály pod 500 °C a vykazují malé změny objemu. Představují však také některé nevýhody, jako je nízká tepelná vodivost a vysoká hořlavost.

Eutektické směsi jsou výsledkem kombinace dvou nebo více sloučenin organických, anorganických nebo obou PCM, takže tyto představují teplotu přechodu blíže k existujícím potřebám ve srovnání s jednotlivými sloučeninami. Hlavní nevýhoda těchto materiálů je vysoká cena, asi dvakrát nebo třikrát vyšší než u organických nebo anorganických PCM, omezené termofyzikální vlastnosti a silný zápach.

Nejčastěji používaným PCM je voda/led. Led je vynikající PCM pro udržování teplot na 0 °C. Bod tuhnutí vody je však pevně nastaven na 0 °C, což z něj činí nevhodný PCM pro většinu aplikací skladování tepelné energie [26] [27] [28].

Pro vyřešení tohoto omezení byly vyvinuty PCM pro použití v širokém rozmezí teplot, od  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  do více než  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Obvykle ukládají 5 až 14krát více tepla na jednotku objemu než materiály, jako je voda, zdivo nebo hornina. Mezi různými možnostmi skladování tepla jsou PCM zvláště atraktivní, protože nabízejí akumulaci energie s vysokou hustotou a akumulují teplo v úzkém teplotním rozsahu [24].

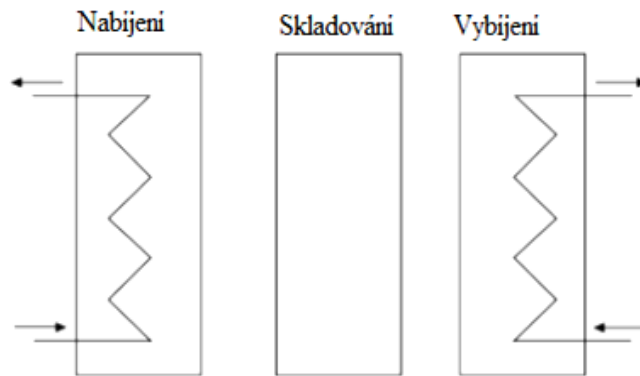
Materiály s fázovým přechodem PCM (Phase Change Materials) jsou považovány za jedny z neúčinnějších materiálů pro skladování energie, protože mohou ukládat nebo uvolňovat velké množství tepelné energie téměř izotermicky, zatímco mají relativně vysokou tepelnou kapacitu a skladovací hustotu a menší změnu teploty během uvolňování energie [25].

Mohou absorbovat a uvolňovat velké množství latentního tepla jako reakci na změny okolní teploty, hlavně při přechodu z pevné látky na kapalnou nebo z kapalnou na pevnou. Na základě tohoto mechanismu jsou PCM schopny regulovat okolní teploty blízké jejich teplotám tání. Přímé řetězce alkanů (n-alkany) známé jako parafíny jsou jednou z organických PCM (OPCM). Bezpečnost, chemická nečinnost, nekorozivita a dobrá tepelné vlastnosti mají své výhody u OPCM. Nicméně, OPCM jsou omezeny na přímé použití ke skladování energie z důvodu: jejich postupného úniku během stavu tání, nízké tepelné vodivosti a hořlavosti. Mezi různými materiály pláště, které lze použít k mikroenkapsulaci parafínů, je škrob jedním z nejvhodnějších materiálů. To je způsobeno jeho schopností ochrany základního materiálu, proveditelností při používání, dostupností, nenákladností a šetrností k životnímu prostředí [26].

## **4.1 Aplikace mikrokapslí**

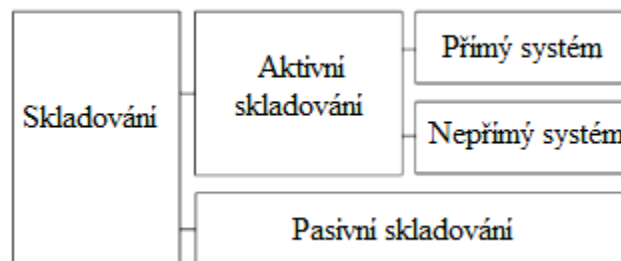
### **4.1.1 Systém skladování tepelné energie (TES)**

Systémy skladování tepelné energie, dále jen TES (Thermal Energy Storage) mohou ukládat teplo nebo chlad, které budou použity později za různých podmínek, jako je teplota, místo nebo energie. Hlavním využitím je překonání nesouladu mezi výrobou energie a spotřebou energie. V systémech TES je energie dodávána do úložného systému, který má být použit později, a zahrnuje tři kroky na obrázku (Obr. 15): nabíjení, skladování a vybíjení, čímž je poskytnut kompletní cyklus skladování tepelné energie [27].



Obr. 15 Cyklus skladování tepelné energie [27]

Úložiště je koncipováno na aktivní nebo pasivní systémy (Obr. 16). Aktivní skladovací systém se vyznačuje nuceným přenosem tepla do skladovacího materiálu. Zásobní materiál cirkuluje prostřednictvím tepelného výměníku, solárního přijímače nebo parního generátoru. Aktivní akumulací systém může být přímý, přičemž teplotonosná tekutina HTF (Heat Transfer Fluid) slouží také jako akumulací médium nebo nepřímý systém, kde se druhé médium používá k akumulaci tepla. Pasivní úložný systémy jsou obecně duální úložné systémy, kde HTF prochází úložištěm pouze pro nabíjení a vybíjení pevného materiálu [27].



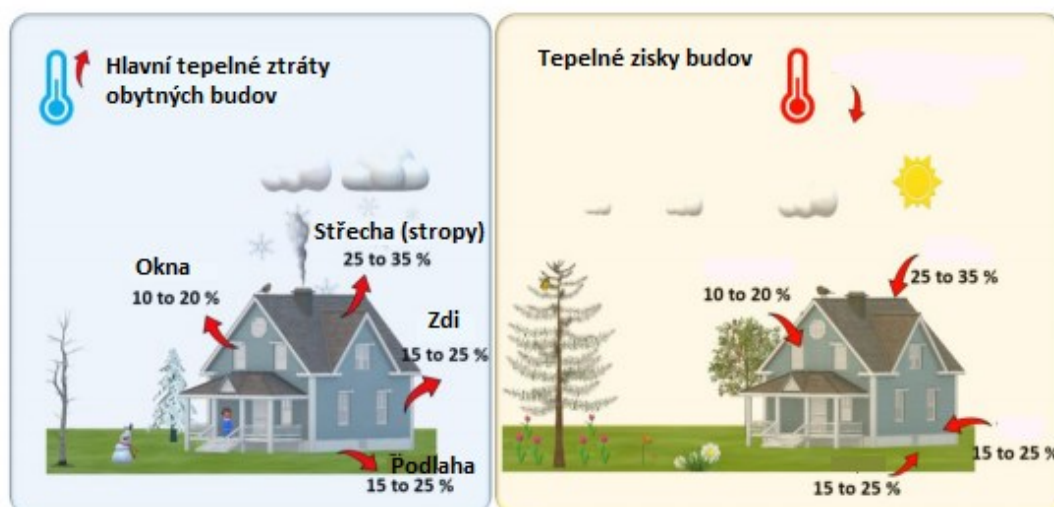
Obr. 16 Schéma různých typů skladování tepelné energie dle systému [27].

Hlavními požadavky na konstrukci systému TES jsou vysoká míra energie v úložném materiálu (skladovací kapacita), dobrý přenos tepla mezi HTF a zásobním materiálem, mechanická a chemická stabilita skladovacího materiálu, kompatibilita mezi zásobním materiálem a materiálem zásobníku, úplná reverzibilita řady cyklů, nízké tepelné ztráty během doby skladování a snadné ovládání. Nejdůležitějšími kritérii návrhu jsou navíc provozní strategie, maximální potřebné zatížení, nominální teplota a pokles entalpie a začlenění do celého aplikačního systému [27].

System akumulace tepelné energie TES je metoda pro zvýšení energetické účinnosti a zlepšení úspory budov (Obr. 17). Pro TES se používají tři metody akumulace tepelné energie:

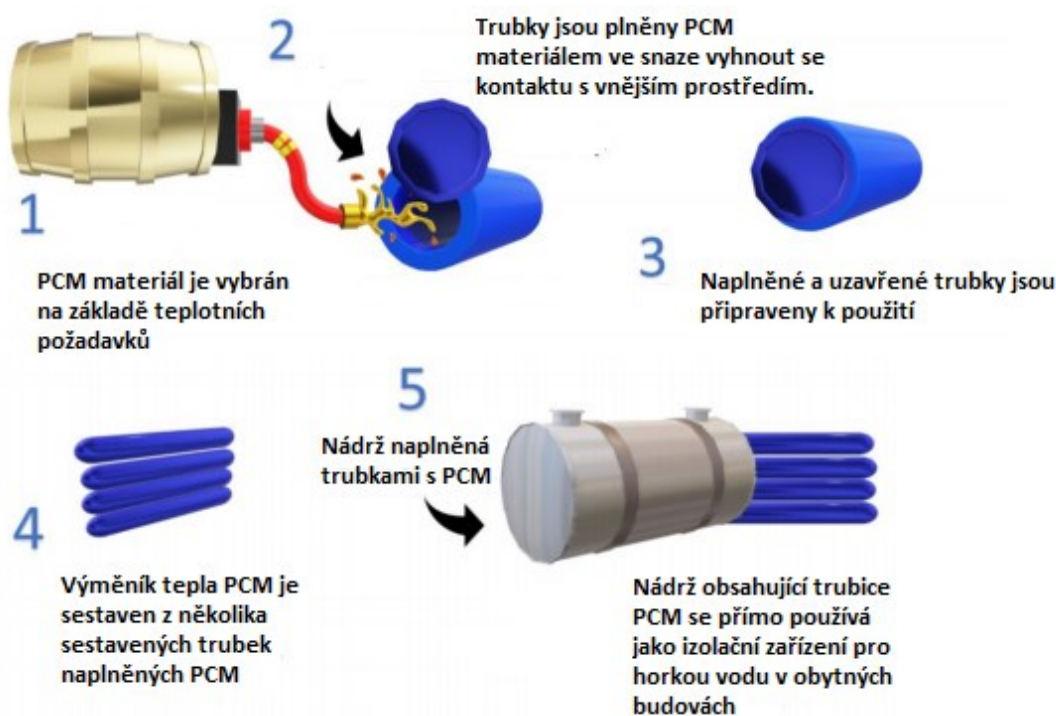
- Akumulace citelného tepla.
- Akumulace skupenského (latentního) tepla (LH).
- Termochemická akumulace tepla.

Rozdíl je v množství tepla, které může být naakumulováno na jednotku hmotnosti nebo objemu akumulčního média, v teplotách tání média a v tom na jakém stupni současného vývoje je technologie akumulace. Ze všech zmíněných způsobů je typ LH nejvhodnější, protože má vysokou kapacitu pro skladování energie vzhledem k malé změně teploty z akumulace k uvolnění. U těchto technologií dochází k akumulaci energie během procesu tání, zatímco k uvolnění dochází během tuhnutí materiálu PCM. Existuje několik typů PCM včetně parafinu, hydrátů solí, slitin, mastných kyselin a jejich kombinací. Tyto materiály jsou schopny uchovat 5–14krát více tepelné energie na jednotku objemu ve srovnání s běžnými materiály jako je zdivo, horniny nebo voda. Mezi PCM je široce používán parafinový vosk právě pro aplikace LHTES. Vosk má vhodné tepelné vlastnosti, dobrou chemickou a tepelnou stabilitu. Kromě příznivých vlastností vykazují parafiny také některé nežádoucí vlastnosti, jako je nízká tepelná vodivost, nízké teploty tání a středně vysoká hořlavost. Některé z těchto nevýhod, zejména tepelnou vodivost a hořlavost, lze částečně upravit pomocí přísad nebo parafinových kompozitů [28]



Obr. 17 Typické tepelné ztráty a zisky v obytných budovách [29]

Obecně lze říci, že materiály s fázovým přechodem mají dva efekty na tepelnou stabilitu vnitřního mikroklimatu. Během dne tyto materiály způsobují snížení teploty díky změně skupenství pevná látka–kapalina a během noci zvyšují vnitřní teplotu při změně skupenství kapalina–pevná látka. Typickým příkladem pro snížení spotřeby energie mohou být PCM materiály jako součást tepelných výměníků (Obr. 18) [30] [31].



Obr. 18 PCM materiály jako součást tepelných výměníků [28]

#### 4.1.2 Kompozitní materiály s PCM

Kompozity založené na blokovém kopolymeru parafin a styren-butadien-styren (SBS) jsou popsány jako tvarově stabilizované PCM. Kompozity se připravují smícháním parafinu a SBS při 150 °C pomocí dvouválcové míchačky. Použitý parafin(vosk) je vosk s teplotou tání 56–58 °C. Výsledky potvrdily, že kompozit si může zachovat tvar, i když je parafin v kapalném stavu, a během testování tepelných charakteristik nebyl pozorován žádný únik vosku.

Další tvarově stabilizovaný parafinový systém je v tomto případě parafin a vysokohustotní polyethylen (HDPE). Systém se mísí při vysoké teplotě a výsledný kompozit obsahuje 74 hmotn. % parafinu a 26 hmotn. % HDPE.

Tyto kompozity jsou vyvinuty za účelem akumulace tepelné energie [32].



### 4.1.3 Tepelná energie

Existují dva druhy tepelné energie: citelné a latentní teplo. Nejběžnější systémy akumulace tepla, jako je konvenční ohříváč vody, používají citelné teplo, energii potřebnou ke změně teploty látky bez změny fáze. Latentní teplo, které může být 100krát větší než u citelného tepla, je množství energie potřebné ke změně hmoty z jednoho stavu do druhého, z kapalného na pevné nebo naopak. Citelné teplo a latentní teplo spolupracují v tepelně akumulačních materiálech, jako je PureTemp. To má za následek schopnost udržovat specifické teploty po dlouhou dobu [24].

#### 4.1.3.1 Citelné teplo

Při zahřívání dodáváme objektu teplo a jeho teplota stoupá. Toto narůstající teplo se označuje jako citelné teplo. Obdobně, když objektu teplo odebíráme, bude jeho teplota klesat a odebrané teplo bude také citelným teplem. Teplo, které způsobuje změnu teploty objektu, se označuje jako citelné teplo [33].

#### 4.1.3.2 Latentní teplo

Všechny čisté látky, které se vyskytují v přírodě, mohou měnit skupenství. Pevné látky mohou roztát na kapalinu (led se změní ve vodu) a kapaliny se mohou odpařit do plynného stavu (voda se změní v páru). Uvedené změny však vyžadují dodávání nebo odebírání tepla. Teplo, které to způsobuje, se označuje jako latentní teplo.

Latentní teplo však neovlivňuje teplotu dané látky – například teplota vody během varu zůstává na hodnotě 100 °C. Dodávané teplo, které udržuje vodu ve varu, je latentním teplem. Teplo, které způsobuje změnu skupenství, aniž by se měnila teplota dané látky, se označuje jako latentní teplo.

Porozumění tomuto rozdílu je zásadní pro pochopení, proč se v chladicích systémech používají speciální chladiva. Zároveň se tím vysvětluje, proč se k definování chladicí kapacity jednotek používají pojmy „celková tepelná kapacita“ (citelné a latentní teplo) a „citelná kapacita“. Během cyklu ochlazování se v jednotce následkem odebírání latentního tepla ze vzduchu tvoří kondenzát. Citelná kapacita je kapacita potřebná ke snížení teploty, zatímco latentní kapacita je kapacita potřebná k odstraňování vlhkosti ze vzduchu [33].

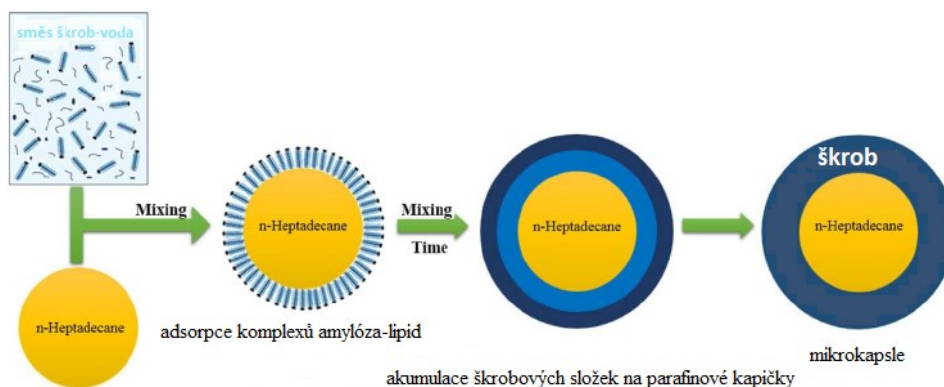
#### 4.1.4 Solární energie

Technologie solární energie je slibnou technologií k výrobě energie. Fotovoltaické systémy jsou polykrystalické solární články instalované po celém světě. Nedávná technologie tenkovrstvé technologie diselenidu mědi prokázala lepší výkon než polykrystalické solární články. Výkon fotovoltaického článku se liší s ohledem na nárůst teploty a dopadající sluneční záření. Chlazení fotovoltaických článků může být provedeno prouděním vzduchu přirozenou nebo nucenou cestou a je považováno za pasivní a aktivní chlazení. V metodě nuceného proudění je vzduch poháněn buď ventilátory nebo dmýchadly, v závislosti na klimatických podmínkách, kdy ventilátory nebo dmýchadla mohou být používány přerušovaně. Výzkumníci pracují na zlepšení účinnosti technik chlazení vzduchem. Metoda chlazení vodou je klasifikována jako aktivní a pasivní. Voda má vyšší měrné skupenské teplo než vzduch, takže vodní médium může fungovat jako lepší chladicí médium. FV články byly ponořeny do vody. Většina z výzkumu uváděla, že účinnost FV byla zlepšena ponořením modulu do specifické hloubky vody. K ochlazování se doporučuje používat deionizovanou vodu, aby se zabránilo korozi článku. Materiály s fázovým přechodem (PCM) jsou známé jako akumulční materiály LH, protože se primárně zahřívají, dokud nedosáhnou svého bodu tání, potom látka začíná absorbovat latentní teplo a postupně taje s časem. Doba tání PCM závisí na objemu a tepelné vodivosti. PCM je nejlepší možností, k regulaci provozní teploty FV článků a zvýšení elektrickou účinnosti. Ve srovnání s jinými regulačními technikami, jako je nucený oběh vzduchu, má systém PV-PCM lepší vlastnosti, jako je vysoká míra absorpce tepla, žádná zvláštní spotřeba energie a náklady na údržbu. PCM je vhodným řešením pro tepelnou regulaci FV článků s malou spotřebou a vyšší akumulční kapacitou. Může ukládat 5–14krát více energie než jiné tepelné akumulátory, jako je voda, beton nebo hornina. Výsledky PV článků s PCM byly porovnány s výsledky referenčního modelu bez přidání PCM. Během simulace panel bez PCM dosáhl maximální teploty asi 63 °C, zatímco panel s PCM dosáhl 54 °C. Experiment ukázal, že anorganická sůl absorbuje odpovídající množství latentního tepla. Z nově navržených typů mikrokapslí lze uvést mikrokapsle vzniklé zapouzdřením parafinu PCM do Cu<sub>2</sub>O vykazující oktaedrální morfologii s dobře definovanou strukturou jádro–obal. Bifunkční rys odvozený z jejich materiálu jádra a obalu může sloužit k ukládání sluneční tepelné energie a sluneční fotokatalýze [34] [35].

#### 4.1.5 Mikroenkapsulované materiály s fázovým přechodem (MPCM)

Mikroenkapsulace n-heptadekanu, materiálu s fázovým přechodem škrobem jako vnější vrstvou analyzuje mechanismy procesu a zkoumá účinky zapouzdření na MPCM jejich tepelné a fyzikální vlastnosti. Teplota tání n-heptadekanu je v rozsahu pokojové teploty, 20–22 °C, a jeho vysoká latentnost tepla je 240 J/g, což z něj činí vhodnou alternativu PCM k aplikaci v rozmanitých oblastech, jako jsou ochranné oděvy a budovy [26].

Parafinové jádro bylo enkapsulováno škrobem ve vodném médiu jednoduchou koacervací. Rychlost míchání, doba reakce a hmotnostní poměry materiálů byly studovány jako parametry zapouzdření. Byly zkoumány parametry účinků na morfologii, rozměrový poměr jádra a skořepiny a tepelné vlastnosti připravených MPCM. Výsledky studie lze použít k pochopení zapouzdřovacího mechanismu a optimalizovat parametry procesu pro jakýkoliv účel [26].



Obr. 19 Mechanismus mikroenkapsulace n-heptadekanu škrobem [26]

Výsledky analýzy velikosti částic ukázaly, že poměry surovin a rychlost míchání měly významný vliv na velikost mikrokapslí. Na (Obr. 19) byl popsán mechanismus mikroenkapsulace n-heptadekanu škrobem. Metoda koacervace je považována za nadějnou techniku díky své vysoké účinnosti zapouzdření a efektivní kontrole velikosti částic s užší molekulovou distribucí. Schéma výrobního procesu koacervací bylo ilustrováno na (Obr. 19) [25].

Připravené mikrokapsle, které mají dobré tepelné vlastnosti lze použít pro aplikace skladování tepelné energie, např. v textiliích a u povrchových nátěrů budov. PCM dosáhly rozsáhlých aplikací v oblasti solární energie, konstrukce chladicích systémů, energie, textilií a v jiných oblastech [26].

Enkapsulace je obecně užitečný způsob, jak chránit a zabránit úniku PCM v kapalném stavu. Jádro obsahuje PCM, zatímco obal je obvykle složena z polymerních materiálů se zlepšenými mechanickými a tepelnými vlastnostmi. Obal hraje roli ochrany, přenosu tepla a v některých případech brání uvolňování toxických materiálů do životního prostředí. Pro zvýšení tepelné vodivosti mohou být použity různé nanočástice oxidu kovů, ale i grafitové vločky a expandovaný grafit [28].

#### 4.1.6 Nový PCM materiál s grafitem

Zřejmě nejpokročilejším z nových materiálů SGLT je nový kompozitní PCM materiál, využívající k akumulaci tepla a chladu, a k tepelným izolacím skupenského tepla při fázových změnách tuhé a tekuté fáze. Nejznámějšími používanými materiály PCM jsou parafíny, ale i různé hydráty solí.

Dle návrhu ústavu Fraunhofer Institut für Solare Energiesysteme z Freiburgu se PCM používají od roku 2002 a stavební materiály s jejich obsahem dokáží nahradit klimatizaci. Základem jsou kuličky mikrokapslí o průměru asi 0,02 mm obsahující parafín, rozptýlené ve stavebním materiálu budov. Při dosažení teploty 22 °C parafín taje a na své roztavení spotřebovává teplo z místnosti. Naopak při nočním ochlazení pod 22 °C tekutý parafín tuhne, své teplo vydává a zajišťuje tak kolísání teploty místnosti jen ve velmi úzkém rozmezí.

Výhodou nového PCM/grafitového kompozitu s 85 obj. % PCM (parafín), 10 obj. % expandovaného grafitu a 5 obj. % pórů je díky vyšší tepelné vodivosti vyšší dynamika fázové změny, vyšší tepelný tok, nižší teplosměnná plocha, objem a hmotnost a vyšší hustoty energie. Typické hodnoty tepelné vodivosti SIGRA deskového materiálu PCM/grafit uvedeného složení jsou 8 W.m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> a 25 W.m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>, zatímco parafín má 0,2 W.m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>, voda 0,58 W.m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>. U PCM/grafit granulátu, jako zásypu v akumulátorech typu trubka/trubkownice, je 4 W.m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>. Materiál SIGRA je navržen k použití v technice vytápění, klimatizaci, chlazení elektroniky a ochraně proti přehřátí, a v kogeneraci. V akumulaci tepla či chladu je předností dvě až pěti násobná hustota energie proti vodním systémům [36].

## 4.2 Aplikace ve stavebnictví

PCM jsou považovány za možné řešení pro snížení energetické spotřeby budov. Skladováním a uvolňováním tepla v určitém teplotním rozsahu zvyšují setrvačnost budovy a stabilizují vnitřní klima. V případech, kdy je akumulováno teplo, například ze slunečního záření, musí projektanti navrhovat speciální masivní tepelně akumuláční prostředky. Jejich

objem je možné redukovat pomocí materiálů PCM. Instalace materiálů s fázovým přechodem je jedna z cest, jak zlepšit tepelně akumulaci vlastnosti lehkých obvodových konstrukcí. Princip spočívá v tom, že namísto zvyšování hmotnosti obvodové konstrukce je využíváno latentní teplo skupenské změny materiálů s nízkou teplota tání [30].

Mezi všemi aplikacemi PCM v budovách je nejzajímavější jejich začlenění do stavebních materiálů s cílem změnit jejich tepelné vlastnosti. Existuje celá řada možností: PCM lze začlenit do podlahy, stěny nebo stropu a může být také součástí složitějšího tepelného systému, jako jsou tepelná čerpadla a solární panely. Stěny jsou stavebním prvkem s největší plochou v budově, což odůvodňuje větší zájem vědecké komunity o tento konstruktivní prvek. Princip skladování latentního tepla lze použít na jakýkoli porézní stavební materiál, ale současný výzkum se především týká sádkartonových desek, betonu a izolačních materiálů [37] [38]

Například Sharma a kol. studovali tepelné skladování na stěnách s použitím hexahydrátu chloridu vápenatého, s teplotním přechodem 29 °C jako materiál s fázovým přechodem. Získané výsledky umožnily dospět k závěru, že zeď obsahující PCM o tloušťce 8,1 cm má lepší tepelný výkon než zděná zeď o tloušťce 40 cm [38].

Cílem výzkumu v roce 2008 na VUT v Brně bylo ověření pozitivního vlivu PCM na tepelnou stabilitu budov v letním období. Pro zkoušky vlastností PCM z hydrátů solí byly postaveny dva stejné experimentální objekty ve vesnici Vrtežič nacházející se západně od Brna. Další rok byly namísto trubek s PCM použity desky ze sádky se zapouzdřeným PCM. Experiment byl úspěšný, protože maximální denní teploty v objektu s PCM byly nižší než v objektu bez PCM. Například maximální denní teplota dne 10.9. byla v objektu č. 1 (bez PCM) 36,1 °C a v objektu č. 2 s PCM byla maximální denní teplota 32,3 °C. Takže rozdíl byl 3,8 °C. Na druhou stranu, během noci byla teplota v objektu č. 2 vyšší než v objektu č. 1. Bylo to způsobeno tuhnutím hydrátů solí. Naakumulované teplo v soli bylo uvolněno do vnitřního prostoru [30].

V literatuře se nacházejí tři různé způsoby, jak vylepšit tradiční sádkartonové desky pomocí PCM: Impregnace desky PCM po výrobě a přímém začlenění PCM během výroby. První metoda pro vylepšení desek pomocí PCM spočívá v přidání peletek plněných PCM během výrobního procesu. Tato metoda se však ukázala jako nevhodná kvůli nízkému poměru povrchu k objemu. Druhá metoda spočívá v impregnaci sádkartonových desek PCM a provádí se ve většině výzkumů, protože usnadňuje použití vyvinutého PCM v

laboratoři. Vyhřívání lázeň se používá pro adsorpci PCM v agregátech. PCM se zahřívá v baňce a při kontrolované teplotě a daném množství kameniva se vloží deska pro adsorpci PCM ve vakuu. Agregáty se vyjmou, nechají se odtéct nadměrné množství PCM a suší se po dobu 48 hodin. Vysušená, ale plně adsorbovaná deska se zváží a může být vypočteno procento adsorpce. Bylo pozorováno, že nejlepší výsledky byly zjištěny, pokud byl PCM impregnován při 70 °C ve vakuu přibližně 65 mbar během 30 minut. Analýza ukazuje, že tento proces ponoření má potenciál dosažení vyšší skladovací kapacity než přidání plněných pelet na desku během výroby. Třetí způsob výroby je založen na průmyslové výrobě sádkartonových desek, vzniklých smícháním kaše kalcinované sádry  $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  s vodou a jinými přísadami. Vytvořená sádrová pasta se nalije mezi dvě vrstvy lepenky, rozřeže a vysuší, aby se odstranil přebytek vody. Zde se PCM zavede do pasty smícháním do homogenní směsi. Nicméně PCM má schopnost vykazovat tendenci migrovat na povrch pasty a způsobovat nestabilitu pasty. Dispergační činidlo musí být přidáno pro zajištění dobré disperze PCM v matrici. Možnými dispergačními činidly jsou polyvinylalkohol nebo sodná sůl [37].

#### 4.2.1 Retardéry hoření

FIPRON Czech republic s.r.o využívá technologii FIPRON, která je založena na principu předcházení a současně i hašení požárů, pracuje s rozličnými kompozitními materiály. Skladba těchto materiálů zahrnuje mikrokapsle, které obsahují tzv. „zpomalovač hoření“. Při zahřátí a dosažení aktivační teploty kapaliny uvnitř mikrokapsle její plášť exploduje a vypustí hasivo v plynném skupenství. Iniciační hasícího plynu tak dojde ke snížení koncentrace  $\text{O}_2$ , přičemž se zabrání dalšímu šíření požáru. Teplo je současně pohlceno chladičím účinkem hasební látky.

Inovačním víceúčelovým protipožárním výrobkem navrženým technologií FIPRON je také polymerový nátěr zamezující vzniku požáru. Protipožární ochrana je zde zajištěna mikrokapslemi, které jsou obsaženy v samotném nátěru. Využití pro kabelové kanály a jakékoli jiné povrchy vyžadující požární ochranu [39].

Každá mikrokapsle mikroenkapsulovaného hasícího prostředku podle předloženého vynálezu obsahuje polymerní obal a jádro obsahující následující složky: 2 H-heptafluorpropan (Chladone 227ea) nebo jiný nosný plyn mající teplotu varu mezi -155 a + 10 °C, retardér hoření a inhibitor hoření, s následujícím hmotnostním poměrem: nosný plyn 5–50 %, retardér hoření 30–70 %, inhibitor hoření 1–25 %. Retardér hoření plní funkci

hlavního hasicího činidla. Jako retardér hoření lze použít nejúčinnější fluorované uhlovodíky obsahující jod a brom: jodotrifluormethan nebo 1-jodheptafluorpropan nebo 2-jodheptafluorpropan nebo jodpentafluorethan nebo 2,2-dijod-1,1,1,3,3,3-hexafluorpropan nebo 1,2-dibromethan nebo dibromethan nebo jejich směsi. Je známo, že inhibiční schopnosti nacházející se v uhlovodíkách obsahující halogeny klesají v následujícím pořadí:  $RJ > RBr > RCl > RF$  (R – uhlovodíkový radikál). Protože provozní vlastnosti hasicího prostředku jsou určovány hlavně použitým nosným plynem, jako inhibitor hoření je účinné použít sloučeniny kovů s proměnlivou valencí, například sloučeninu železa nebo chrómu nebo manganu, vanadu a molybdenu. Je výhodné použít komplexní metalocenové sloučeniny (dicyklopentadienylové železo, cyklopentadienyltrikarbonyl mangan (CTM), methylycyklopentadienyltrikarbonyl mangan, cyklopentadienylcykloheptatrienyl, vanadium, dibenzenechrom a jejich deriváty), které umožňují získat fluorované uhlovodíky [40].

### 4.3 Aplikace v textilním průmyslu

Když se zapouzdřený PCM zahřeje na teplotu tání, absorbuje tepelnou energii při přechodu z pevného stavu do kapalného stavu. Tato změna fáze způsobuje dočasný chladicí účinek ve vrstvách oděvů. Tepelná energie může pocházet z těla (např. Když se uživatel nejprve obléká) nebo z teplého prostředí. Jakmile se PCM úplně roztaví, akumulace tepla se zastaví. Pokud se oděv PCM nosí v chladném prostředí, kde je teplota pod bodem mrazu PCM a teplota tkaniny klesne pod teplotu přechodu, mikroenkapsulovaný tekutý PCM se změní zpět do pevného stavu, čímž se vytvoří tepelná energie a dočasný účinek oteplování. Vývojáři tvrdí, že tato výměna tepla vytváří tlumivý účinek v oděvu, minimalizuje změny teploty pokožky a prodlužuje tepelný komfort uživatele.

#### 4.3.1 Inteligentní termoregulační materiály

V roce 1987 Yvonne G. Bryant a David P. Colvin z Triangle Research and Development Corp. (Triangle R&D and R&D), Raleigh, NC, demonstrovali proveditelnost začlenění PCM do textilních vláken a v roce 1994 získali patent. Outlast® je speciální materiál s termoregulační funkcí, který byl vyvinut na počátku 80. let jako součást výzkumného programu financovaného americkou národní leteckou a kosmickou správou (NASA) a kosmický průmysl a původně sloužil k vyrovnávání teplot u skafandrů a poskytnout astronautům ochranu před extrémními výkyvy teplot, se kterými se ve vesmíru setkávají. Koncept nikdy nevedl k prakticky použitelným materiálům pro použití v

kosmickém programu, ale základy technologie byly dále vyvinuty do „pozemských“ aplikací pro uživatele sportovní výstroje, vojenské výbavy, lůžkovin, oblečení, stavebních materiálů a jiného spotřebního zboží. Technologie od společnosti Outlast Technologies, která se poprvé stala oblíbenou u lyžařů pro svrchní oděv a rukavice, poskytovala i pohodlný noční spánek ve formě podložky pro regulaci teploty. První produkty Outlast vyrobené z vláken PCM byly vyrobeny z akrylových vláken vyvinutých u společnosti Acordis. Společnost také spolupracovala s firmou DuPont, Wilmington, Del na vývoji polyesterových vláken obsahujících PCM. Mikroenkapsulované PCMs byly dokonce používány v thermoprotektivních systémech pro kosmické lodi patentovaných NASA [41] [42].

Další materiál obsahující mikrokapsle, které mají schopnost absorbovat přebytečné tělesné teplo, rovnoměrně ho rozvádět po celé ploše tkaniny a v případě potřeby ho vrátit zpět k pokožce, aby tak byl vytvořen maximální teplotní komfort je (Thermocules®). Tento proces se pravidelně opakuje v závislosti na aktuální tělesné potřebě. Tento materiál je například využíván k výrobě ochranných přileb v motocyklovém průmyslu [43].

#### 4.3.2 Funkční textilie

Materiály fázové změny (PCM) se v posledních několika letech stávají stále důležitějšími. Začlenění PCM do vlákna vyžaduje nejprve to, aby byl PCM mikroenkapsulovaný. Courtaulds Fibers, nyní součástí Acordis Group, Nizozemsko, vyrobili akrylová vlákna obsahující PCM. Při výrobě těchto vláken společnost zjistila, že pro výrobu mikroenkapsulovaného PCM musela být splněna následující kritéria:

- Velikost částic.
- Rovnoměrnost velikosti částic.
- Stabilita vůči mechanickému působení a chemikáliím.
- Poměr jádro-skořápka s co nejvyšším obsahem PCM [44].

Pro textilní aplikace je parafin nejčastěji používanou surovinou, protože má nejvyšší srovnávací tepelné kapacity a v těchto materiálech lze nastavit požadované teploty. K dispozici jsou různá řešení pro začlenění PCM do textilních struktur. Některé PCM mění fáze v teplotním rozmezí, které je těsně nad a těsně pod teplotou lidské kůže. Tato vlastnost se nyní používá v tkanině a pění k ukládání tělesného tepla a poté jej v případě potřeby uvolní. PCM ve formě mikrokapslí mohou být zabudovány do vláken nebo pěn nebo mohou být potahovány na textilie. Takto lze PCM trvale zabudovat a textilní vlastnosti, jako je



flexibilita a prodyšnost, zůstávají zachovány. Příkladem toho materiálu je *vlákno smartcel™ clima* od společnosti Smartfiber AG [44] [45]

K novým funkčním principům v této oblasti náleží mikroenkapsulace – pomalé uvolňování aktivních komponent uložených v permeabilní polymerní kapsli. Látky mohou zvlhčovat pokožku, vyživovat tkáň vitamíny, stimulovat a zpevňovat pokožku. LANXESS nabízí prostřednictvím inoTEX nejnovější zušlechťovací produkt pro minimalizaci účinků pylů BAYPROTECT®NANO–POLLEN, založený na nanodisperzi polysiloxanových derivátů. Nanodisperze penetruje hlouběji do textilie a přichytává se k vláknům a dodává jim unikátní vlastnosti [46].

### **Výrobní techniky:**

**Impregnace:** V tomto způsobu jsou vlákna, která jsou přirozeně dutá nebo porézní, ponořena do roztoku obsahujícího požadovanou koncentraci PCM po stanovenou dobu, pod tlakem. To způsobí, že dispergované tobolky migrují z rozpouštědlového média na vláknitou strukturu a fixují se do nich.

**Spinning:** Mikro kapsle různých tvarů – kulaté, čtvercové a trojúhelníkové jsou trvale fixovány ve vláknité struktuře během mokrého zvláknování při výrobě vlákna. Mikro kapsle dává tkaninám větší měkkost na dotek, větší roztažení, větší prodyšnost a propustnost vzduchu. Obrázky ukazují akrylová vlákna spředená pomocí PCM.

**Matricové povlakování během dokončovacího procesu:** Mikro kapsle PCM jsou zabudovány do povlakovací směsi, jako je akrylát, polyuretan atd. S určitými pojivy a jsou nanášeny na látku. K dispozici je mnoho způsobů nanášení, jako je přeplátování nožem, přeplátování nožem na vzduchu, vytvrzování suchem, gravírování, ponoření a přenosová vrstva.

**Pěnová disperze:** Mikro kapsle se smísí do vodou foukané polyuretanové pěnové směsi a tyto pěny se nanášejí na tkaninu laminováním, kde se voda ze systému odstraní sušením [47].

## **4.4 Aplikace mikro kapslí v potravinářském průmyslu**

### **4.4.1 Jídlo a chlazení**

Biologické materiály pro fázovou změnu CrodaTherm™ mohou pomoci změnit všechny aspekty potravin a chlazení. Díky vysoké kapacitě latentního tepla při teplotě, kterou

potřebujete, mohou naše PCM pro aplikace pro skladování a dodávku mražených, nízkých a okolních teplot pomoci vyrovnávat teplotu, udržovat jídlo čerstvější pro delší dobu a šetřit energii a peníze [48].

Materiály fázové změny se připravují pro:

- Vysoko teplotní aplikace (CrodaTherm™ 57,60).
- Aplikace při okolní teplotě (CrodaTherm™ 15,™ 19,™ 21,™ 24,™ 24 W,™ 29,™ 32,™ 37).
- Nízkoteplotní aplikace (CrodaTherm™ 5, CrodaTherm™ 6,5).
- Zmrazené aplikace (CrodaTherm™ -22).

Materiály CrodaTherm s indexem TM, který značí teplotu tání daného materiálu jsou ve vodě nerozpustné vysokoteplotní organické materiály fázové změny odvozeny z rostlinných surovin ve formě krystalického vosku nebo olejové kapaliny (v závislosti na teplotě).

CrodaTherm 53 je ideální pro použití při skladování energie, HVAC, palivových článkách a elektronických aplikacích, má nízkou hořlavost a je snadno biologicky odbouratelný.

CrodaTherm 15 je ideální pro použití v přepravě a dopravě, včetně farmaceutických aplikací citlivých na teplotu a aplikací, které vyžadují chladné, ale nikoliv mrznoucí teploty.

CrodaTherm 21 je ideální pro použití v tepelných obalech, stavebních materiálech a HVAC aplikacích a je zvláště vhodný pro aplikace, kde je nezbytné chlazení těsně pod okolní teplotou.

CrodaTherm 24 W poskytuje rozsahy teplotních přechodů, které jsou širší, než je typické pro PCM CrodaTherm, a také vykazují velmi malé rozmezí teplot tání a krystalizace (nízká hystereze). CrodaTherm 24 W je proto vynikajícím řešením v aplikacích s provozním rozsahem přibližně 18–25 °C.

CrodaTherm -22 je ideální pro aplikace při velmi nízkých teplotách, jako je přeprava mraženého zboží, komerční chlazení a skladování v chladu. V logistice je CrodaTherm -22 pohodlnou a snadno ovladatelnou náhradou suchého ledu. Má nízkou hořlavost a je nekorozivní [48].

Fázové chladiče / ohříváče usnadňují přepravu teplých a studených potravin a jsou vynikající pro služby bufetu. Jsou taky hygienické a snadno se čistí, dokonce i omyvatelné v myčce nádobí. Tenký hliníkový profil je vysoký pouze 15 mm na výšku. Fázové chladiče / ohříváče obsahují organické recyklovatelné PCM pro akumulaci tepla nebo chladu.

Fázové chladiče:

Plné nabití trvá pouze mezi 1 ~ 2hodinou v mrazáku, kdy se spustí nabíjení již při teplotě pod + 4 °C. Když teplota stoupne na + 4 °C začíná fázová změna procesu chlazení, který pomáhá udržovat jídlo chlazené nejméně 4 hodiny v přepravních taškách. Optimální podmínky zůstávají pod + 4 °C po dobu až 24 hodin, pokud je jídlo řádně chlazené a uzavřené v izolační krabici.

Fázové ohříváče se nabíjejí za cca 30 minut 90–100 °C v troubě nebo topné skříni, kdy plně nabitě pomáhají udržovat teplé jídlo při teplotě nejméně 60 °C po dobu až 2 hodiny, pokud jsou udržovány v izolační krabici. Proces fázového přechodu začne, jakmile teplota stoupne pod 82 °C [49].

#### 4.4.2 Pekařství:

Želatina je výborný nosič (obalový materiál) k uchování aktivních potravních složek (barvy, vůně, oleje, vitamíny, koření, antioxidanty, minerální látky, ochucovadla). Hlavním účelem mikroenkapsulace je zamaskovat nepříjemnou chuť, barvu nebo zápach, zlepšit senzorické vlastnosti výrobku, kvalitu a trvanlivost potraviny/přířady. Mikroenkapsulované potravinářské přísady jsou odolnější proti zvýšeným teplotám, kterým jsou vystaveny během tepelné úpravy. Uplatňuje se při výrobě instantních polévek, omáček, hotových jídel, pekařských výrobků, těstovin, cukrovinek, sušenek, žvýkaček, mléčných a masných výrobků. Enkapsulované potravinářské složky a jejich aplikace lze vidět v (Tab. 1) [50].

Zein, prolamin kukuřice, je dlouho známý svými filmotvornými vlastnostmi. Tato schopnost je vhodným kandidátem pro vývoj enkapsulačních struktur. Zein může také sloužit jako enterosolventní činidlo a chránit bioaktivní složky před žaludeční kyselinou. Zein se používá pro zapouzdření a řízené uvolňování chutí a bioaktivních složek. Zein je díky své neobvyklé aminokyselinové sekvenci amfilní polymer [51].

Zeinové mikrokapsle nebo mikrosféry jádro–stěna byly připraveny s řadou příchutí a bioaktivních sloučenin. Klíčovým hlediskem při zpracování zeinu je jeho amfifilní charakter, který umožňuje zeinu se orientovat na rozhraní kapiček jádra rozptýlených v médiu, čímž se vytvářejí pevné a účinné ochranné povlaky pro sloučeniny v jádru. Zein je univerzální strukturní biopolymer, který díky svému bohatému mezifázovému chování v prostředí alkohol–voda může vytvářet fibrily, tyčinky, koule, houby a filmy. Enkapsulované produkty byly připraveny několika metodami založenými na schopnosti

zeinu sdružovat se nebo rozptylovat. V případě, kdy se polarita roztoku mění směrem k více hydrofilnímu prostředí. Po odpaření rozpouštědla se zeinové mikrokapsle z volně tekoucích prášků uplatňují v potravinářském průmyslu: cukrářství, pečení a při výrobě potravin. Při výrobě nápojů může být jejich disperze ve vodě usnadněna použitím stabilizátorů, jako je kaseinát sodný a chitosan [51].

Tab. 1 *Enkapsulované potravinářské přísady a jejich funkce (upraveno z [50])*

Enkapsulovaná látka	Funkce
Kyselina askorbová, vitamín C	enkapsulovaná forma je chráněná před vodou a kyslíkem
Skořice	enkapsulovaná forma zamezí problémům s kynutím těsta pozorovaném při jednorázovém přidavku
Umělé sladidlo (aspartam)	enkapsulací vzniká velká tepelná odolnost
Kypřicí prášek (hydrogenuhličitan sodný)	enkapsulací je omezena možnost jeho reakce s vodou nebo kyselinami
Sůl	pomáhá kontrolovat absorpci vody a kynutí těsta.

Kakao má zdravotně prospěšné účinky, zejména s ohledem na nemoci kardiovaskulárního systému, metabolické poruchy a je prevencí rakoviny, má příznivé antioxidační účinky a protizánětlivé vlastnosti. „Kakaové flavanoly pomáhají udržovat pružnost krevních cév, které přispívají k normálnímu průtoku krve“. Mezi hlavní polyfenoly obsažené v kakaových bobech patří flavan-3-oly, z nichž 34–37 % představuje monomerní formy. Polymerní flavanoly, prokyanidiny, jsou nejhojnějšími flavanoly (58 %) a jsou vázány hlavně na vlákninu. Kakaové prokyanidiny jsou polymery se stupněm polymerace dokonce vyšším než 10. Zpracování kakaových bobů umožňuje podstatné změny v jejich složení, což vede dokonce ke změně bioaktivních vlastností. Konkrétně proces pražení, nutný k vývoji Maillardových reakcí a vytvoření typického „Kakaového aroma“, snižuje antioxidační kapacitu. Kromě toho zpracování kakaových bobů vede k produkci velkého množství kakaových slupek (CH), což je v současné době považován za zajímavý zdroj odpadu bioaktivních látek. CH představuje 9,8 % bobů, které jsou bohaté na vlákninu a polyfenoly, jejich složení závisí na odrůdě, země původu, fermentaci a zpracování. Vzhledem k tomu, že CH jsou slibným zdrojem polyfenolů a hlavním problémem s likvidací, v odvětví kakaa může být obnova bioaktivních sloučenin užitečná při přípravě funkčních potravin obohacených o antioxidanty, zejména konkrétně flavonoidy. Metodiky extrakce fenolických sloučenin obecně používají organická rozpouštědla, ale často tato nejúčinnější rozpouštědla

nelze použít v potravinářském průmyslu. Alternativní strategie jsou (potravinářská rozpouštědla, extrakce ultrazvukem, mikrovlnný ohřev, subkritická řešení jako voda a superkritické tekutiny) minimalizují dopad na životní prostředí, i když mnohé z nich jsou jen stěží zařaditelné na průmyslovou úroveň. Přímé přidávání polyfenolových extraktů do vařených potravin není možné díky snadné tepelné degradaci vzhledem k oxidaci polyfenolických sloučenin. Řešením může být mikroenkapsulace, technologie schopná zachytit látku v potahovacím činidle za účelem výroby zapouzdřených částic. Několik mikrometrů látek je chráněno před vnějším prostředím. Technologie mikroenkapsulace se nejčastěji používá v potravinářském průmyslu pro svoji nízkou cenu, užitečnost a přípravu sprejovým sušením. Prášky sušené rozprašováním vykazují nízkou aktivitu vody, která omezuje nebo dokonce zabraňuje degradaci, zachovává biochemické funkce komponentů, snižuje náklady na skladování a přepravu, zvyšuje okamžitou rozpustnost finálního produktu a zlepšuje mikrobiologickou stabilitu [52].

Kakaové slupky, jako vedlejší produkt při zpracování kaka, lze považovat za dobrý zdroj antioxidantních polyfenolů používaných jako funkční složky. Avšak výrazné omezení jejich praktického použití v roce 2007 u zpracovaných potravin je to, že tyto sloučeniny jsou nestálé na vzduchu, a to zejména při tepelném zpracování jako je pečení. Užitečnost systému mikroenkapsulačního procesu vedla ke zlepšení stability polyfenolických sloučenin a jejich antioxidantních vlastností. Zejména extrakt kakaových slupek při sprejovém sušení s maltodextrin v povlaku v poměru 4:1 (w/w), dává nejlepší mikrosféry, pokud jde o ochranu polyfenolů za účelem skladování (90 dní) a při pečení. Slibné, ale předběžné výsledky naznačují použití extraktů z kakaových slupek extrahovaných pomocí sprejového sušení. Tyto funkční přísady vedou k obohacení pečárenských výrobků a otevření se novým zajímavým možnostem a aplikacím v potravinářském průmyslu [52].

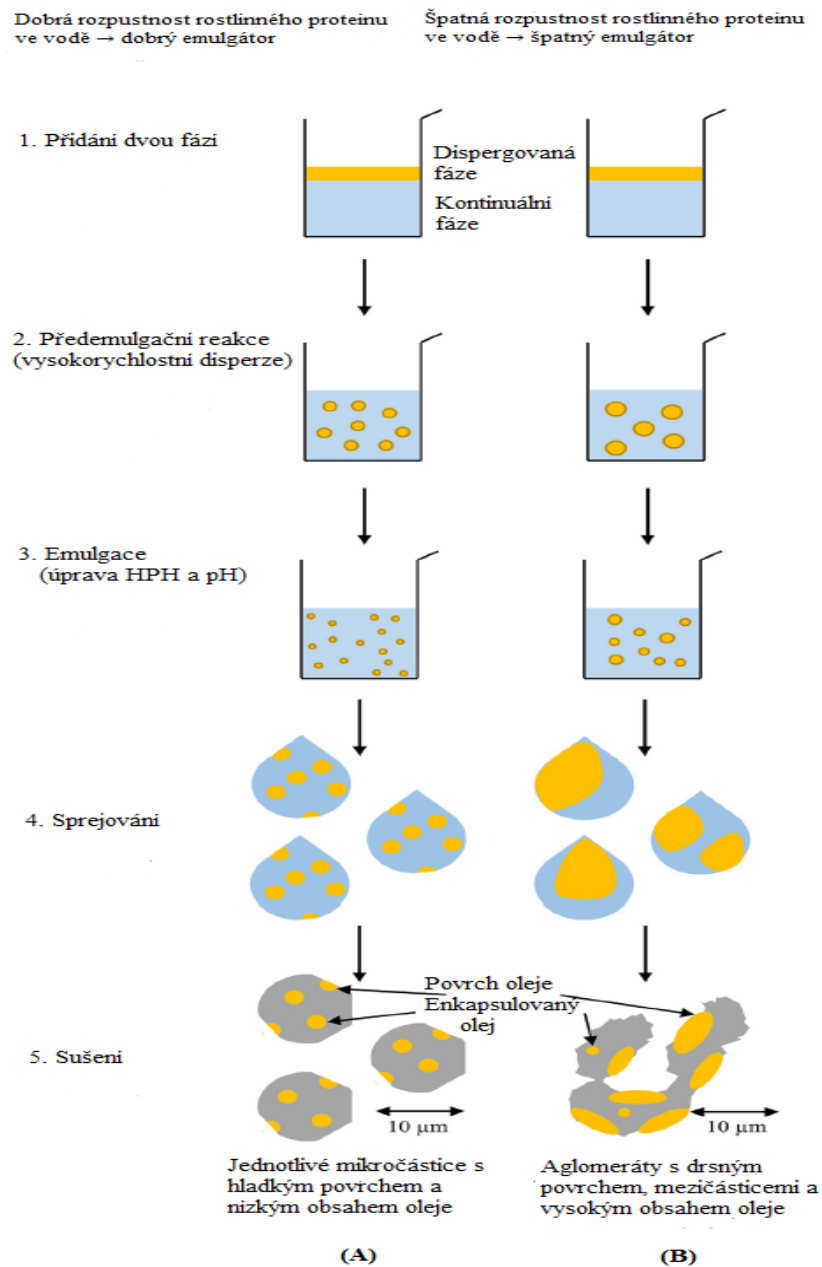
#### 4.4.3 Mikroenkapsulace olejů v polymerních maticích

Polynenasycené mastné kyseliny PUFA (Polyunsaturated Fatty Acids), také nazývané esenciální mastné kyseliny, jsou rozděleny do dvou kategorií,  $\Omega$ -3 a  $\Omega$ -6 PUFA, v závislosti na poloze první dvojnásobné vazby na uhlíkatém řetězci. PUFA, které jsou produkovány pouze rostlinami a fytoplanktony, jsou podstatné pro normální růst a udržují zdraví všech vyšších organismů, včetně savců a ryb. Bohužel nemohou být syntetizovány a musí být zajištěny v potravním řetězci. Strava by měla respektovat správný poměr mezi  $\Omega$ -3 a  $\Omega$ -6 PUFA k zajištění nutričních potřeb.  $\Omega$ -3 mastné kyseliny jsou nezbytné nejen pro normální růst a

vývoj, ale také pro jejich pozitivní účinky na srdce, mozek, oči, klouby, kůže, náladu a chování.  $\Omega$ -3 mastné kyseliny jsou také zapojeny do prevence srdeční ischemické choroby, hypertenze, cukrovky, artritidy a dalších zánětlivých a autoimunitních poruch a rakoviny. Mikrokapsulované  $\Omega$ -3 mastné kyseliny se začleňují do široké škály produktů, jako jsou chleby, mléko, ovocné šťávy, tortilly, čokoláda, jogurt, nápoje, pomazánky, arašídové máslo, vejce a maso. Porovnáním komerčně dostupných mikroenkapsulovaných produktů  $\Omega$ -3 bylo zjištěno, že komplexní koacervace je úspěšná technika pro mikroenkapsulaci. Dosud je želatina jediným proteinem, který je úspěšný komerčně [18].

$\Omega$ -3 a  $\Omega$ -6 PUFA lze integrovat do buněčných membrán a uvolnit na vyžádání, slouží jako prekurzory eikosanoidních molekul. Eikosanoidy mají různé biologické účinky na regulaci krevního tlaku, modulaci zánětů nebo dokonce imunitní systém. Vzhledem k vysoce nenasycené povaze jsou PUFA citlivé na oxidaci a termické degradace vedoucí k produkci hydroperoxidů, nepříjemných chutí a pachů. Po mnoho let se používá mikroenkapsulace olejů v polymerních matricích k ochraně před oxidační degradací. Pro výrobu potravinářských materiálů se běžně používají uhlohydráty kvůli jejich nízké viskozitě a filmotvorným vlastnostem [20].

Díky amfifilnímu charakteru mají bílkovinné molekuly dobré emulgační vlastnosti. Pokud má proteinový extrakt dobrou rozpustnost ve vodě, velké množství proteinových řetězců je schopno difundovat do rozhraní olej/voda a stabilizovat malé kapičky emulze. Když se tato emulze během procesu sušení rozprašováním mění na aerosol, malé kapičky oleje jsou uvnitř rozprašovacích kapek dobře rozloženy a jsou účinně zapouzdřeny uvnitř částic během fáze sušení. Prášek je tedy vyroben z jednotlivých mikročástic s nízkým obsahem povrchového oleje. Naopak, pokud má proteinový extrakt špatný charakter vzhledem k rozpustnosti ve vodě je malé množství proteinových řetězců schopno stabilizovat emulze a olejové kapičky budou větší. Během procesu sušení rozprašováním dispergovaná fáze není dobře distribuována a zůstává velké množství oleje na povrchu částic. Tato špatná enkapsulace vede k aglomeraci mikročástic (Obr. 20). Profily analýzy rozpustnosti proteinových extraktů jsou pak povinné pro vyhodnocení účinku rozpustnosti materiálu stěny při procesu mikroenkapsulace. Mikroenkapsulace výrazně zlepšuje oxidační stabilitu slunečnicového oleje. Vhodnými materiály stěn pro zapouzdření a ochranu slunečnicového oleje mikrokapslí jsou extrakty sójových bobů a hrachu. Toto zjištění je důležité pro poskytnutí řešení pro vývoj formulací obohacených o PUFA pro potraviny a krmivářský průmysl. [20].



Obr. 20 Schematické znázornění morfológií, které lze získat s rostlinným proteinem s dobrou rozpustností ve vodě (A) a rostlinným proteinem se špatnou rozpustností ve vodě (B) [20]

#### 4.4.4 Citrusové oleje, vonné látky a koření.

U enkapsulované formy kyseliny citrónové nedochází k odbarvení (reakce kyseliny s taninem). U Masa a masných výrobků (se provádí enkapsulace kys. mléčné a citronové za účelem dodání chuti, předejití okyselení a předčasnému ztuhnutí). Jako barviva se enkapsulují ( $\beta$ -karoten, kurkumán) [50].

#### 4.4.5 Výroba sýrů:

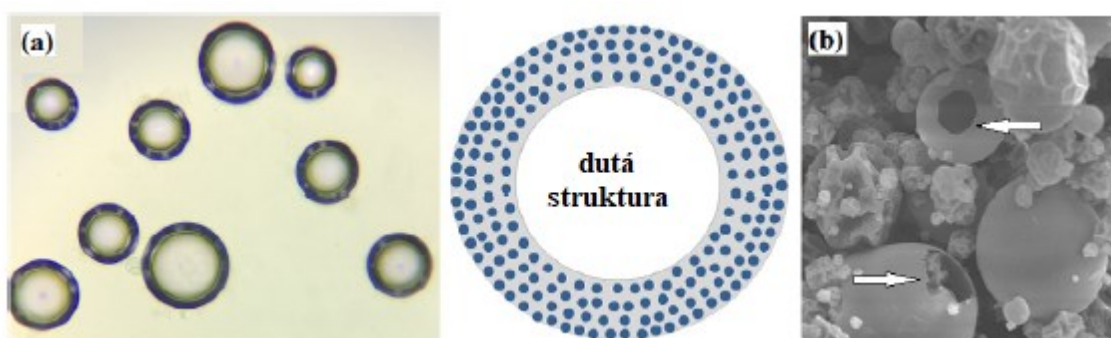
Při výrobě, zraní se mikrokapsule využívají pro řízené uvolňování specifických enzymů a aromat. K uvolnění dochází v určitém okamžiku, změnou pH [50].

Probiotika jsou živé mikroorganismy, které, pokud jsou přítomny v dostatečném množství v zažívacím traktu, které mohou být prospěšné pro zdraví hostitele. K propagaci jejich prospěšných účinků na hostitele, probiotika musí přežít přesun skrz drsné kyselé podmínky žaludečního prostředí a být schopny dosáhnout dostatečného množství v tlustém střevě pro umožnění kolonizace a proliferace. Bylo doporučeno, aby potraviny obsahovaly probiotické bakterie. Bohužel, většina probiotik nemá vysokou schopnost přežít kvůli nízkému pH (pH  $\frac{1}{4}$  2) v žaludeční šťávě, nebo expozici na kyslík, který omezil jejich účinnost ve většině funkčních potravin. Mikroenkapsulace je proces, ve kterém jsou probiotické buňky začleněny do zapouzdřovací matrice nebo membrány. Účel mikroenkapsulace probiotik je ochrana před nízkým pH, žlučové soli a dalších vlivů, s nimiž se setkají během průchodu gastrointestinálního traktu. Mikrokapsle obsahuje semipermeabilní nebo nepropustnou, sférickou, tenkou a silnou membránu obklopující pevné a tekuté jádro s velmi malým průměrem kolísajícím mezi několika mikrony a 1 mm. Enkapsulační materiály jsou obecně známy jako bezpečné složky, které lze použít v potravinách. Potravinářské polymery, jako je alginát, chitosan, karboxymethylcelulóza, xanthanová guma, škrob, karagenan, želatina a pektin jsou do značné míry aplikovány za použití různých mikroenkapsulačních technik. Kromě toho se vyvíjí trend k zapouzdřování v mléčných proteinech, jako je kasein a syrovátkový protein. Alginát je přírodní polymer, který se úspěšně používá jako citlivý na pH materiál pro mikroenkapsulaci probiotických bakterií. Mechanismus mikroenkapsulace by mohl být využit ke zlepšení trvanlivosti mléčných, probiotických výrobků s nízkým pH, jako je např. jogurt [53].

Vzhledem k přítomnosti různých rizikových faktorů, které ohrožují lidské zdraví, jako jsou kardiovaskulární onemocnění, obezita, cukrovka a rakovina, vědci a výzkumníci věnovali velkou pozornost důležitosti jídla. Bylo tedy provedeno mnoho studií obohacování potravin a nápojů s různými druhy zdravých látek (včetně různých typů nutraceutických sloučenin) a výroby funkčních potravin. Hydrolyzované proteiny jsou bohaté na peptidy s nízkou molekulovou hmotností, která má vysokou stravitelnost, nízkou toxicitu a alergovost, antioxidační, antimikrobiální, opiátové, minerální vaznost, imunomodulační, antitrombotická, hypocholesterolemická a antihypertenzivní vlastnosti. V posledních několika letech bylo provedeno mnoho studií o hydrolyze a produkci bioaktivních peptidů z



různých rostlin a zvířat zdroje, jako je makrela, kasein, mřenka, kaseinát sodný, arašídý, kasein z jalového mléka, brambory, pohanka a vaječné bílky. Mezi různé zdroje patří proteiny v mléce široce známý a používaný jako zdroj pragmatických a výživných sloučenin bohatých na bioaktivní peptidy. Kasein je hlavní složkou mléka, obsahující asi 80 % bílkovin nalezených v mléce. Na (Obr. 21) lze vidět morfologii zapouzdřeného hydrolyzátu kaseinu. V poslední době se velké množství studií zaměřilo na biologické aktivity proteinů nalezených v mléce, jako je jejich účinnost při snižování krevního tlaku, jakož i jejich antioxidační a antimikrobiální aktivity. Výsledky mnoha z těchto studií mají naznačovat značný kvalitativní účinek stavu trávení hlavních bílkovin přítomných v mléce na fyziologické účinnosti bioaktivních peptidů [54].



Obr. 21 Morfologie částic naznačující strukturu matricového typu, existenci pórů ve stěně částic dutých kapslí v hydrolyzátech kaseinu sušeném rozprašováním [54].

#### 4.5 Aplikace mikrokapslí ve farmaceutickém průmyslu

V současné době se výzkum mikroenkapsulace pro farmaceutické účely zaměřuje na nalezení nových systémů pro dodávání léčiv DDS (Drug Delivery System), které umožňují dostat na trh produkty snižující nežádoucí a vedlejší účinky, které jsou vhodné pro podávání v požadovaném čase a umožňující specifické dodání na dané místo, prodlužující se životnost, zlepšující snášenlivost ze strany pacienta a umožňující možnost řízeného a trvalého uvolňování látek. Proto mikroenkapsulace vzniká jako technologický potenciál strategie k dosažení výše uvedených cílů. Mikročástice může být tvořena kombinací aktivního léčiva, API (Active Pharmaceutical Ingredients) ingredience a biomateriály. Pokud jde o mikroenkapsulované API, tato terapeutická činidla mohou mít krátký poločas rozpadu, mohou být rychle hydrolyzované nebo enzymaticky degradované in vivo, což je spojeno s přísnějším terapeutickým režimem (vícenásobné podávání). Mikroenkapsulační techniky proto chrání API před degradací, umožněním toho, aby aktivní látky byly náležitě

uvolněny v požadované léčebné koncentraci API v časovém průběhu. V závislosti na biomateriálních vlastnostech, zejména pokud jsou erodovatelné nebo, ne-erodovatelného charakteru, mohou zmizet z místa, kde byly spravovány nebo tam zůstat po celou dobu života pacienta, resp. některé příklady mikroenkapsulovaných API jsou uvedeny v (Tab. 2). Efektivní DDS je ten, který umožňuje API dosáhnout cílového místa v požadovaném čase a na požadovaný čas. Jsou to čtyři hlavní faktory za účelem dosažení efektivní DDS: cesta podání, vzorové vydání API, způsob dodání a výrobní proces také známý jako proces formulace. Mnoho z neenkapsulovaných API jsou podávány opakovaně, což vytváří terapeutický režim častěji a vždy pod lékařským dohledem, a tedy i mikroenkapsulací jako potenciální strategií dodávání léků vzniká více problémů s více správami, které je třeba překonat. Formulované mikročástice musí být biologicky kompatibilní, stabilní, bezpečný a s předvídatelnou kinetikou degradace. Nicméně i další faktory, jako chemické modifikace na povrchu částic mohou optimalizovat mikroenkapsulaci jako systém dodávání léčiv [7].

Tab. 2 Příklady mikroenkapsulovaných API (upraveno z [7])

Farmaceutická látka	API	Účel
Antibiotikum	Gentamicin Erythromycin.	Hubí bakterie, houby, parazity.
	Doxycilin.	Parodontální ošetření.
Enzymy	Lysozym (skupina glykosidu hydrolázy).	Analýza parametrů stability mikroenkapsulované sloučeniny (lysozymu).
Vakcína	Spf66.	Vakcína proti malárii.
Protirakovinotvorné látky	Tatanus toxoid. Pactitaxel. Norcantharidát disodný. Anti-CD40 protilátka.	Protinádorové látky.
Protein	Inzulín	Nové aplikační formy k léčbě diabetes mellitus.
	RHI (rekombinantní lidský inzulín)	
	Rekombinantní lidský epidermální růstový faktor (rhEGF)	Zapouzdření a vyhodnocení rhEGF pro chronický výskyt žaludečních vředů.
	Klonidin	Transdermální náplasti, léčba hypertenze.
	Ovalbumin	Ochrana před GIT <sup>3</sup> .
Nukleotidy	Deoxyribonukleové kyseliny (DNA)	Scaffolding.

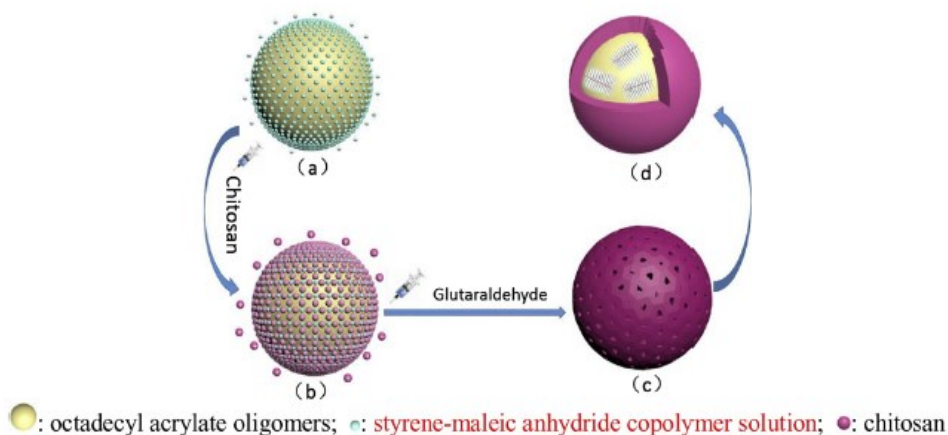
<sup>3</sup> Trávicí soustava, také trávicí nebo GIT (gastrointestinální trakt), je soustava orgánů, které se podílejí na příjmu, zpracování a vylučování potravy [58].

#### 4.5.1 Aplikace PCM ve zdravotnictví:

Farmaceutické a lékařské aplikace PCM využívají vojenské a jiné zdravotnické organizace po celém světě pro balení a přepravu léků, krve a tkání [55].

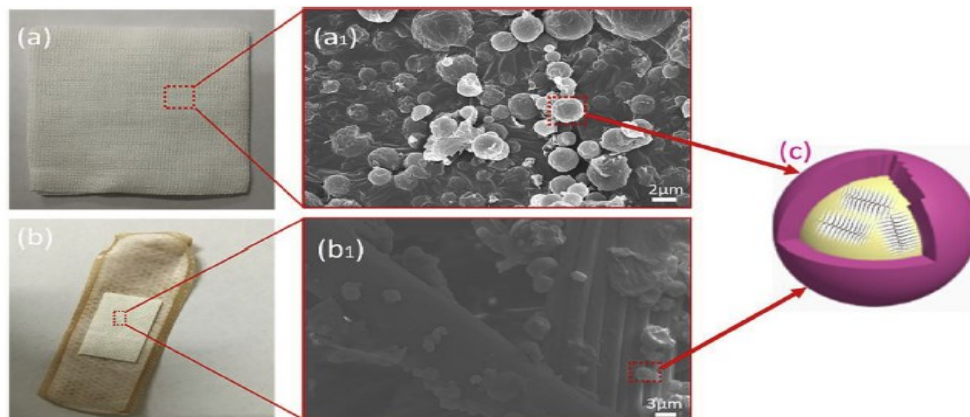
Polyethylenglykol je jedním z důležitých materiálů s fázovou změnou, jehož teplota tání je úměrná molekulové hmotnosti. Tkaniny ošetřené PEG mohou být užitečné v lékařských a hygienických aplikacích, kde je žádoucí transport tekutin i antibakteriální vlastnosti. Tyto inteligentní textilie mohou udržovat teplotu pokožky v pohodlí, takže je lze použít jako obvaz pro terapii při popáleninách [47].

Chitosan(1-4)-2-amino-2-deoxy- $\beta$ -D-glukopyranóza je přirozeně se vyskytující polysacharid získaný deacetylací chitosanu, má vynikající biologickou kompatibilitu a biologickou rozložitelnost. Jako polykationtový polymer poskytuje řadu výhod, jako je nenákladnost, biologická rozložitelnost a obnovitelnost díky čemuž má širokou škálu aplikací. Ve srovnání s organickými syntetickými polymery v textilu a v oblasti medicíny má chitosan vynikající dopad na životní prostředí a nekoroziivitu. V důsledku přítomnosti hydroxylových a alifatických aminoskupin ve struktuře, je chemická modifikace chitosanu také velmi jednoduchá. Kromě toho má chitosan vynikající filmtvorné vlastnosti a je v současné době používán v oblasti léčiv a potravin. Chitosan je také považován za slibný polymer jako potahový materiál pro enkapsulace s potenciální aplikací. Nicméně k dispozici je jen málo zpráv o výrobě a použití mikrokapslí s kompozitním obalem chitosanu v oblasti PCM. Připravená suspenze mikrokapslí znázorněna na (Obr. 22) byla rovnoměrně potažena napovrch léčivé gázy pomocí stíracího filmu. [25].



Obr. 22 Mechanismus mikroenkapsulace: oktadecylakrylátové oligomery; kopolymer styrenu a maleinanhydridu; chitosan [25]

Z FE-SEM fotografie znázorněné na (Obr. 23), byly mikrokapsle rovnoměrně distribuovány na povrchu lékařské gázy a vláken. Výsledkem bylo zjištěno, že teplota rány mohla být udržována v pohodlném teplotním rozmezí absorpcí, skladováním nebo uvolňováním latentního tepla hřebenového polymeru, což podporuje hojení ran. Nicméně i chitosan sám má určité antibakteriální schopnosti, které mohou zabránit bakteriální invazi a infekci rány [25].



Obr. 23 (a) Lékařská gáza. (a<sub>1</sub>) částečný zvětšený pohled na lékařskou gázu. (b) náplast. (b<sub>1</sub>) částečný zvětšený pohled na bandáž. c) modelový diagram mikrokapslí [25]

#### 4.5.2 Želatina

Při výrobě léků a v lékařství je lékařská želatina svými vlastnostmi blízká jedlé želatině. Podle použitého výrobního procesu je želatina označovaná jako typ A (vyrobená kyselou cestou – vepřová) nebo typ B (vyrobená alkalickou cestou – hovězí) [50] [56].

##### Výroba:

- a) Tvrdých želatinových kapslí HGC.
- b) Měkkých želatinových kapslí SGC.
- c) Výroba tablet, potahování tablet.
- d) Příprava emulsí.
- e) Výroba mikrokapslí.

**Požadavky:**

- Mikrobiologické účinky: nepřítomnost patogenních a nepatogenních mikrobů.
- Fyz. a mech. vlastnosti: struktura, viskozita, pevnost gelu.
- Chem. vlastnosti: pH, izoelektrický bod.
- Nepřítomnost těžkých kovů.

**4.5.3 Tvrdé želatinové kapsle HGC:**

- Oválný tvar, silnostěnné rozpustné.
- Skládají se ze dvou částí: těla a uzávěru.
- Neobsahují změkčovadla.
- Historie sahá až do roku 1833.
- Maskování nepříjemné chuti léčiv.
- Snadnější polykání.

**Výroba:**

do želatinové směsi se máčí trny připevněné na ocelové desce asi na 12 s. Po ochlazení a přesušení v sušárně 22–28 °C se vytvoří tělo. Při výrobě se udržuje konstantní viskozita (ovlivňuje tloušťku filmu). Uzávěry mají o něco málo větší průměr.

**Typy:**

- Coni snap – mírně kónický tvar.
- Coni snap supra – (vyražený přesah uzávěru).
- Eta lock – (kanálek pro únik vzduchu).

**Požadavky:**

- Pevnost 200–250 Bloom<sup>4</sup>.
- Viskozita 4,5–6 mPas.
- pH 4,5–5,5 A žel a 5,5–6,5 B typ.
- Naplněné žel. Tobolky lze potiskovat, barvit, leštit a eliminovat jejich pach.

---

<sup>4</sup> Bloom hodnota vyjadřuje želírující sílu želatiny. Čím je její číslo vyšší, tím je výsledný produkt pevnější. U tržních druhů potravinářských želatin se tato hodnota pohybuje mezi 80 – 300 bloomy. Nejpoužívanější však jsou želatiny 220–260 bloom [56].

**Typické složení:**

- Želatina 30 %.
- Voda 65 %.
- Barviva 5 %.

Barva tobolek je vhodným identifikačním znakem, působí i na psychiku uživatelů.

**Bioavailabilita:**

Podíl terapeutické účinné látky, kterou látka dosáhne v krevním oběhu je ovlivněna rozpustností želatiny v GIT (gastrointestinálním traktu), který lze upravit (snížit) zesíťováním materiálu kapslí např. aldehydy, enzymy (aminotransferasy) apod.

**4.5.4 Měkké želatinové kapsle SGC:**

jednokusové, hermeticky uzavřené kontejnery pro uchování kapalin, suspenzí a polopevných látek. Do žel. roztoku se přidávají změkčovadla, glycerin.

**Výroba:**

Rotační kontinuální proces, kdy se dva gelové filmy želatiny přivádějí ke dvěma rotujícím lisovnicím, které mají velikost a tvar budoucí kapsle. V přesně načasovaném okamžiku se mezi želatinové pásy dávkuje aktivní látka. Následně je kapsle vytvořena působením tlaku a teploty. Poté se kapsle vysuší, ochrana před oxidací.

**Výhody:**

- Uvolňují rychleji enkapsulovanou látku, protože absorbují vodu.
- Dovolují dávkovat malé množství látky.
- Dávkování s vyšší přesností.
- Tvarovatelnost, modifikovatelnost.

**Nevýhody:**

- Ve srovnání s tabletováním složitější a pomalejší.
- Vyšší investiční náklady.
- Vysoký obsah vlhkosti před sušením vede k reakci mezi obalem a aktivní složkou uvnitř.

**Typické složení:**

- Želatina 40–45 %.
- Voda 20–30 %.
- Změkčovadla 30–35 %.
- Pigmenty a barviva dle potřeby.

Náplň musí mít hydrofobní látky (nenarušování stěny kapsle). Procento vhodného podílu by nemělo přesáhnout 5 %.

**Dávkuje se:**

- Kapaliny s vodou nemísitelné (oleje, aromat.uhl estery, alkoholy).
- Suspenze látek v kapalinách.
- Roztoky látek v rozpouštědlech mísitelných s vodou.

**Nevhodné pro:**

- Aldehydy, síťují.
- Proteolytické enzymy, hydrolysují).
- Těkavé látky.
- Silné kys a zásady.
- Látky nestabilní v přítomnosti vlhkosti, aspirin.

**Požadavky:**

- Pevnost 130–200 Bloom.
- Viskozita 2,5–4,5 mpas.
- Ph 4,5–5,5 A žel a 5,3–6,5 B typ.

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**



## 5 PŘÍPRAVA MIKROKAPSLÍ

Praktická část byla zahájena přípravou mikrokapslí. Tyto mikrokapsle byly syntetizovány za daných procesních podmínek metodou suspenzní polymerace.

### 5.1 Použité chemikálie

K přípravě mikrokapslí byl pro materiál jádra použit parafínový vosk, pro materiál obalu mikrokapsle byl zvolen styren. Polyvinylpyrrolidone (PVP) byl stabilizátorem v dané reakční směsi a benzoylperoxid (BPO) byl iniciátorem polymerační reakce. Vzniklé mikrokapsle byly v posledním kroku promývány methanolem pro odstranění přebytečného, nezapouzdřeného vosku.

#### 5.1.1 Parafínový vosk (WAX)

Parafín je směs tuhých uhlovodíků (Obr. 24), která je součástí základových olejů a při finálním zpracování se parafín cíleně odděluje od základových olejů. Teplota tání se pohybuje od 42 °C (parafín měkký) do 65 °C (parafín tvrdý) i výše, teplota varu je zhruba 300 °C. Po dalším zpracování, rafinaci, vzniká produkt bílé až slabě zelenožluté barvy. Získává se při destilaci ropy nebo krystalizačním odparafínováním hnědouhelného dehtu, popřípadě se vyrábí katalytickou syntézou. Nerafinované parafíny jsou žlutohnědé až hnědé. Dle technologie jednotlivých výrobců je tento materiál expedován v tekutém stavu, deskách, granulovaný, v pecičkách či šupinách. Jednotlivé rafinerie garantují v atestech čtyři vlastnosti parafínů [57] [58].

1. **Penetrace:** tvrdost parafínu: je vyjádřena číslem, pro které platí, že čím nižší číslo tím tvrdší parafín. Velice kvalitní parafíny mají číslo penetrace pod 20, standard je 20 až 30 a parafíny nad 30 jsou měkčí a mohou být i blátivější.
2. **Obsah oleje:** obecně platí, že na dekorační svíčku je dobré použít parafín s co nejnižším obsahem oleje. Pro tyto účely se používá parafín max. do 2 % oleje.
3. **Bod tání:** parafíny jsou označeny vždy bodem tání, zpravidla po dvou stupních, např. 52 až 54, nebo 58 až 60. Parafíny 50 až 54 se nazývají lehké a používají se především v lázeňství a při výrobě svíček litých do skla nebo do keramiky.

4. **Barva parafínu:** jasná bílá = 30, žlutá = 25, šedá = 20. Pokud je nutno zachovat u finálního výrobku bílou barvu je číslo 30 rozhodující, pokud použijeme buď solventní nebo pigmentové barvy, není barva vstupní suroviny tak rozhodující [57].



Obr. 24 Parafín, jádro mikrokapslí, směs pevných uhlovodíků řady  $C_nH_{2n+2}$  [58]

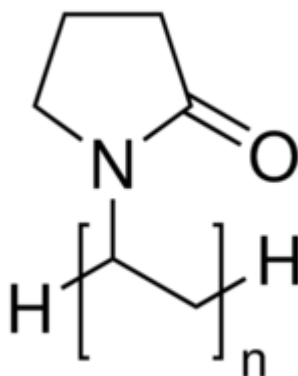
V diplomové práci byl použit parafinový vosk (Tab. 3) s teplotou tání 52–54 °C od firmy Lachema Brno. V textu značen jako vosk.

Tab. 3 Identifikace a vlastnosti vosku [58]

Další názvy:	Parafín, WAX, vosk
Číslo CAS:	8002–74–2
Sumární vzorec:	$C_nH_{2n+2}$

### 5.1.2 Polyvinylpyrrolidine PVP

Polyvinylpyrrolidon je ve vodě rozpustný polymer, používaný jako emulgátor a dezintegrátor pro polymeraci. Vyrábí se polymerizací monomeru *N*-vinylpyrrolidonu. Ve vodě má užitečnou newtonovskou viskozitu. Hustota PVP je 1,2 g/cm<sup>3</sup>. Zasychá v podobě vločkovitého prášku, který snadno absorbuje vzdušnou vlhkost až do 40 % své hmotnosti. V roztoku má výtečné smáčivé vlastnosti a snadno tvoří film. Proto je dobrý pro tvorbu povlaků na materiálech nebo jako aditivum do povlaků. Teplota skelného přechodu je 110–180 °C [58].



Obr. 25 Molekula polyvinylpyrrolidonu [59]

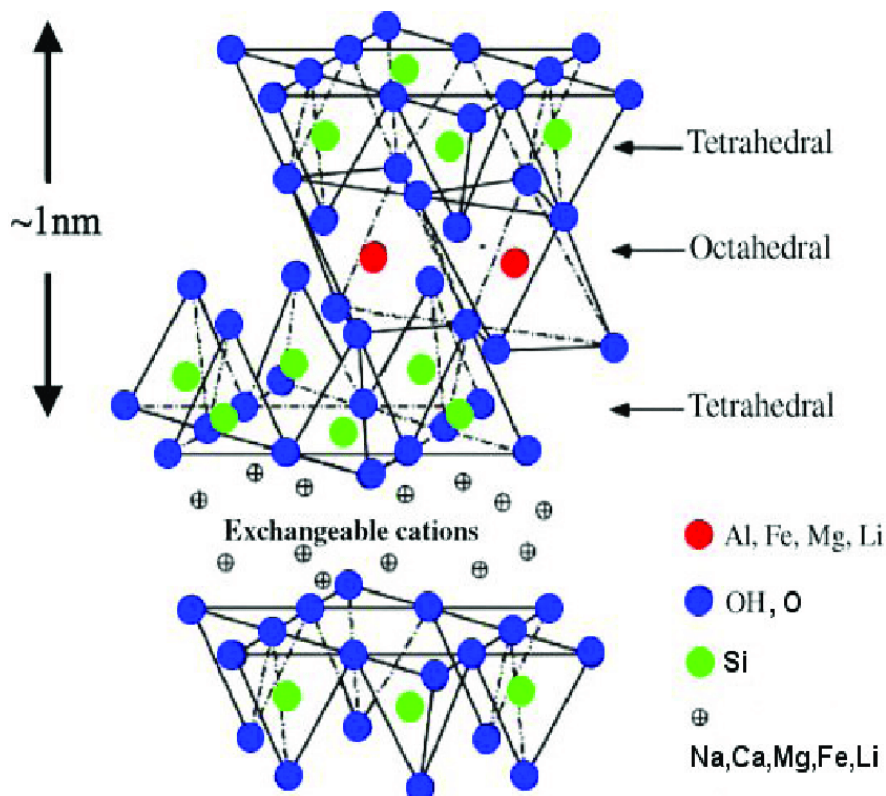
V diplomové práci byl použit PVP (Tab. 4) od společnosti SigmaAldrich.

Tab. 4 Identifikace a vlastnosti PVP [58]

Další názvy:	povidon, polyvidon, krospondon, kopovidon, PNVP, PVP
Číslo CAS:	9003-39-8
Sumární vzorec:	$(C_6H_9NO)_n$
Molekulová hmotnost:	40 000 g/mol

### 5.1.3 Montmorillonit jíł

Minerál spadající do rozsáhlé skupiny tzv. jílových minerálů. Montmorillonit (MMT) (Obr. 26) je narůžovělý, bělavý, žlutavý, šedý či světle hnědý. Vzniká větráním čedičových tufů, je častou složkou jílovitých hornin a půd. Je důležitou složkou až 12 m mocných vrstev tzv. bentonitů, tedy zvětralých vulkanických tufů třetihorního stáří v Braňanech u Mostu a v Doupovských horách. Je součástí skupiny smektitu. Tato představuje jednu z nejdůležitějších skupin fylosilikátů. Jsou součástí prachu zvířeného ve vzduchu, součástí půd a horninotvorným minerálem. Montmorillonit (je dostupný, cenově přijatelný a lze ho používat ve spojení s PE, LDPE, HDPE, PP, nylonem, polyvinyliden chloridem), kde se v současnosti nejvíce používá jako nanoplivo [58] [60] [61].



Obr. 26 Struktura montmorillonitu [62]

V diplomové práci byl použit jíl Cloisite® (Tab. 5) Na + od firmy Rockwood Clay Additives. Využívá se v oblasti plastikářského a gumářského průmyslu ke zlepšení mnoha fyzikálních vlastností materiálů, jako jsou např. mechanické vlastnosti, bariérové vlastnosti a vlastnosti ke snížení hořlavosti.

Tab. 5 Vlastnosti a specifikace CLOISITE-Na + [63]

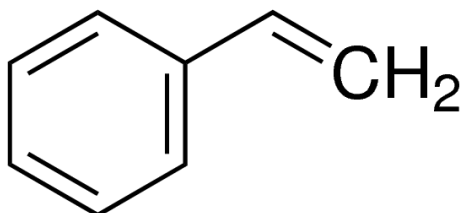
Vlhkost	4–9 %
Barva:	Šedá
Chemický vzorec:	$(\text{Na}, \text{Ca})_{0,3}(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n(\text{H}_2\text{O})$ .
Hustota:	$2,86\text{g}/\text{cm}^3$
Velikost suchých částic	$<25\mu\text{m}$ ( $d_{50}$ )

#### 5.1.4 Styren

Čistý styren (Obr. 27) je bezbarvá olejovitá kapalina se sladkým zápachem (Tab. 6). Teplota tání je  $-30,6\text{ }^\circ\text{C}$ , varu  $145,2\text{ }^\circ\text{C}$  a hustota  $906\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ . Páry jsou však těžší než vzduch. Je špatně rozpustný ve vodě ( $300\text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ ). Dobře se rozpouští v organických rozpouštědlech, jako jsou alkoholy, ethery, aceton a sirouhlík. Patří mezi těkavé organické látky (VOC), tenze par při  $25\text{ }^\circ\text{C}$  je  $867\text{ Pa}$ . Styren podléhá procesu oxidace za vzniku peroxidů, které

rovněž působí jako katalyzátor jeho polymerace. Polymeraci katalyzují i další činitelé jako teplota, tlak, světlo, silné kyseliny, rez apod. Proto se styren běžně stabilizuje přidávkem inhibitorů

(např. 4-tercbutylkatecholem nebo hydrochinonem) [64] [58].



Obr. 27 Molekula styrenu, surovina pro obal enkapsulovaného vosku [59]

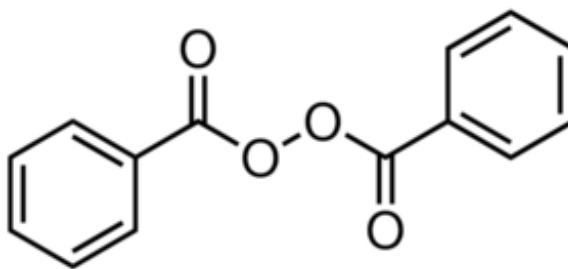
V diplomové práci byl použit styren od společnosti SigmaAldrich.

Tab. 6 Identifikace a vlastnosti styrenu [64] [58]

Další názvy:	fenylethylen, vinylbenzen, cinnamen, cinnamol, ethenylbenzen, Diarex HF 77, Styrolen, Styrol, Styropol, annamen, vinylbenzol, fenylethen, styron, styropor
Číslo CAS:	100-42-5
Sumární vzorec:	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub>
Molekulová hmotnost:	104,15 g/mol

### 5.1.5 Benzoylperoxid BPO

Organická sloučenina ze skupiny organických peroxidů. Její molekula se skládá ze dvou benzoylových skupin spojených peroxidovou skupinou. Použitelný kondenzovaný strukturní vzorec by byl C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>-COO-OOC-C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, PhCO-O-O-COPh nebo (PhCO)<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Často se zkracuje jako Bz<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Benzoylperoxid se používá jako iniciátor radikálů. Hustota bezbarvé pevné látky činí 1,334 g/cm<sup>3</sup>. Homolytické štěpení slabé vazby kyslík-kyslík tvoří volné radikály, které spouští další reakce. Obvykle se připravuje reakcí peroxidu sodného s benzoylchloridem, kdy vzniká benzoylperoxid a chlorid sodný [58].



Obr. 28 Molekula PBO [59]

V diplomové práci byl použit BPO od společnosti SigmaAldrich.

Tab. 7 Identifikace a vlastnosti PBO [58].

Další názvy:	dibenzoylperoxid
Číslo CAS:	94-36-0
Sumární vzorec:	$C_{14}H_{10}O_4$
Molekulová hmotnost:	242,23 g/mol

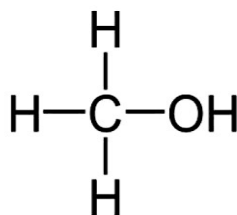
### 5.1.6 Methanol

Jde o bezbarvou, alkoholicky páchnoucí kapalinu, neomezeně mísitelnou s vodou. Je těkavý, hořlavý a silně jedovatý, což je problém při záměně s ethanolem. Methanol (Obr. 29) je polární látka rozpustná ve vodě. Skupina – OH je zodpovědná za polaritu.

Methanol může být vyráběn z:

- Rostlin.
- fosilního paliva (zemní plyn a uhlí).
- biomasy.
- pevného odpadu.
- bioplynu.
- $CO_2$  (z atmosféry).

V průmyslovém měřítku se methanol vyrábí za použití zemního plynu jako hlavní suroviny. Použití methanolu je jako nemrzoucí směs, rozpouštědlo a palivo. Environmentální a ekonomické výhody methanolu z něj činí atraktivní alternativní palivo. Může pohánět vozidla a lodě, vařit jídlo a vytápět domy [59] [65]. Po ukončení polymerační reakce má za účel odstranění přebytečného neenkapsulovaného vosku.



Obr. 29 Methanol [59]

V diplomové práci byl použit methanol společnosti Lach-ner.

Tab. 8 Identifikace a vlastnosti methanolu [58].

Další názvy:	methylalkohol, karbinol, dřevný líh či dřevitý líh.
Číslo CAS:	67-56-1
Sumární vzorec:	CH <sub>4</sub> O
Molekulová hmotnost:	32,04 g/mol

## 5.2 Metody přípravy mikrokapslí

Pro přípravu mikrokapslí byla zvolena suspenzní polymerace vzhledem k nejčastěji používaným metodám mikroenkapsulace PCM. Způsob založený na metodě suspenzní polymerace umožňuje enkapsulovat nepolární PCM. Polární PCM (polyglykoly) zatím nebylo možné touto metodou enkapsulovat.

### 5.2.1 Suspenzní polymerace

Metoda suspenzní polymerace se využívá se pro výrobu řady polymerů, z nichž nejdůležitější jsou polystyren, poly(vinylchlorid), poly(methylmethakrylát), kopolymery styrenu s divinylbenzenem. Nevhodná je tato technika pro přípravu polymerů s nízkou hodnotou T<sub>g</sub>, např. elastomerů, kde je značná tendence k aglomeraci polymerních částic [66].

Suspenzní polymerace představuje proces, který probíhá v heterogenním prostředí. Postup přípravy mikrokapslí PS/vosk byl následující:

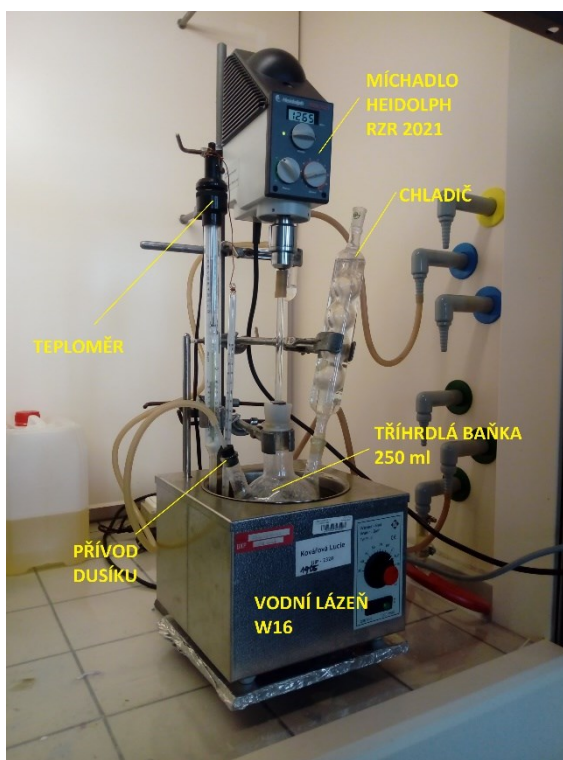
5. Do tříhrdlé 250 ml baňky se přidalo 150 ml destilované vody, 14 g vosku a 1 g stabilizátoru suspenze PVP.
6. Následovalo rozpuštění vosku. V případě syntézy mikrokapslí s 1 % jílu, bylo v tomto okamžiku přidáno 0,14 g Cloisite Na<sup>+</sup>.

7. Po rozpuštění vosku ve vodě se bočním hrdlem baňky přidal roztok 22 ml monomeru styrenu s 0,5g BPO iniciátoru.
8. Následovalo přidání dalších 100 ml destilované vody.

Celá syntéza probíhala v inertní atmosféře N<sub>2</sub>. Při polymeraci byla zvolena rychlost míchání 1250 ot/min při teplotě 95 °C. Doba reakce trvala 3 hodiny od dosažení této teploty. Re-ceptura a podmínky reakce byly zvoleny na základě diplomové práce Sl. Rudecké [74]. Po ukončení výrobního procesu byly mikrokapsle promyty methanolem, aby byl odstraněn přebytečný vosk a vysušeny při pokojové teplotě.

Aparatura, na které probíhala syntéza mikrokapslí je na obrázku (Obr. 30).

Byla použita vodní lázeň typ W 16, tříhrdlá baňka o objemu 250 ml, míchadlo Heidolph RZR 2021 s regulací otáček, teploměr s regulací teploty, chladič a přívod N<sub>2</sub>. Další použité laboratorní pomůcky byly např. analytické váhy Kern, odměrný válec a lžička k navážení výchozích surovin. Büchnerova nálevka, těsnící kroužek, odsávací baňka a filtrační papír pro filtraci produktu suspenzní polymerace.



Obr. 30 Aparatura pro přípravu mikrokapslí

Byly připraveny 2 typy mikrokapslí, jejichž označení je uvedeno v (Tab. 9).



Tab. 9 Připravené mikrokapsle

Značení mikrokapslí	Obal	Jádro	Jádro koncentrace (%)
M	PS	vosk	70
M+MMT	PS	vosk+MMT	70+1

Po ukončení výrobního procesu byly mikrokapsle promyty methanolem, aby byl odstraněn přebytečný vosk a vysušeny při pokojové teplotě.

### 5.3 Charakterizace mikrokapslí

Charakterizace mikrokapslí byla provedena pomocí metod diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC) a skenovací elektronové mikroskopie (SEM).

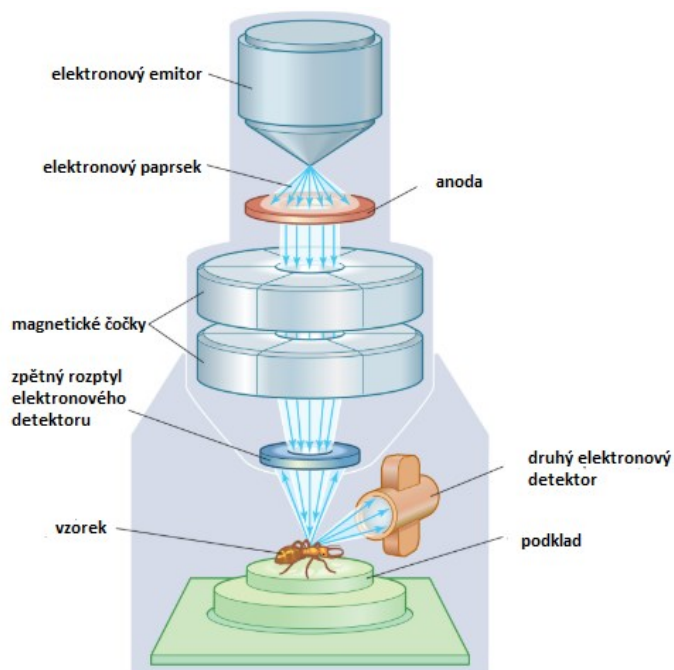
K ověření zapouzdření vosku do PS obalu byla použita metoda DSC. DSC metoda spočívá v konstantní rychlosti ohřívání (chlazení) dvou nádob, jedna nádoba je prázdná (referenční) a druhá obsahuje vzorek. Řídící jednotka (v našem případě počítač) neustále zajišťuje konstantní rychlost ohřevu obou vzorků po celou dobu experimentu. Jelikož jedna nádoba je prázdná a druhá obsahuje vzorek, tak se bude lišit tepelný tok do jednotlivých nádob, a to z důvodu složení vzorku a fázových změn probíhajících ve vzorku. Měříme tedy rozdíl v tepelných tocích do jednotlivých nádob. Tento údaj zpravidla vynášíme proti teplotě [67].

Pokud vzorek prochází tepelnou událostí, která způsobuje, že absorbuje více tepla než referenční vzorek (například tání), graf DSC ukazuje pokles tepelného toku. Tomu se říká endoterma a v těchto případech teplotní senzor měří nižší teplotu vzorku ve srovnání s referencí [68].

V této diplomové práci bylo použito zařízení DSC 1/700 od společnosti Mettler Toledo a měření probíhalo od -20 do 110 °C při rychlosti ohřevu a chlazení 10 °C/min. Samotné měření má dvě fáze ohřevu a dvě fáze chlazení. Ohřev probíhal v teplotním režimu od -20 do 110 °C a chlazení od 110 do -20 °C. K vyhodnocení tepelných charakteristik mikrokapslí byl použit první i druhý ohřev.

Skenovací elektronová mikroskopie (SEM) byly použity ke studiu morfologie připravených mikrokapslí. SEM je v podstatě topografická technika. V SEM je paprsek elektronů skenován přes vzorek a zpětně rozptýlené elektrony jsou analyzovány, aby poskytly fyzický obraz povrchu. Protože je možné elektronový paprsek zaostřit velmi jemně (na stupnici nanometrů), může SEM poskytnout vysokou úroveň topografických detailů. SEM sám o sobě neposkytuje žádné chemické informace. Elektronový paprsek však také generuje

rentgenové paprsky ze vzorku. Analýzou těchto rentgenových paprsků pomocí analyzátoru disperze energie (EDX) je možné získat elementární mapování povrchové vrstvy vzorku. SEM mikroskop je navržený pro přímé studium povrchů pevných objektů, využívá paprsek zaostřených elektronů s relativně nízkou energií jako elektronová sonda, která je pravidelně skenována na vzorku [69].



Obr. 31 SEM mikroskop (upraveno z [69])

Pro morfologickou analýzu byl použit skenovací elektronový mikroskop VEGA II LMU od firmy TESCAN. Vzorky mikrokapslí pro tuto analýzu byly pokoveny Au/Pd

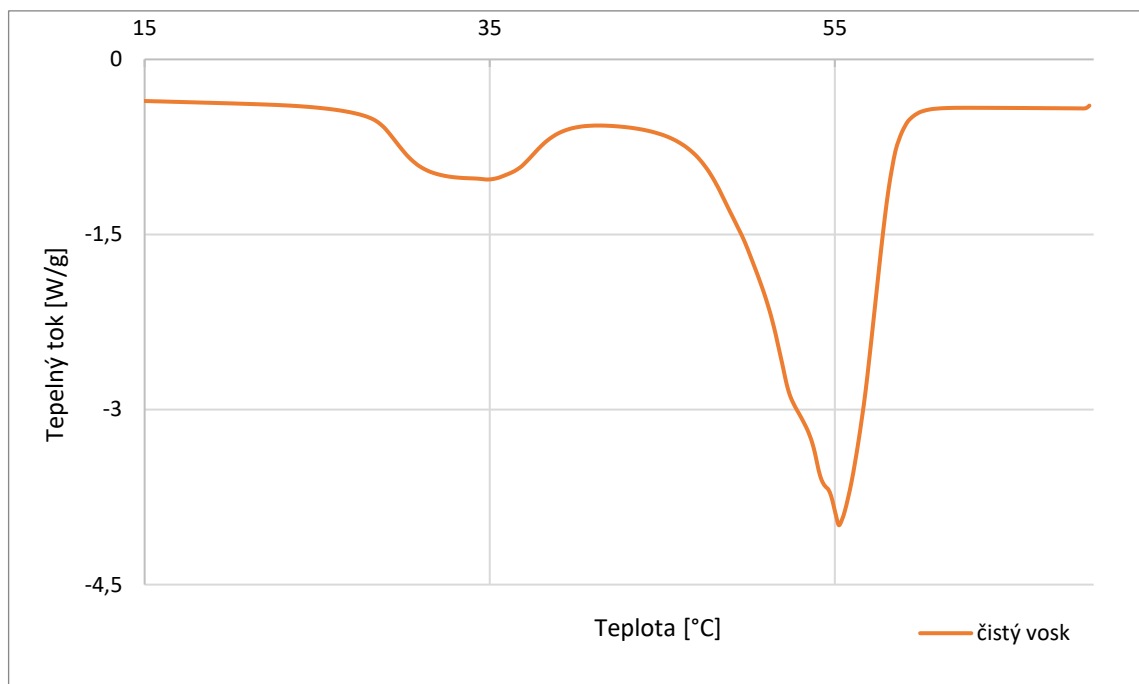
## 5.4 Výsledky hodnocení mikrokapslí

### 5.4.1 DSC

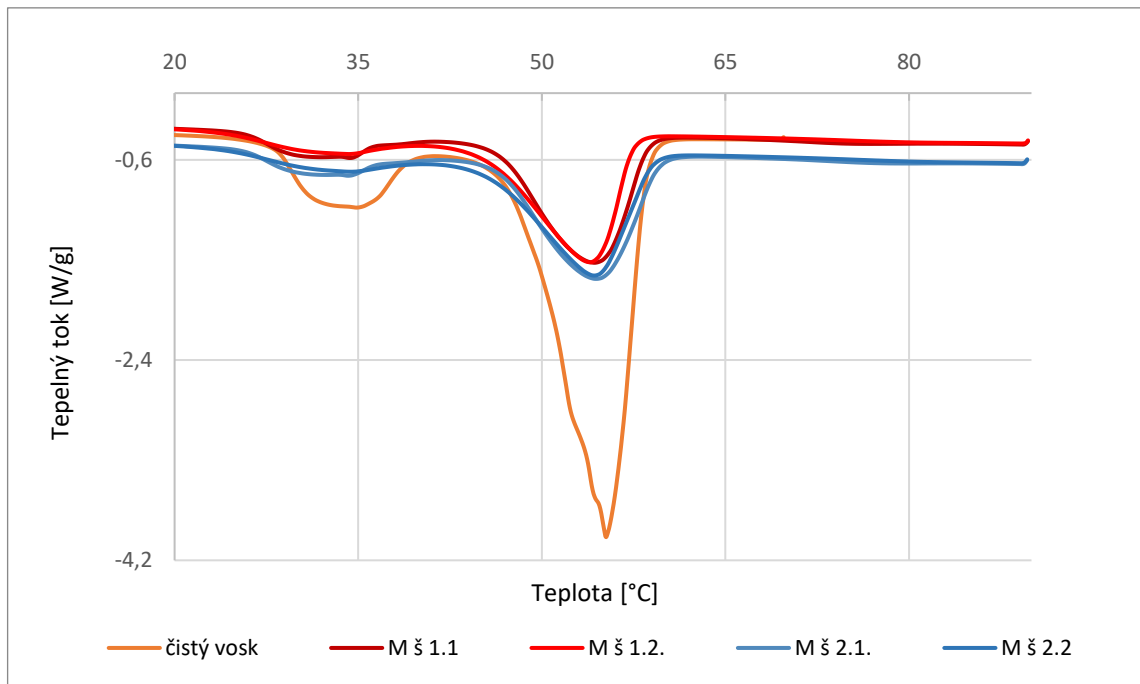
Jak bylo popsáno výše, k charakterizaci připravených mikrokapslí byla použita metoda DSC. Byly změřeny jak parametry samotného vosku, tak připravených PS/vosk mikrokapslí. Z důvodu opakované syntézy mikrokapslí byly otestovány 2 náhodně vybrané sarže. V tabulce (Tab. 10) je uveden přehled značení pro testované šarže mikrokapslí. Na následujícím obrázku (Obr. 32) je pak zachycen průběh pro ohřev vosku použitého pro enkapsulaci. Na záznamu jsou patrná 2 maxima při teplotách znázorněných v tabulce (Tab. 11).

Tab. 10 Značení jednotlivých ohřevů pro dva vzorky (šarže) mikrokapslí

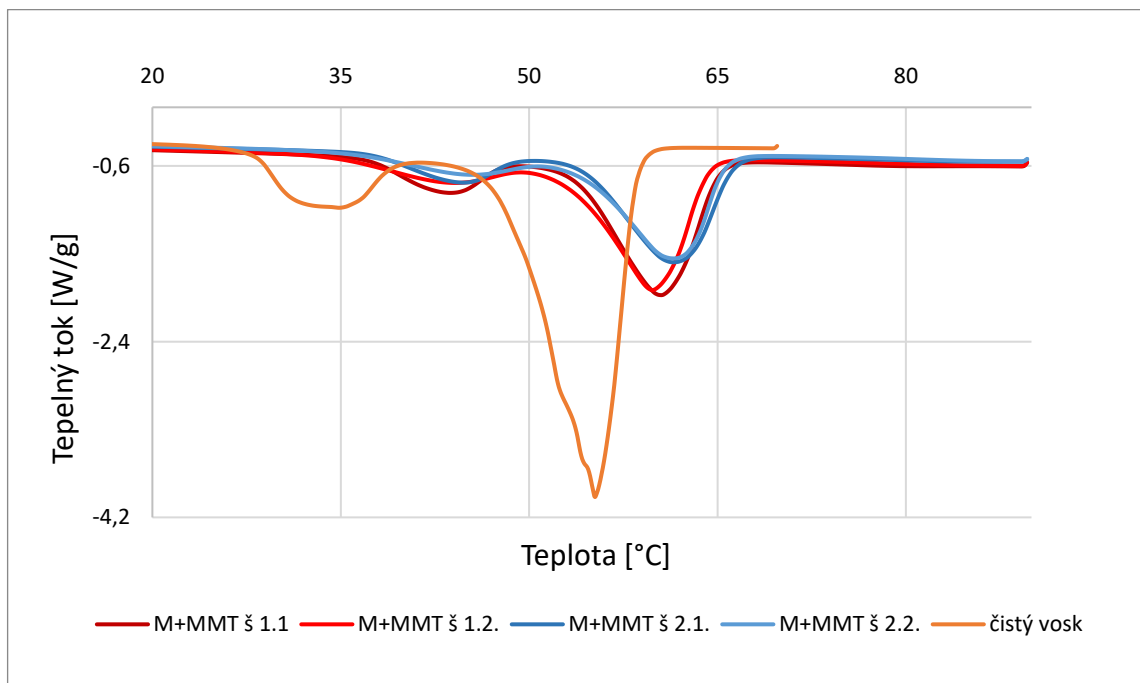
Označení charakterizovaných mikrokapslí	legenda
Šarže 1 ohřev 1	M š 1.1
Šarže 1 ohřev 2	M š 1.2
Šarže 2 ohřev 1	M š 2.1
Šarže 2 ohřev 2	M š 2.2
Šarže 1 ohřev 1	M+MMT š 1.1
Šarže 1 ohřev 2	M+MMT š 1.2
Šarže 2 ohřev 1	M+MMT š 2.1
Šarže 2 ohřev 2	M+MMT š 2.2



Obr. 32 DSC: graf čistého vosku



Obr. 33 DSC: Mikrokapsle M



Obr. 34 Mikrokapsle M+MMT

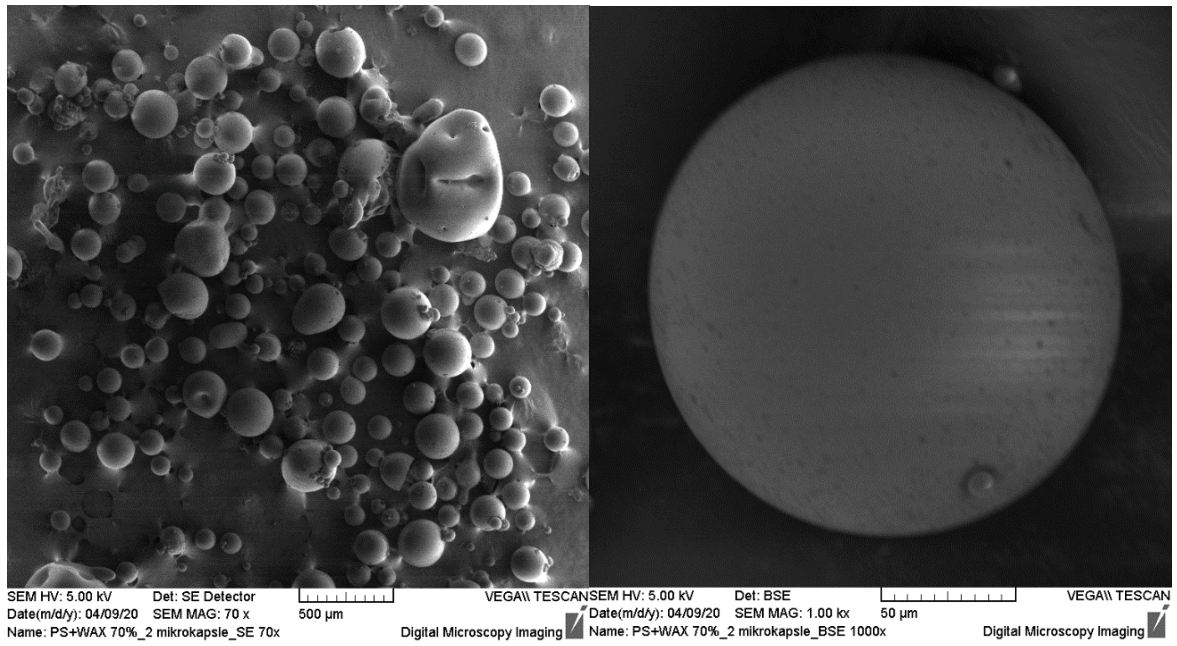
Tab. 11 DSC maxima v oblasti tepelného toku

Šarže	$T_{m1}$ [°C]	$T_{m2}$ [°C]
Čistý vosk	34	55
M š 1.1	31	54
M š 1.2	32	54
M š 2.1	35	55
M š 2.2	33	54
M+MMT š 1.1	44	61
M+MMT š 1.2	43	60
M+MMT š 2.1	45	62
M+MMT š 2.2	45	62

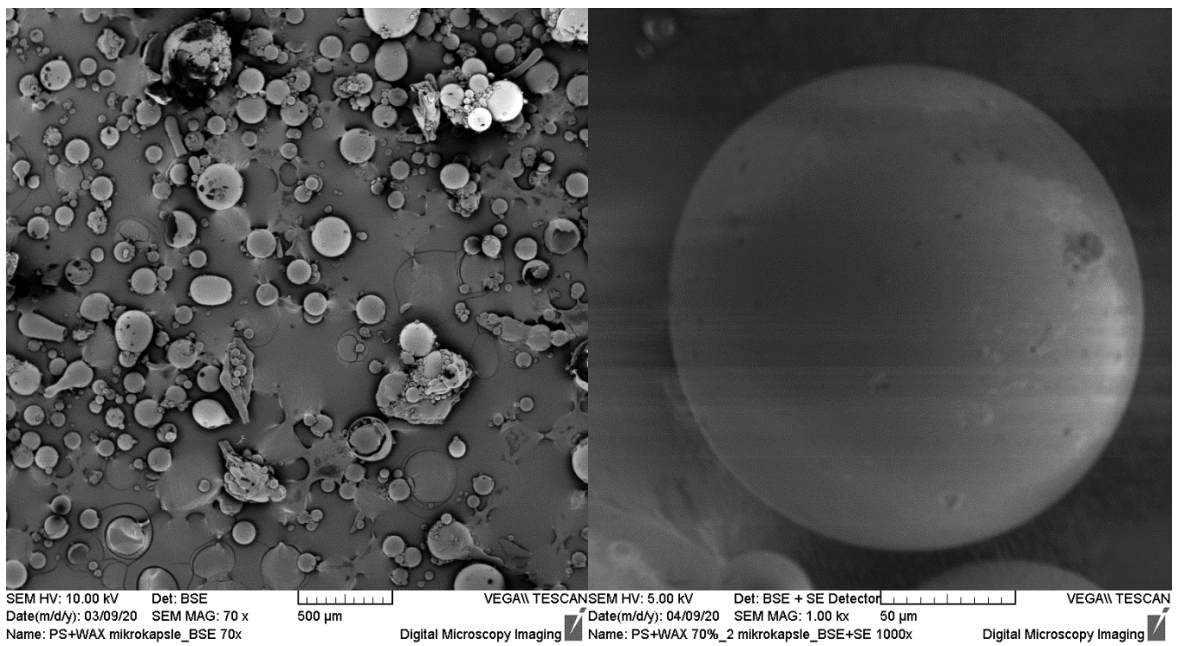
Z tabulky (Tab. 11) lze pozorovat, že mikrokapsle vykazují maxima na pozicích použitého vosku. Dále poloha hlavního maxima značeného jako  $T_{m2}$  se u mikrokapslí neliší oproti enkapsulovanému materiálu PCM. Můžeme tedy konstatovat, že došlo k úspěšnému zapouzdření vosku do polystyrenového obalu. Dále lze vidět, že i intenzita zůstává u obou šarží přibližně stejná. Při porovnání 1. a 2. ohřevu jsou záznamy identické. Z výše zmíněných důvodů můžeme tedy očekávat stejnou kvalitu připravených mikrokapslí. Při porovnání teplotních křivek mikrokapslí M+ MMT (Obr. 34, Tab. 11) vůči čistému vosku si lze všimnout, že teplota tání  $T_{m2}$  se posunula cca o 6–7 °C nahoru. To lze přisuzovat jednak 1 % přídavku MMT a také by tento jev mohl souviset s tloušťkou stěny obalu. Stejně jako u M i zde první i druhý ohřev mikrokapslí probíhá téměř identicky. U sledovaných šarží M+MMT lze sledovat u šarže 2 mírný posun  $T_{m2}$  k vyšším hodnotám. Měření napovídá, že v tomto případě bude pravděpodobně nepatrně vyšší rozptyl ve vlastnostech získaných mikrokapslí.

#### 5.4.2 SEM

Jako další charakterizační metoda mikrokapslí byla použita mikroskopie a to přesně SEM. Princip metody a použité zařízení je popsáno v kapitole 5.3.

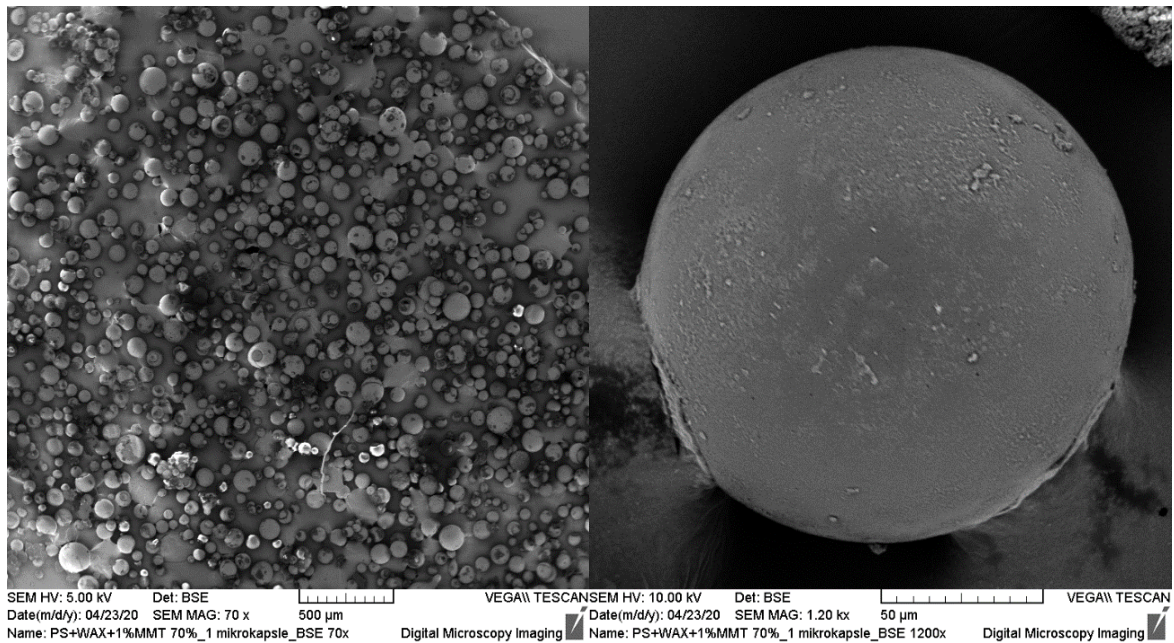


Obr. 35 SEM: M š. 1 zvětšeno 70x a 1000x

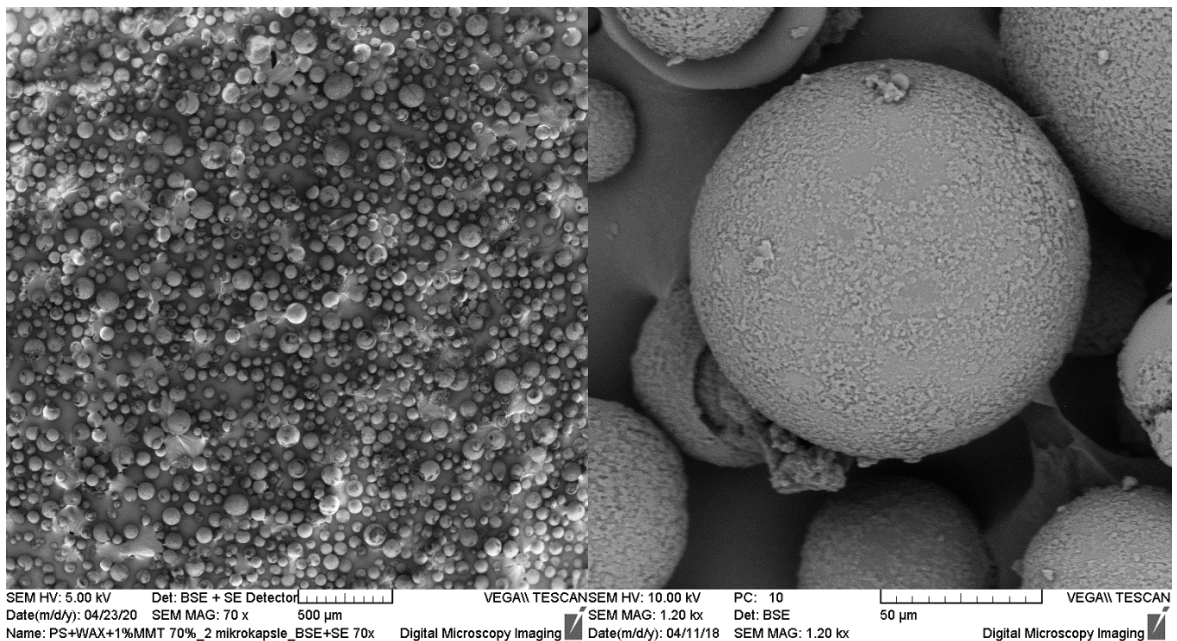


Obr. 36 SEM: M š. 2 zvětšeno 70x a 1000x





Obr. 37 SEM: M+MMT š. 1 zvětšeno 70x a 1000x



Obr. 38 SEM: M+MMT š. 2 zvětšeno 70x a 1000x

Na obrázcích (Obr. 35–38) lze pozorovat výslednou morfologii mikrokapslí. Je patrné, že mikrokapsle M+MMT poskytují menší částice ve srovnání s mikrokapslemi M. Mikrokapsle M se pohybují ve velikostním rozmezí přibližně 50–250  $\mu\text{m}$ , zatímco mikrokapsle M+MMT se pohybují velikostně v rozmezí 50–150  $\mu\text{m}$ . Naproti tomuto zjištění mikrokapsle M vykazují lepší povrchové parametry – hladší povrch, když mikrokapsle M+MMT mají povrch drsnější s více defekty. Obě šarže testovaných mikrokapslí vykazují podobné parametry.

## 6 APLIKACE MIKROKAPSLÍ V POLYMERNÍ MATRICI

### 6.1 Použité chemikálie

K přípravě kompozitního materiálu byl zvolen polymer pod obchodním názvem Escorene Ultra FL00212. Jedná se okopolymer ethylenu a vinylacetátu známý jako (EVA), který měl roli polymerní matrice a syntetizované mikrokapsle vosku (jako PCM) zapouzdřené v obalu polystyrenu (PS) plnily roli částicového plniva.

#### 6.1.1 EVA– Ethylenvinylacetát

Kopolymery ethylenu s vinylacetátem se vyrábějí blokovou radikálovou vysokotlakou polymerací při 140 a 180 MPa a teplotě až 250 °C. Obecně se stoupajícím obsahem vinylacetátu stoupá jejich průtažnost, rázová houževnatost a odolnost proti tvorbě trhlin pod napětím. Pevnost v tahu je maximální při obsahu VA = 20–30 %. V závislosti na obsahu VA se používají k výrobě fólií, ohebných hadic, obalovin aj. zde je obsah VA = 20 %. Nanášení na papír, pro výrobu snímacích láků a povlaků proti korozi, jako disperze i pro nátěrové hmoty VA = 20–40 %. S obsahem VA = 40–70 % se používají jako oxidačně zesílovatelné kaučuky s nadprůměrnou teplotní odolností nacházející uplatnění při opláštění kabelů, ve stavebnictví, výrobě hraček aj. V množství VA = 10–20 % se osvědčily jako modifikátory PE a PVC pro zvýšení houževnatosti i odolnosti stárnutí na povětrnosti [70].

V diplomové práci byl použit EVA s obchodním názvem Escorene Ultra FL00212. Dále jen EVA (značeno E). Hustota kopolymeru je  $\rho = 0,934 \text{ g/cm}^3$ . Procentuální zastoupení vinylacetátu v ethylenu VA = 12 %. Teplota tání  $T_m = 94 \text{ °C}$  [71].

#### 6.1.2 PCM mikrokapsle

Další složku polymerní směsi představují syntetizované mikrokapsle typu M a M+MMT. Postup syntézy mikrokapslí a jejich složení je popsáno v kapitole 5.2 a 5.3. Mikrokapsle byly zamíchány do polymerní matrice pomocí vytlačovacího stroje v koncentracích: 10, 30 a 50 %.



## 6.2 Metody přípravy kompozitního materiálu

K přípravě kompozitního materiálu byla zvolena zpracovatelská technologie extruze a lisování. Extruze sloužila k zamíchání mikrokapslí typu (M a M+MMT) do polymerní matrice EVY a následnému vytlačení kompozitního materiálu. Výsledkem extruze byla struna, která byla přeměněna na granulát pomocí granulovacího zařízení. Získaný granulát byl dále lisován na destičky 120x120x1 mm.

### 6.2.1 Extruze

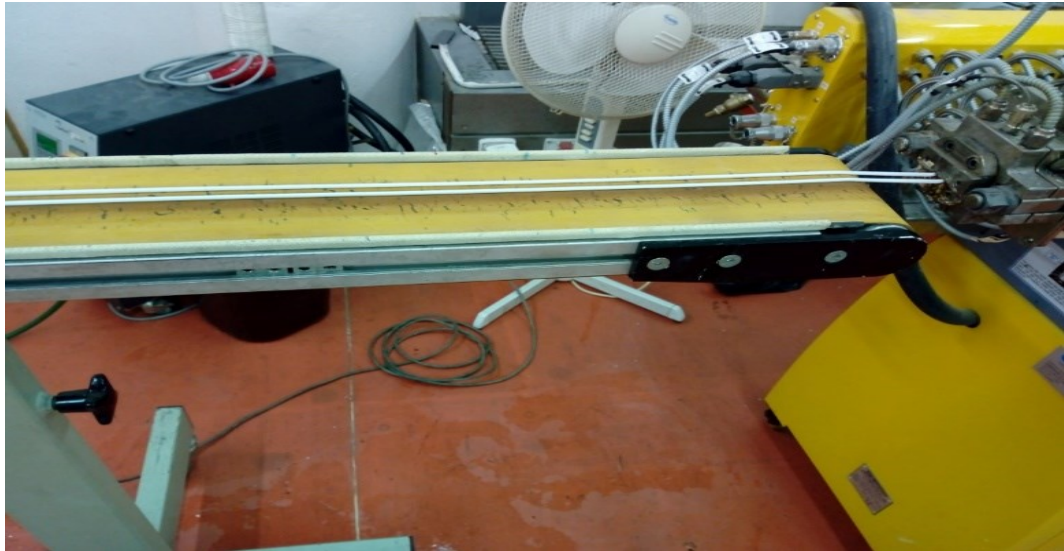
Kompozitní materiál byl vytlačen pomocí extruderu značky Scientific společnosti Labtech Engineering. Extruze probíhala ve třech teplotních režimech znázorněných v tabulce (Tab. 12). Byly připraveny materiály obsahující 10 %, 30 % a 50 % mikrokapslí v polymerní matici. Testován byl i opakovaný průchod směsi extrudérem. Jako referenční materiál sloužil čistý polymer E.

Tab. 12 Teplotní režimy přípravy směsí E/M a E/M+MMT

Teplotní režim	Zóna 1	Zóna 2	Zóna 3	Zóna 4	Zóna 5	Vytlačovací hlava
T1	85	95	95	95	95	95
T2	85	95	100	105	110	110
T3	85	110	115	120	125	125



Obr. 39 Extruder Scientific



Obr. 40 Extruze struny

Celkem bylo připraveno 21 polymerních směsí s mikrokapslemi. Jejich složení je uvedeno v tabulkách (Tab. 13–15).

Tab. 13 Složení směsí připravených při teplotním režimu 1 (T1)

Směs č.	Polymer	[%]	Mikrokapsle	[%]	Cyklus míchání [n]	Značení
1	E	90	M	10	1	E/10M T1 1x
2	E	90	M	10	2	E/10M T1 2x
3	E	70	M	30	1	E/30M T1 1x
4	E	70	M	30	2	E/30M T1 2x
5	E	70	M+MMT	30	1	E/30M+MMT T1 1x
6	E	70	M+MMT	30	2	E/30M+MMT T1 2x

Tab. 14 Složení směsí připravených při teplotním režimu 2 (T2)

Směs č.	Polymer	[%]	Mikrokapsle	[%]	Cyklus míchání [n]	Značení
0	E	100	-	-	2	E
7	E	90	M	10	1	E/10M T2 1x
8	E	90	M	10	2	E/10M T2 2x
9	E	70	M	30	1	E/30M T2 1x
10	E	70	M	30	2	E/30M T2 2x
11	E	50	M	50	1	E/50M T2 1x
12	E	50	M	50	2	E/50M T2 2x
13	E	70	M+MMT	30	1	E/30M+MMT T2 1x
14	E	70	M+MMT	30	2	E/30M+MMT T2 2x
15	E	50	M+MMT	50	1	E/50M+MMT T2 1x

Tab. 15 Složení směsí připravených při teplotním režimu 3 (T3)

Směs č.	Polymer	[%]	Mikrokapsle	[%]	Cyklus míchání [n]	Značení
0	E	-	-	-	1	E
16	E	90	M	10	1	E/10M T3 1x
17	E	90	M	10	2	E/10M T3 2x
18	E	70	M	30	1	E/30M T3 1x
19	E	70	M	30	2	E/30M T3 2x
20	E	90	M+MMT	10	1	E/10M+MMT T3 1x
21	E	70	M+MMT	30	1	E/30M+MMT T3 1x

### 6.2.2 Lisování

Granule získané po extruzi byly lisovány pomocí ručního lisu. Velikost rámečku byla 125x125x1 mm. Hmotnost navážky byla spočítána pro tloušťku 1 mm s 15 % navýšením pro přetoky. Pro lisování byla použita stejná teplota jako byla nastavena na vytlačovací hlavě při jednotlivých teplotních režimech tj. 95 °C, 110 °C a 125°C. Doba lisování činila 3 min a doba chlazení na cca 30 °C měla trvání 15 minut.

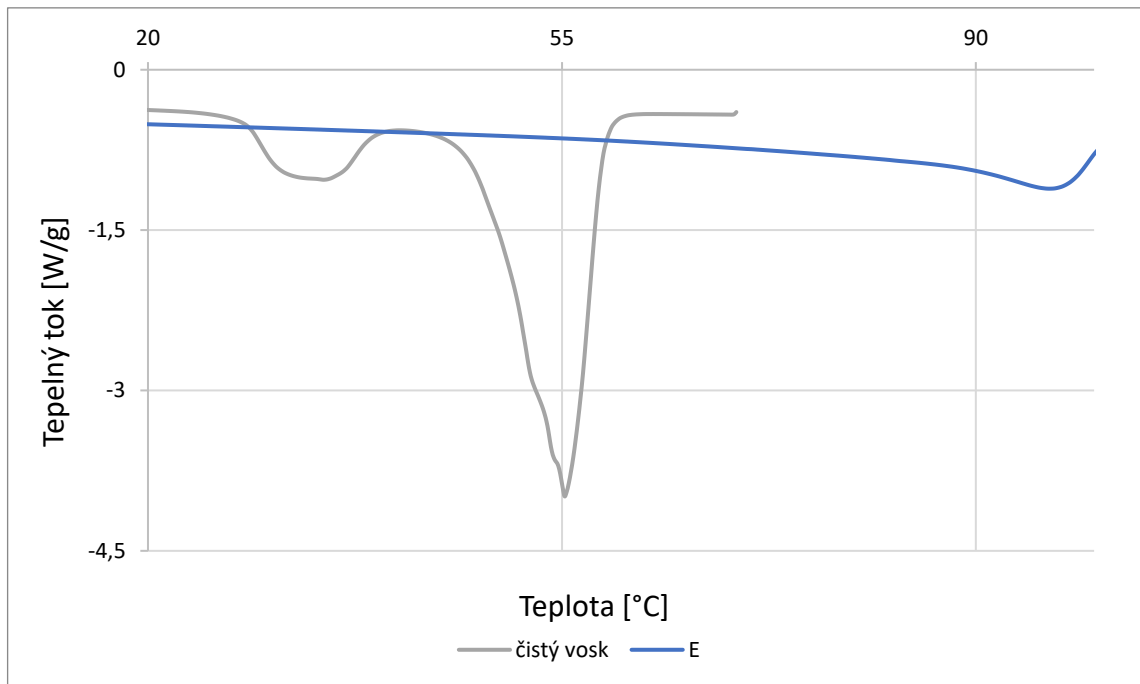
Získané destičky sloužily posléze k charakterizaci připravených materiálů typu polymer/mikrokapsle.

## 6.3 Charakterizace kompozitního materiálu

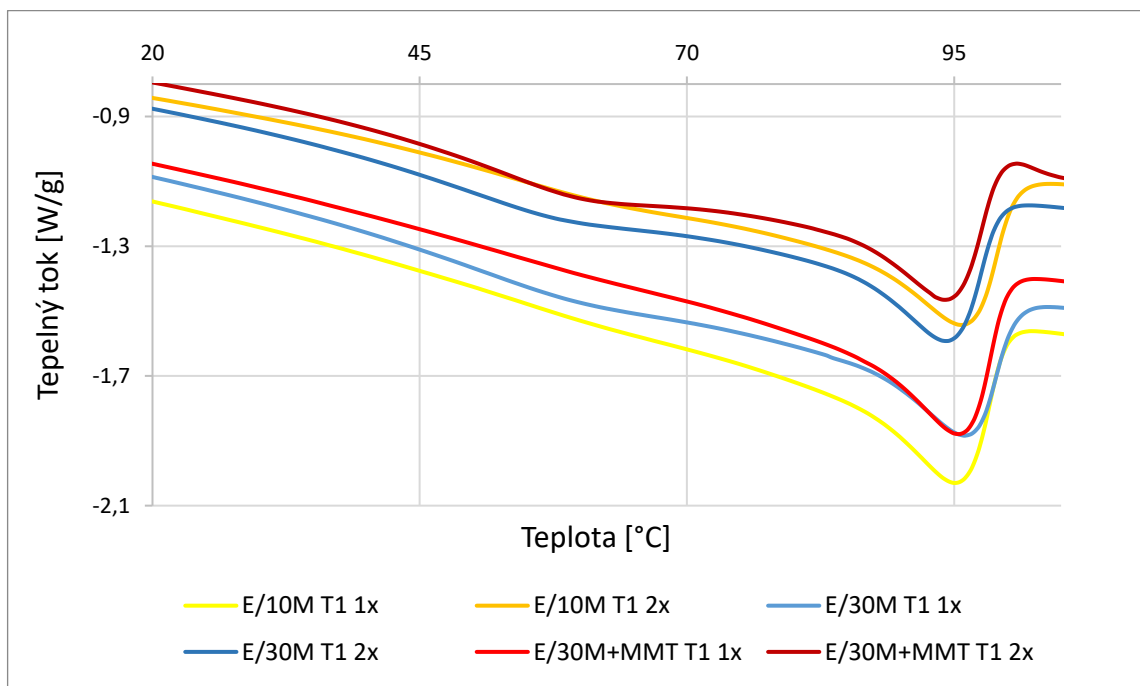
K charakterizaci kompozitního materiálu byly použité stejné metody jako pro charakterizaci mikrokapslí. Tedy metoda DSC a SEM. Dále byly kompozitní materiály podrobeny tahovým zkouškám a měření tepelné vodivosti.

### 6.3.1 DSC

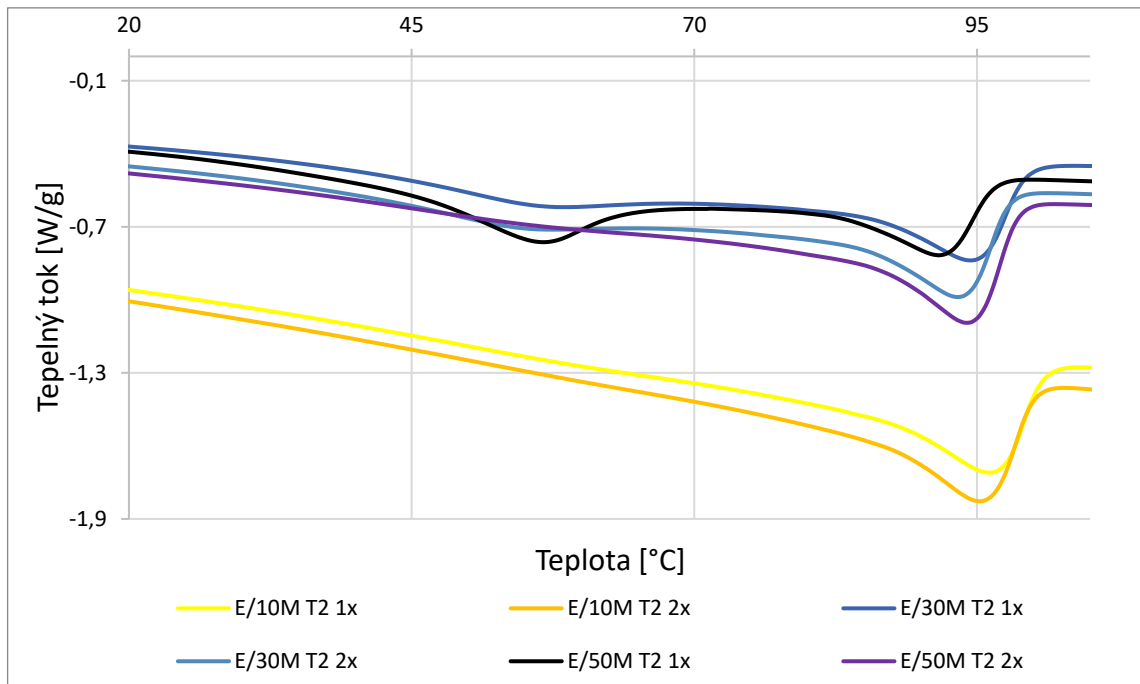
K vyhodnocení tepelných charakteristik byla zvolena metoda DSC. Jako srovnávací materiál sloužil jednak čistý vosk a čistý polymerní materiál E (Obr. 40). Použit byl identický typ zařízení jako k charakteristice mikrokapslí při stejných podmínkách (viz kapitola 5.3). Vyhodnocení dat v tomto případě proběhlo z 2. ohřevu.



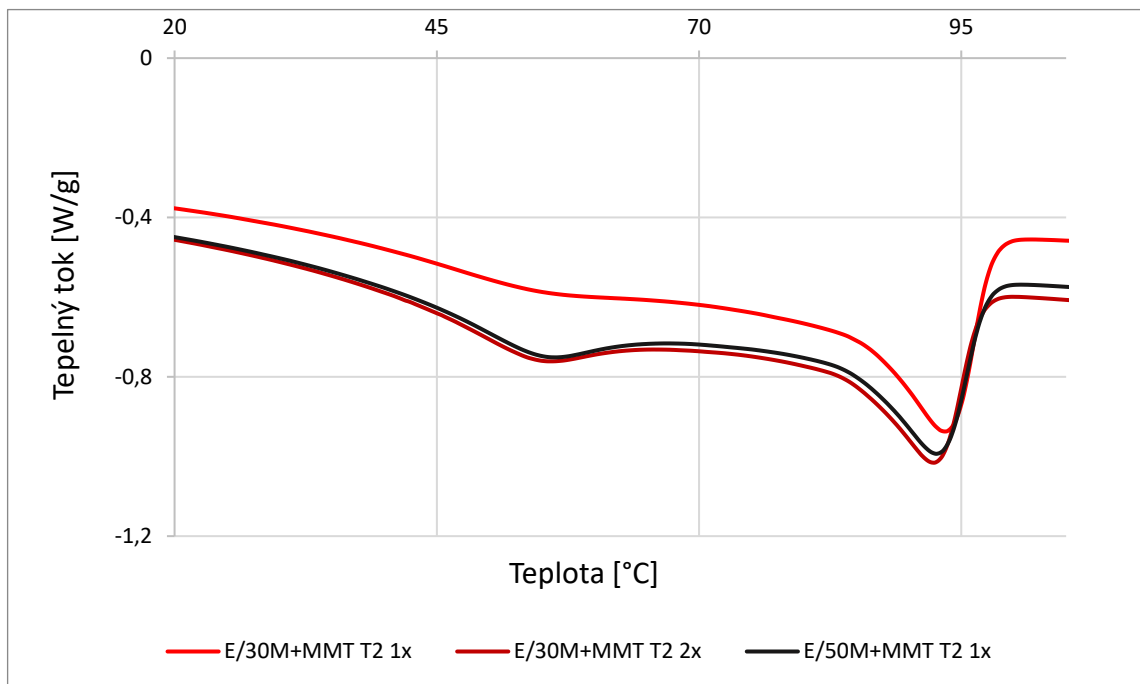
Obr. 41 DSC: Referenční materiály materiály – vosk, E



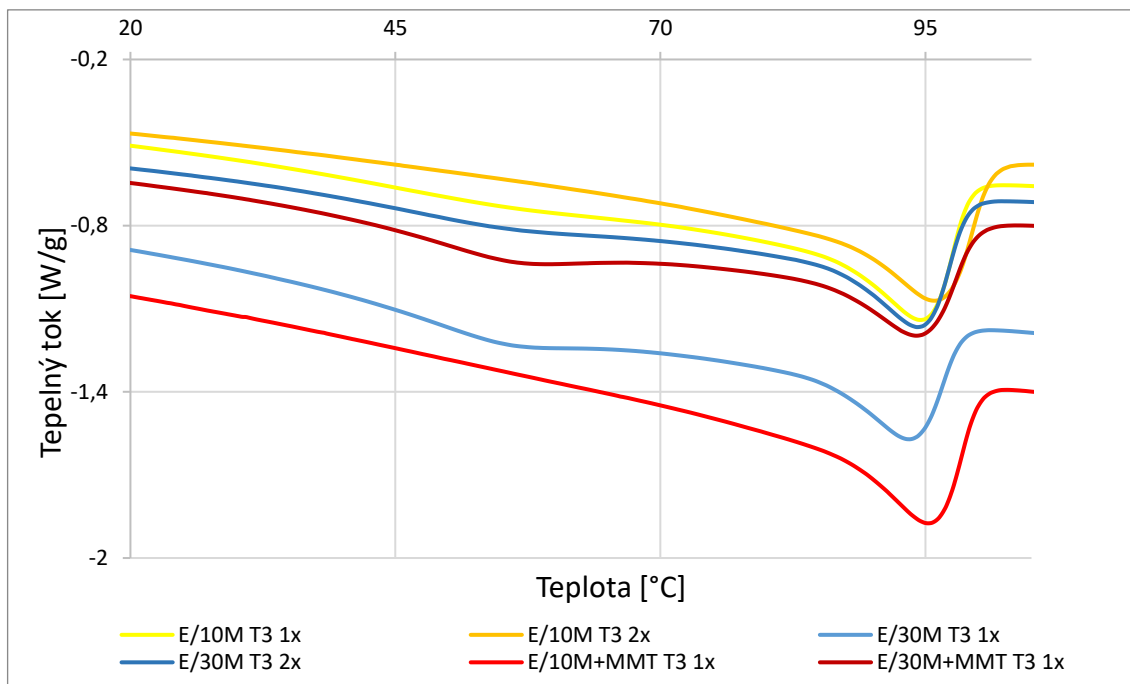
Obr. 42 DSC: teplotní režim 1



Obr. 43 DSC: teplotní režim 2



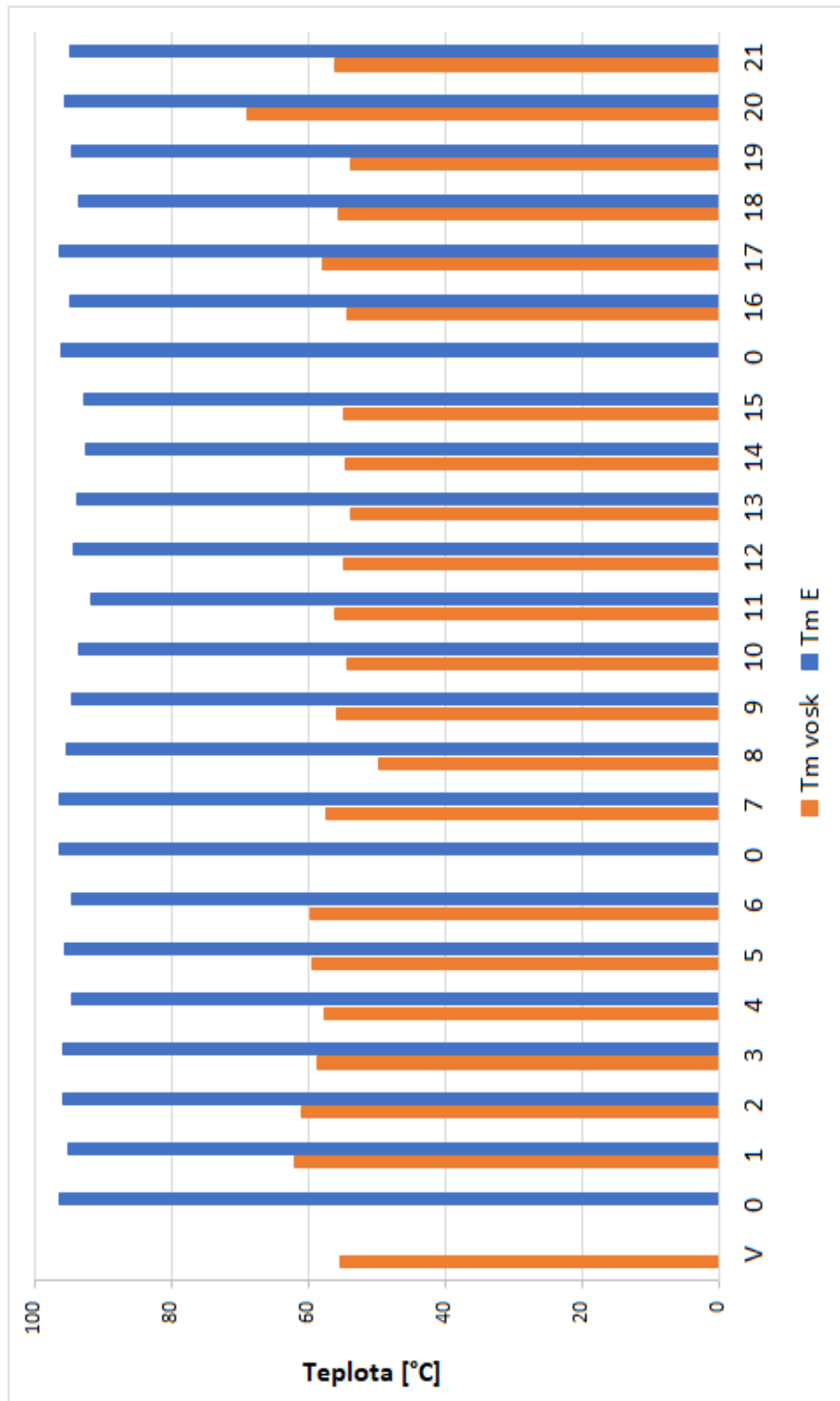
Obr. 44 DSC: teplotní režim 2



Obr. 45 DSC: teplotní režim 3

Tab. 16 DSC: Vyhodnocení  $T_m$  pro různé koncentrace mikrokaplí.

č.	Vzorek	$T_{m_{\text{Vosk}}}$ [°C]	$T_{m_E}$ [°C]
V	čistý vosk	55	-
0	E T1	-	96
1	E/10M T1 1x	62	95
2	E/10M T1 2x	61	96
3	E/30M T1 1x	59	96
4	E/30M T1 2x	58	94
5	E/30M+MMT T1 1x	60	96
6	E/30M+MMT T1 2x	60	95
0	E T2	-	96
7	E/10M T2 1x	57	96
8	E/10M T2 2x	50	95
9	E/30M T2 1x	56	95
10	E/30M T2 2x	54	93
11	E/50M T2 1x	55	92
12	E/50M T2 2x	55	94
13	E/30M+MMT T2 1x	54	94
14	E/30M+MMT T2 2x	55	92
15	E/50M+MMT T2 1x	55	93
0	E T3	-	96
16	E/10M T3 1x	54	95
17	E/10M T3 2x	58	96
18	E/30M T3 1x	56	94
19	E/30M T3 2x	54	95
20	E/10M+MMT T3 1x	69	96
21	E/30M+MMT T3 1x	56	95



Obr. 46 DSC: Srovnání teplot tání

Cílem DSC metody bylo prokázat, zdali byl vosk ve struktuře kompozitu obsažen. To nám napovídá teplotní pík ve stejné oblasti jako je teplota tání čistého vosku. Z obrázků (Obr. 42–45) a tabulky (Tab.16) je patrné, že sledované maximum bylo zachováno u všech připravených materiálů.

Z výsledků získaných diferenciální skenovací kalorimetrií je rozsah teplot tání enkapsulovaného vosku v rozmezí 50–69 °C. Více než polovina testovaných materiálů vykazuje nárůst  $T_{mv2}$  oproti čistému vosku (55 °C). Směsi připravené při teplotním režimu (T1) vykazují všechny posun k vyšším teplotám. Posun je o 4–7 °C. Směsi připravené při teplotním režimu (T2) vykazují většinou hodnoty velmi podobné čistému vosku. Směsi spadající do teplotního režimu (T3) vykazují mírný nárůst, ale byl zaznamenán i pokles. Je zde tedy větší rozptyl ve sledovaném parametru. V této sérii je také vzorek, který vykazuje nejvyšší posun tohoto sledovaného maxima k vyšším hodnotám s hodnotou 69 °C (E/10M+MMT 1x T3).

Z výsledků získaných diferenciální skenovací kalorimetrií je rozsah teplot tání enkapsulovaného vosku  $T_{mvosk}$  v rozmezí 50–69°C. Čistý vosk vykazuje hodnotu  $T_{mvosk} = 55$  °C v bodech [55; -4]. Intenzita maxima  $T_{mv}$  kompozitních materiálů je nižší z důvodu procentuálního zastoupení v polymerní matici. Samotný vosk jako čistý materiál má ostrou intenzitu maxima  $T_{mv}$ .

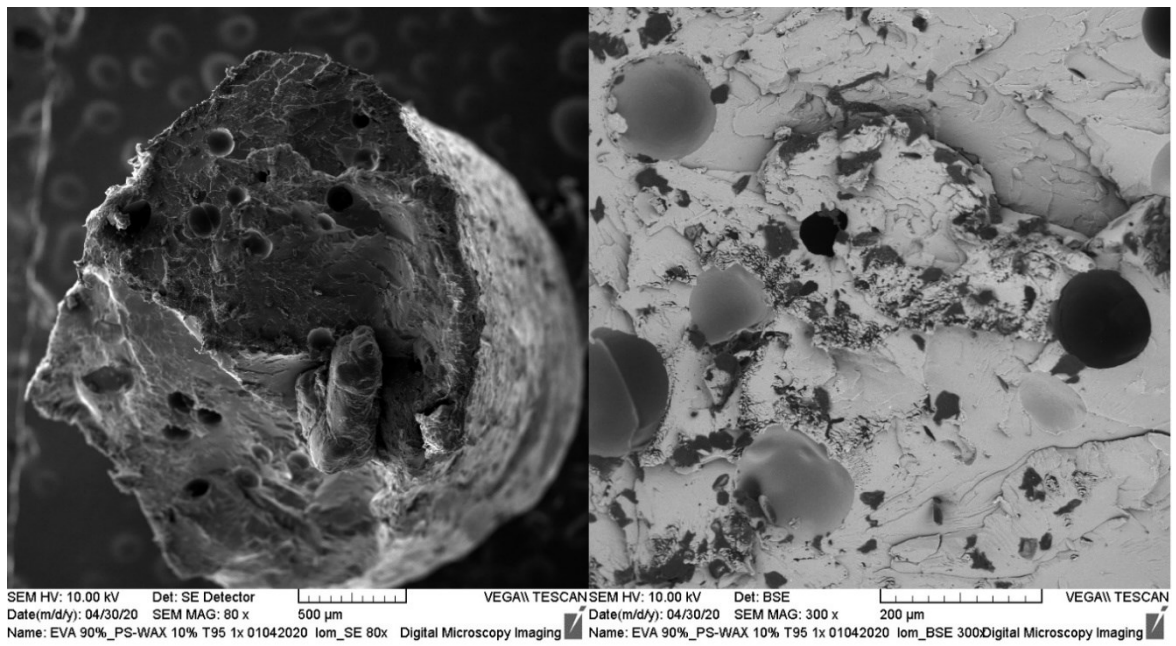
Rozdíl vůči čistému vosku – nejnižší  $T_{mv}$  měl materiál E/10M T2 2x hodnota je nižší o 2,8 %. Nejvyšší  $T_{mv}$  měl materiál E/10M+MMT T3 1x hodnota je vyšší o 7,7 %. Také u  $T_{mE}$  byl zaznamenán nepatrný rozptyl. Rozdíl je ve většině případů do 1–2 °C. Rozdíl vůči čistému kopolymeru E– nejnižší  $T_{mE}$  dosahoval kompozit E/50M T2 1x. Pro všechny charakteristiky kompozitních materiálů byl použit jen E zpracován při druhém teplotním režimu, vzhledem ke stejným vlastnostem, jako měl E při ostatních dvou teplotních režimech.

Závěrem hodnotím kompozity s 1 % MMT zpracované při teplotním režimu 2, jako kompozity s nejzřetelnějším píkem v oblasti  $T_{mv}$  čistého vosku. Přídavek 1 % jílu by mohl souviset s lepším odolností mikrokapslí vůči tepelné degradaci. U těchto kompozitů se dá říci, že jeden cyklus extruze je postačující.

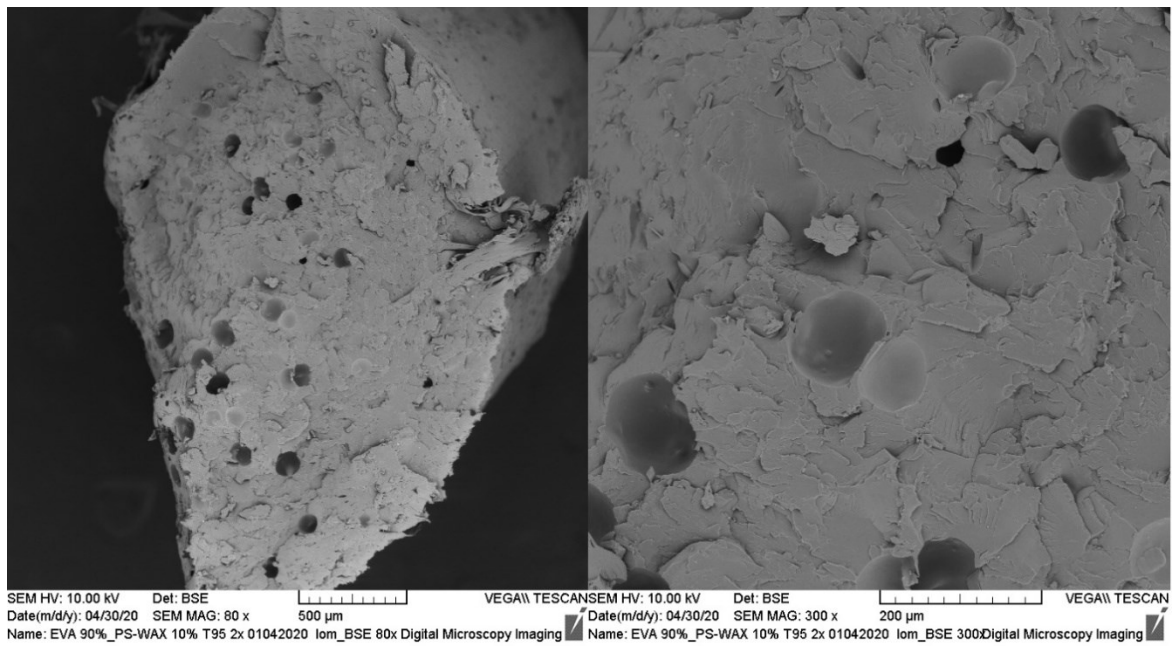
### 6.3.2 SEM

K objasnění morfologie mikrokapslí byla použita opět metoda SEM. Elektronový mikroskop VEGA II LMU od firmy TESCAN. Vzorky byly připraveny lomem v kapalném dusíku a povrch lomu byl pokoven Au/Pd vrstvou.

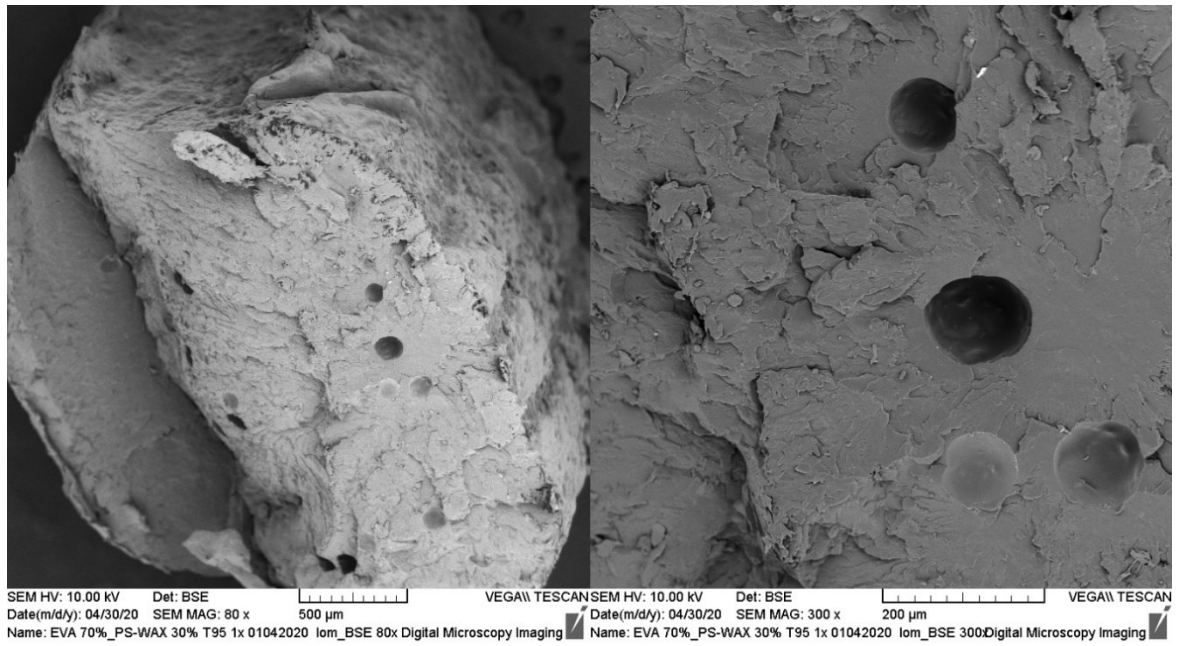




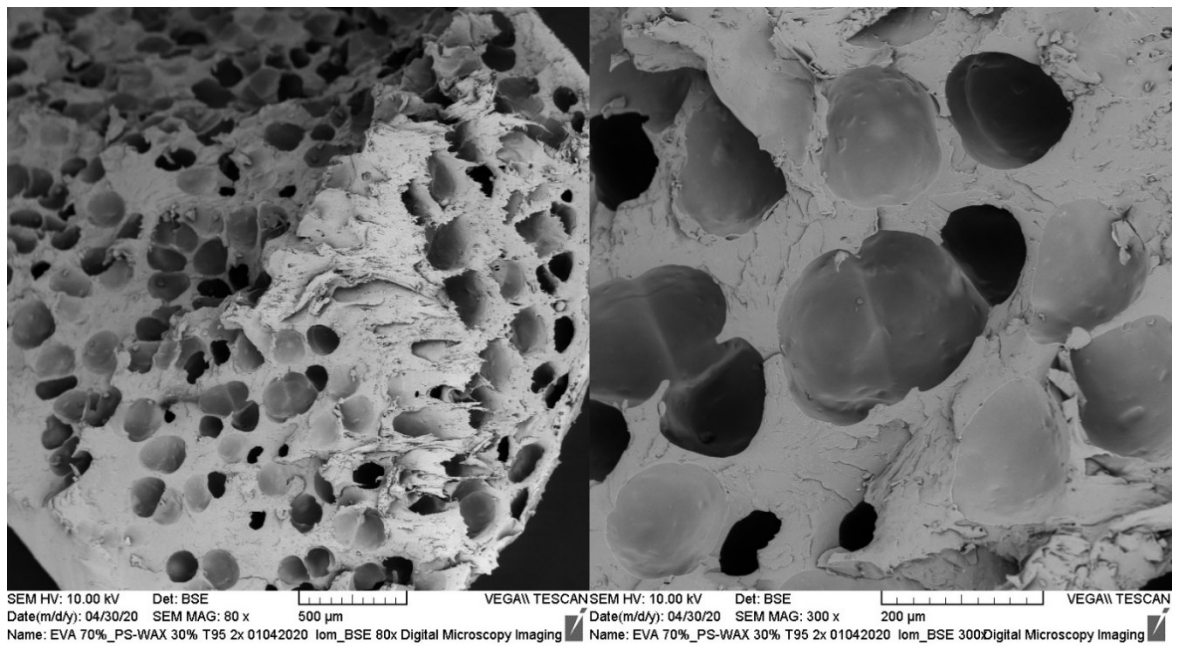
*Obr. 47 SEM: E/10M T1 1x*



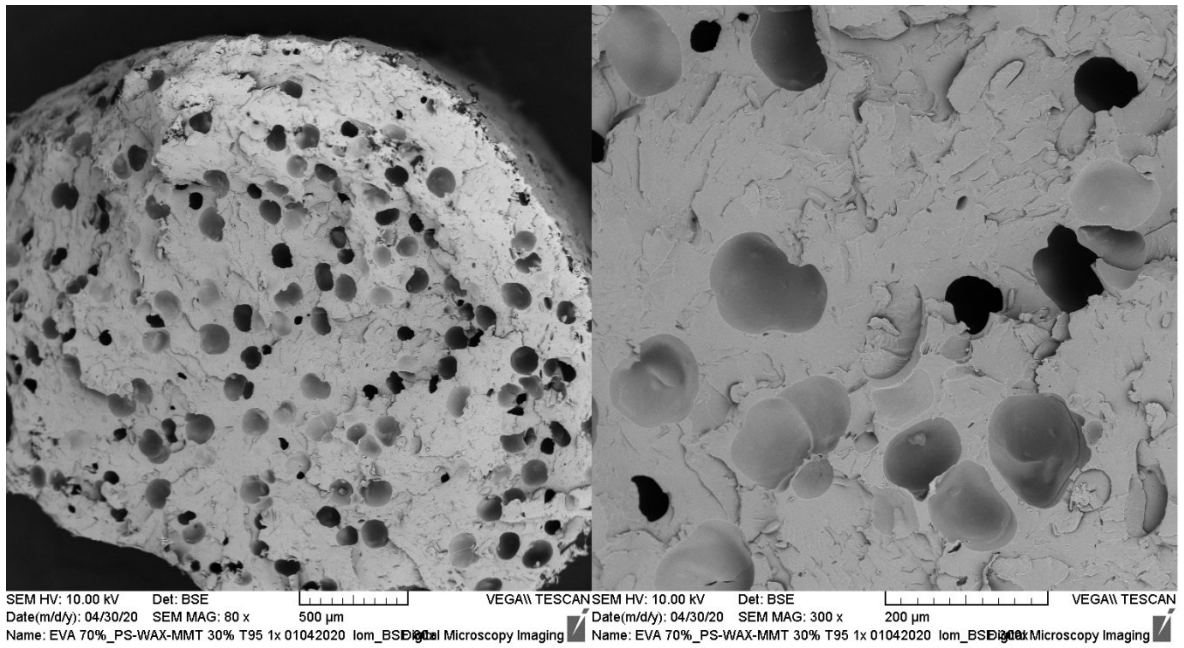
*Obr. 48 SEM: E/10M T1 2x*



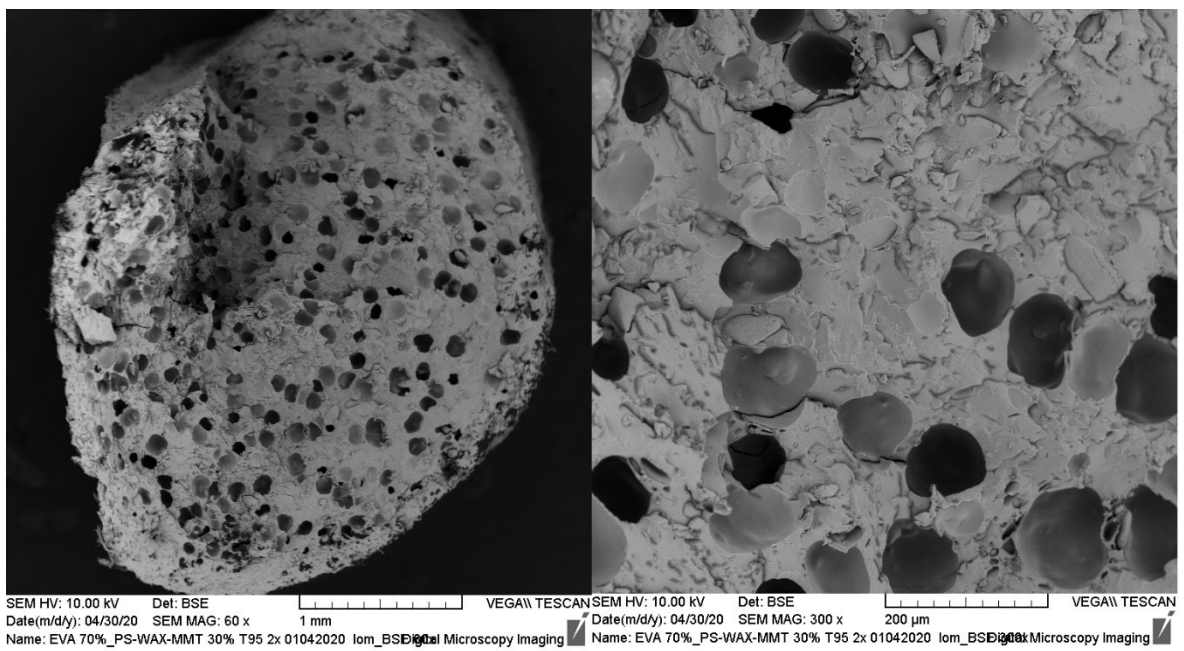
*Obr. 49 SEM: E/30M T1 1x*



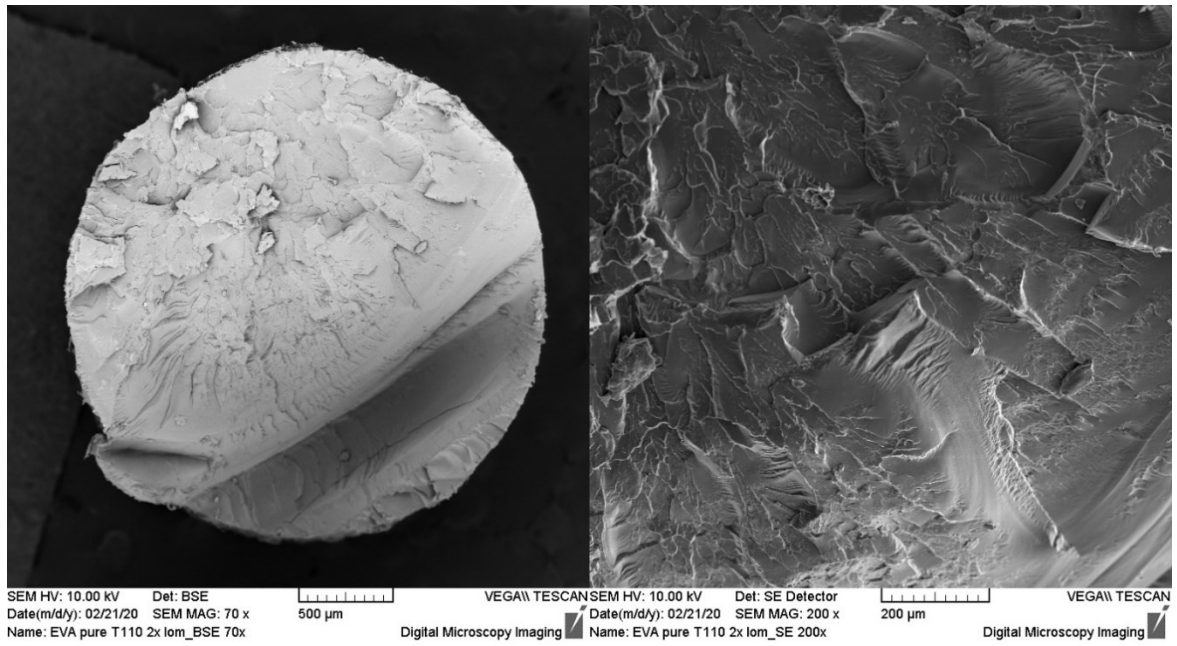
*Obr. 50 SEM: E/30M T1 2x*



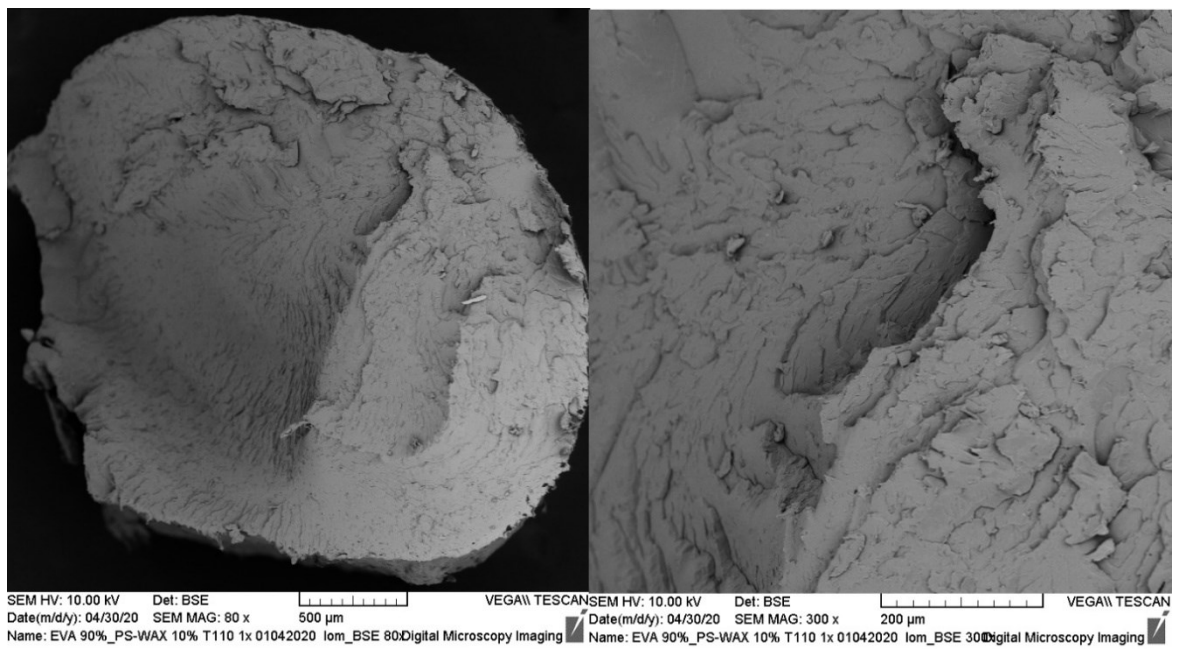
Obr. 51 SEM: E/30M+MMT T1 1x



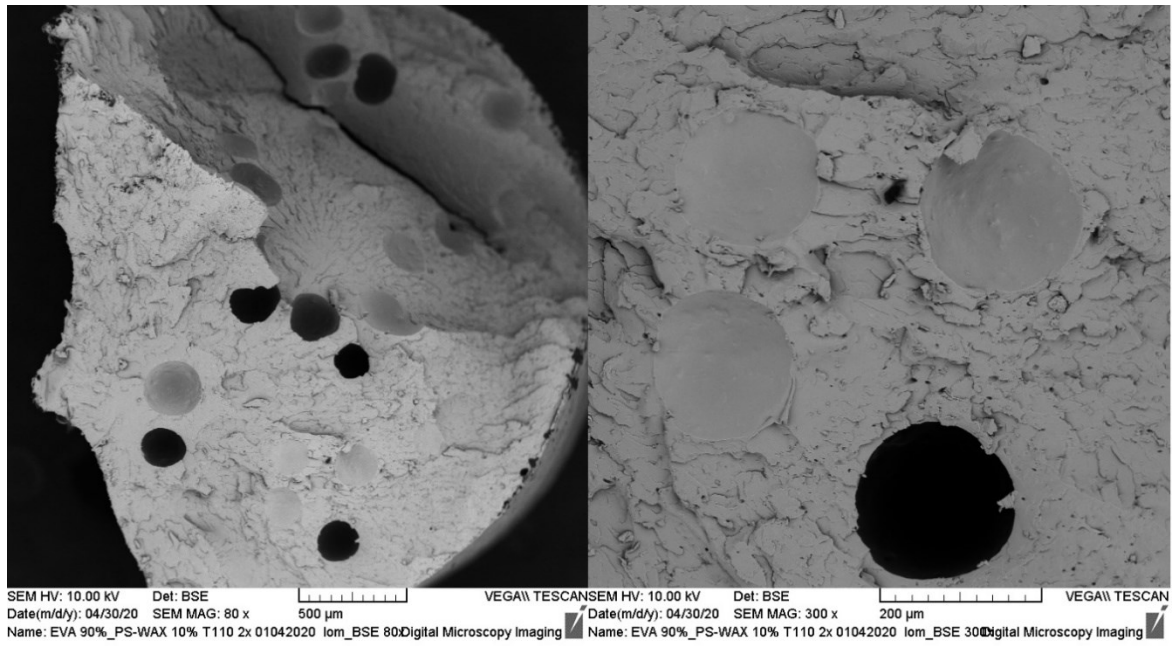
Obr. 52 SEM: E/30M+MMT T1 2x



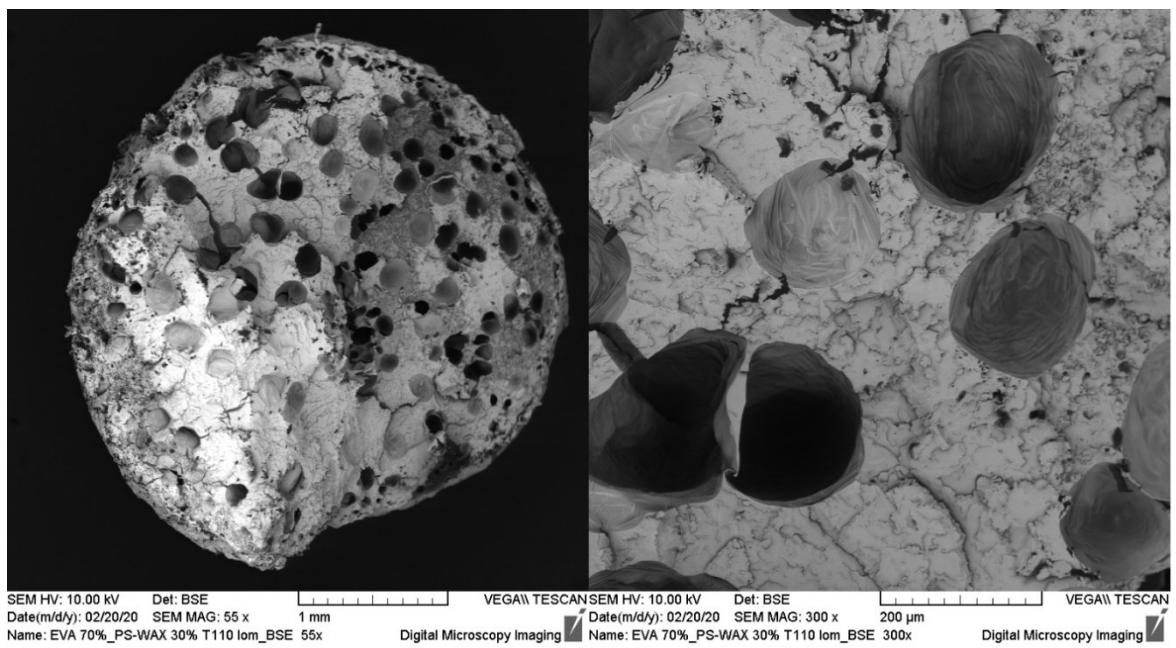
Obr. 53 SEM: E T2 2x



Obr. 54 SEM: E/10M T2 1x

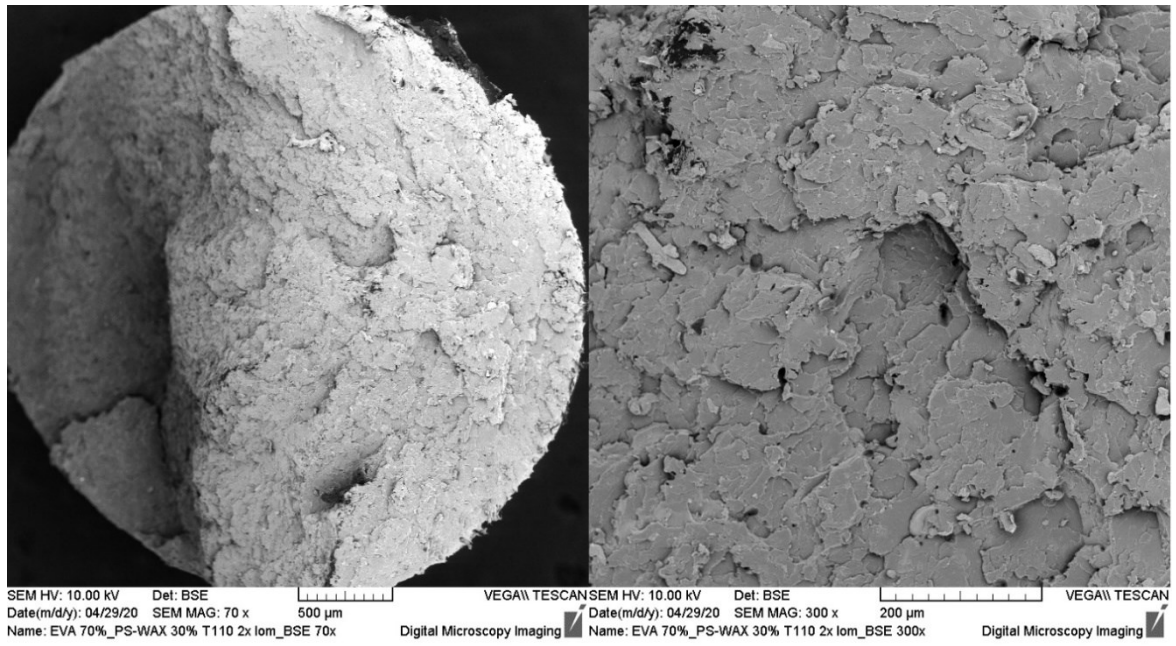


*Obr. 55 SEM: E/10M T2 2x*

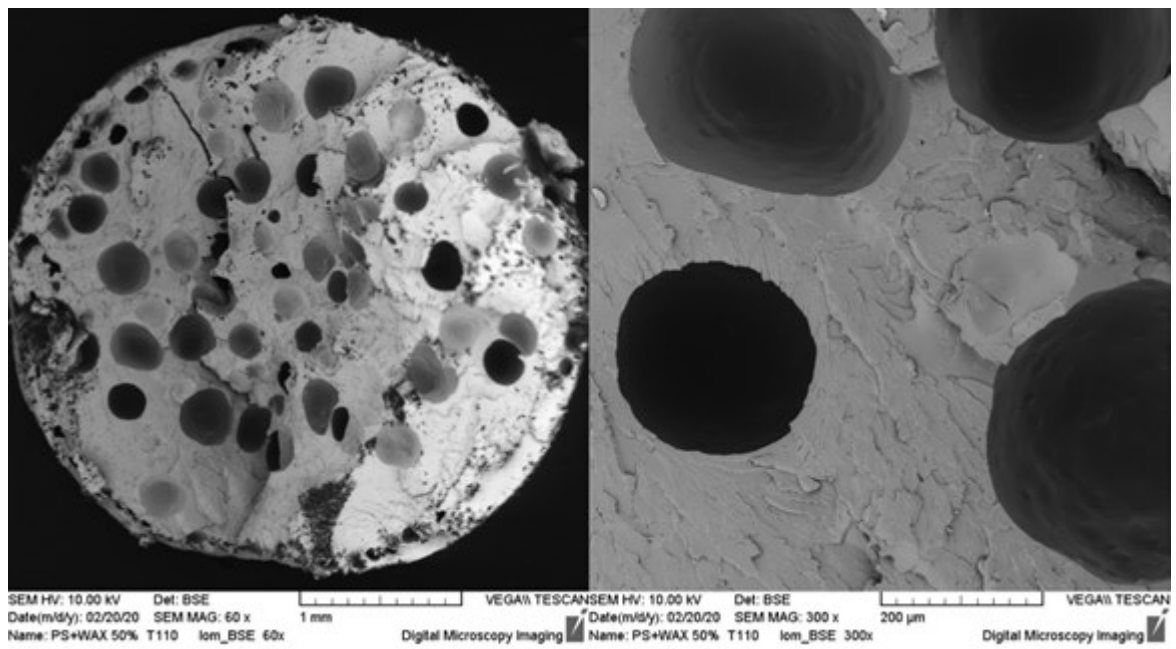


*Obr. 56 SEM: E/30M T2 1x*

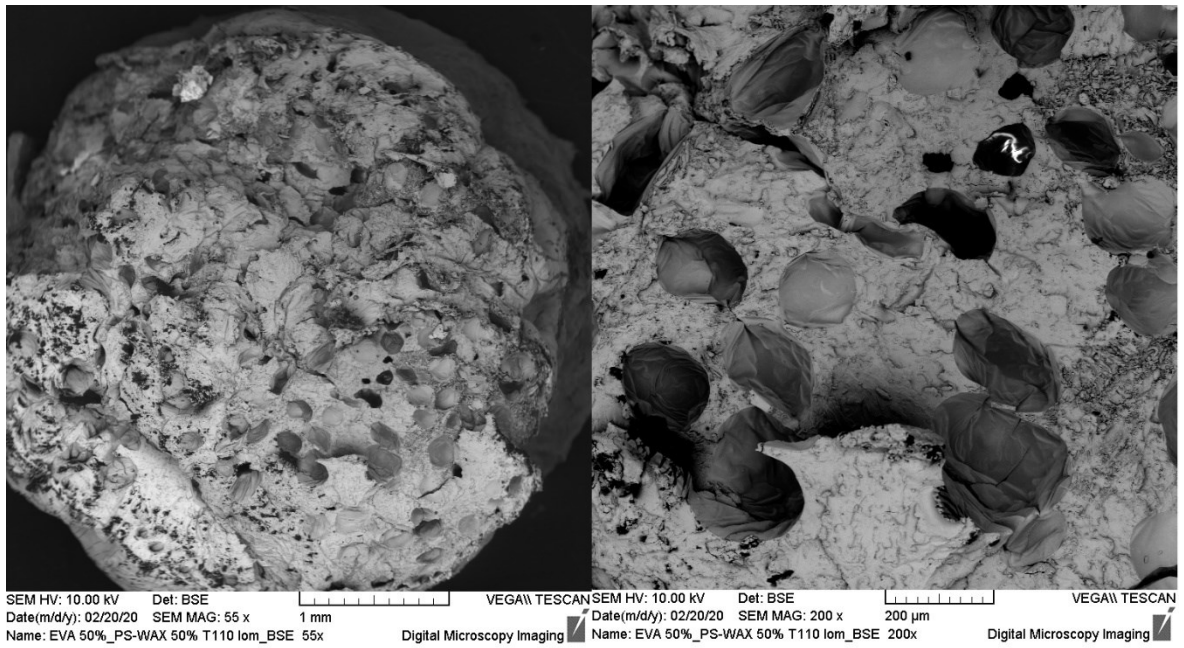




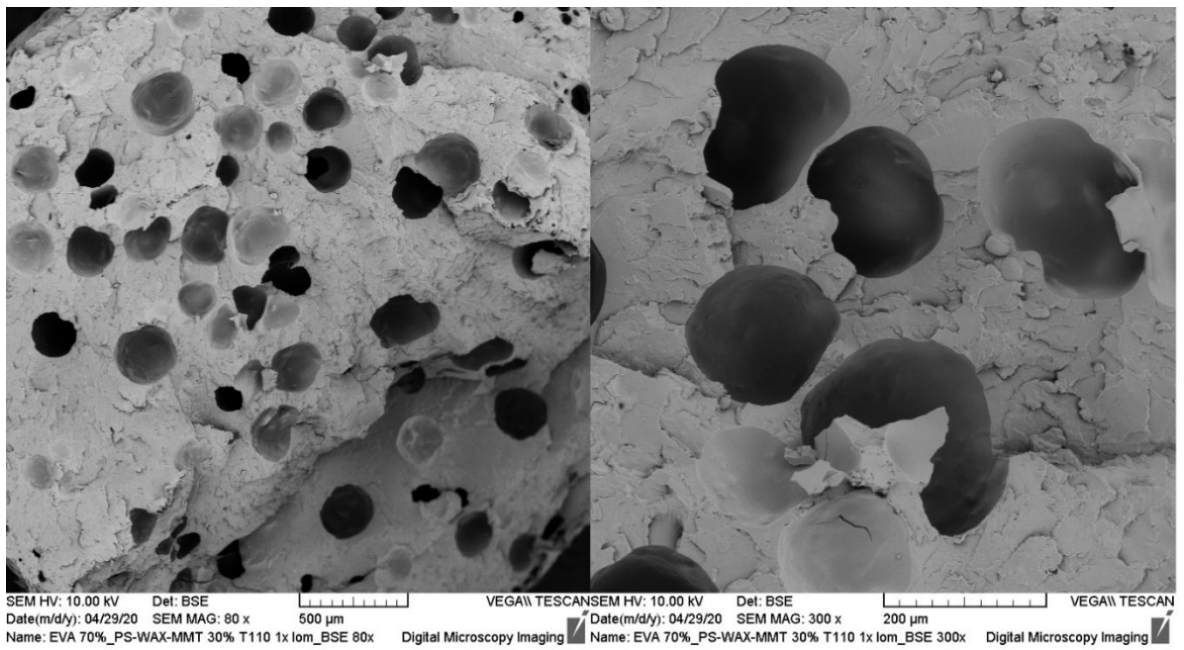
Obr. 57 SEM: E/30M T2 2x



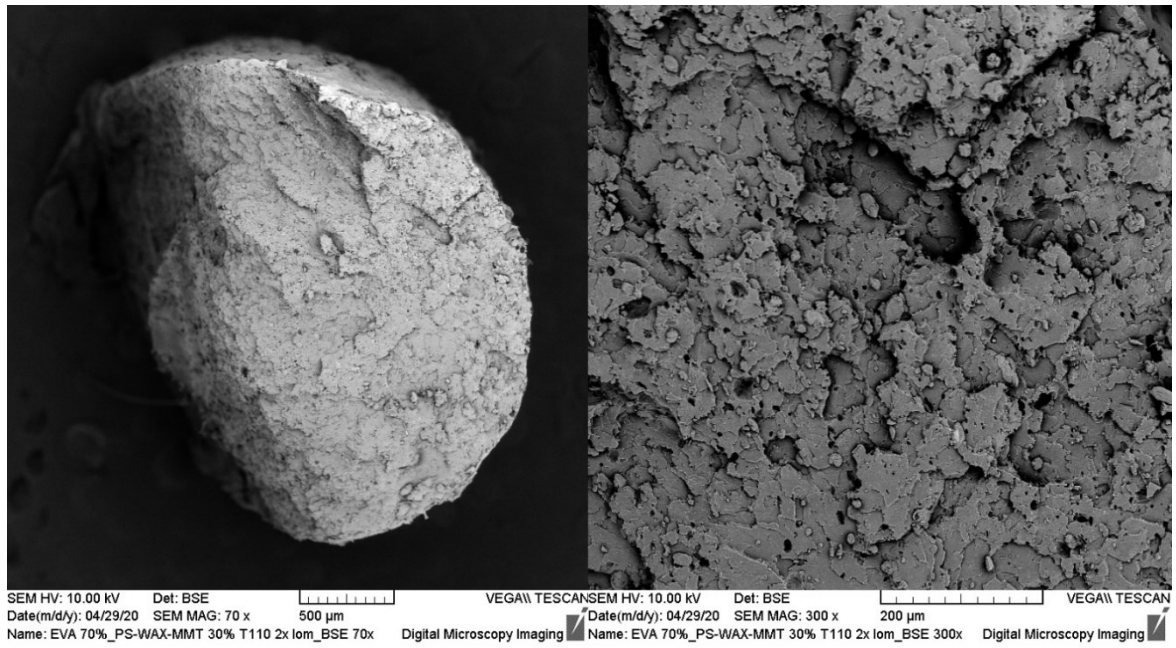
Obr. 58 SEM: E/50M T2 1x



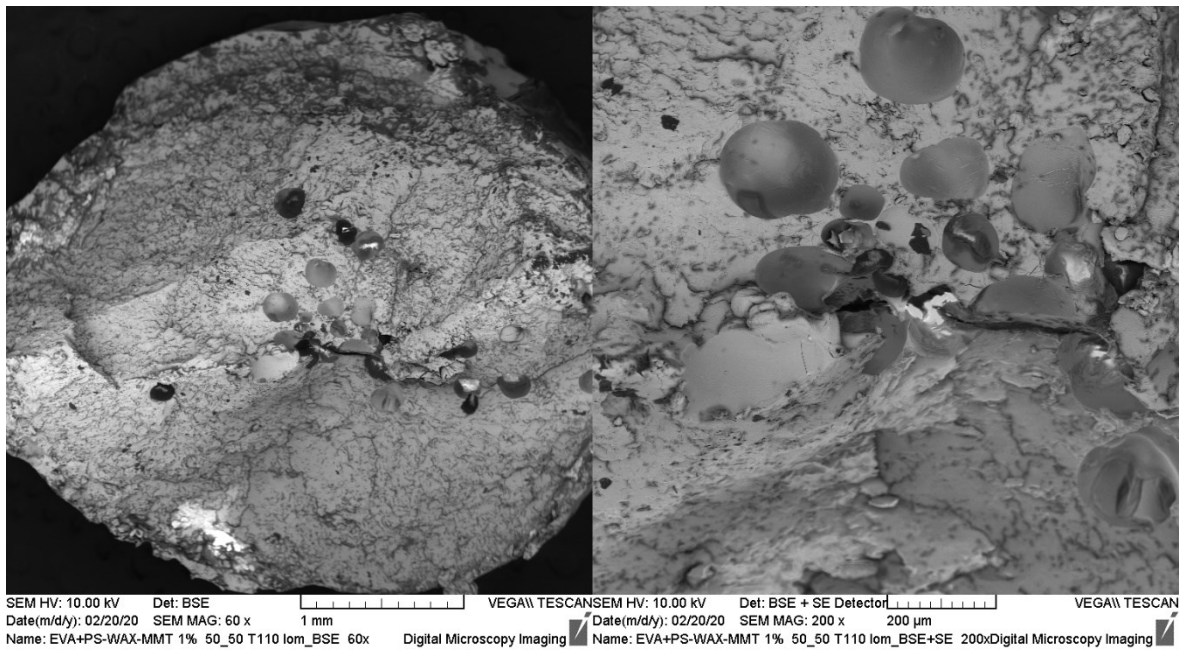
*Obr. 59 SEM: E/50M T2 2x*



*Obr. 60 SEM: E/30M+MMT T2 1x*

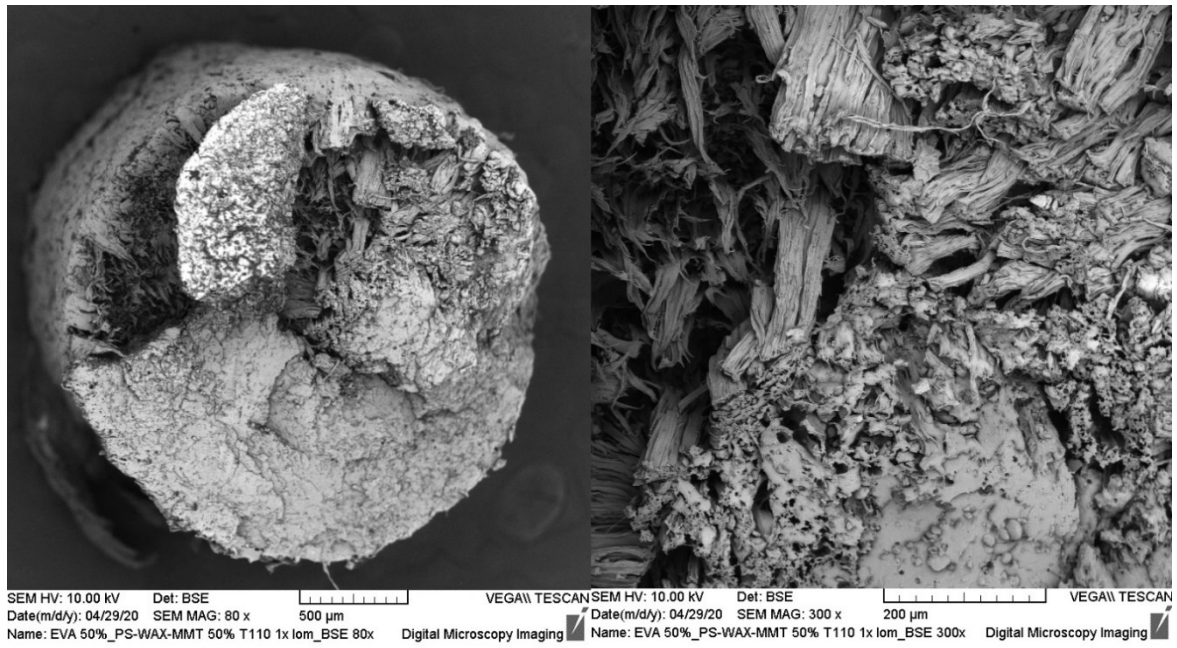


Obr. 61 SEM: E/30M+MMT T2 2x

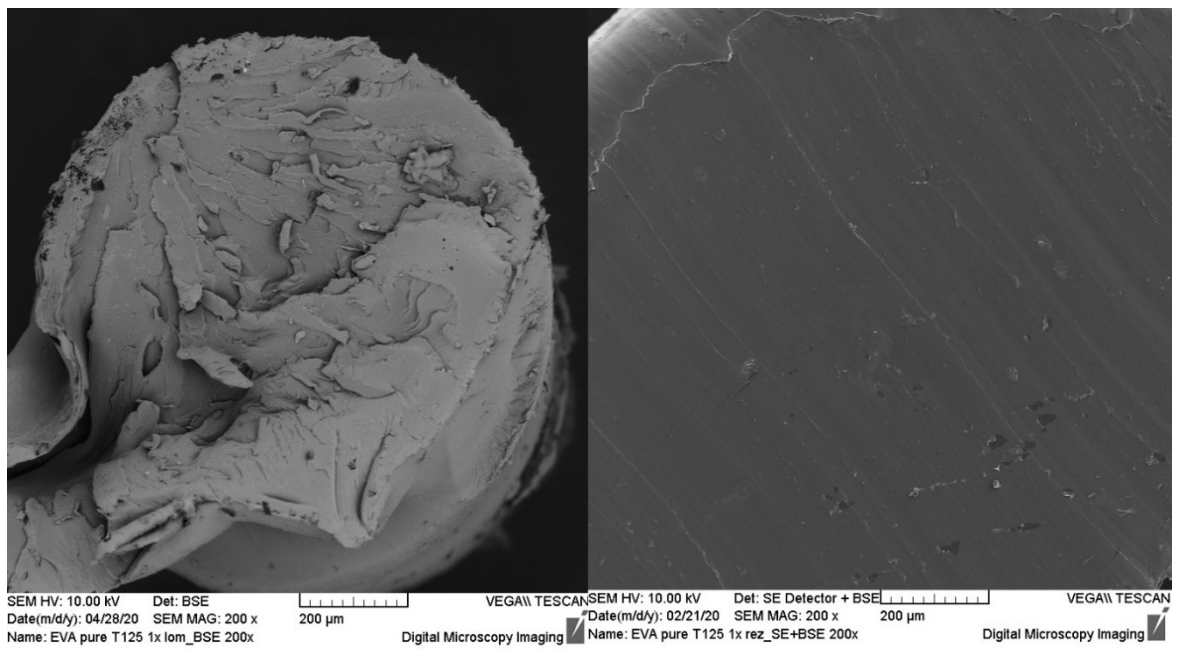


Obr. 62 SEM: E/50M+MMT T2 1x

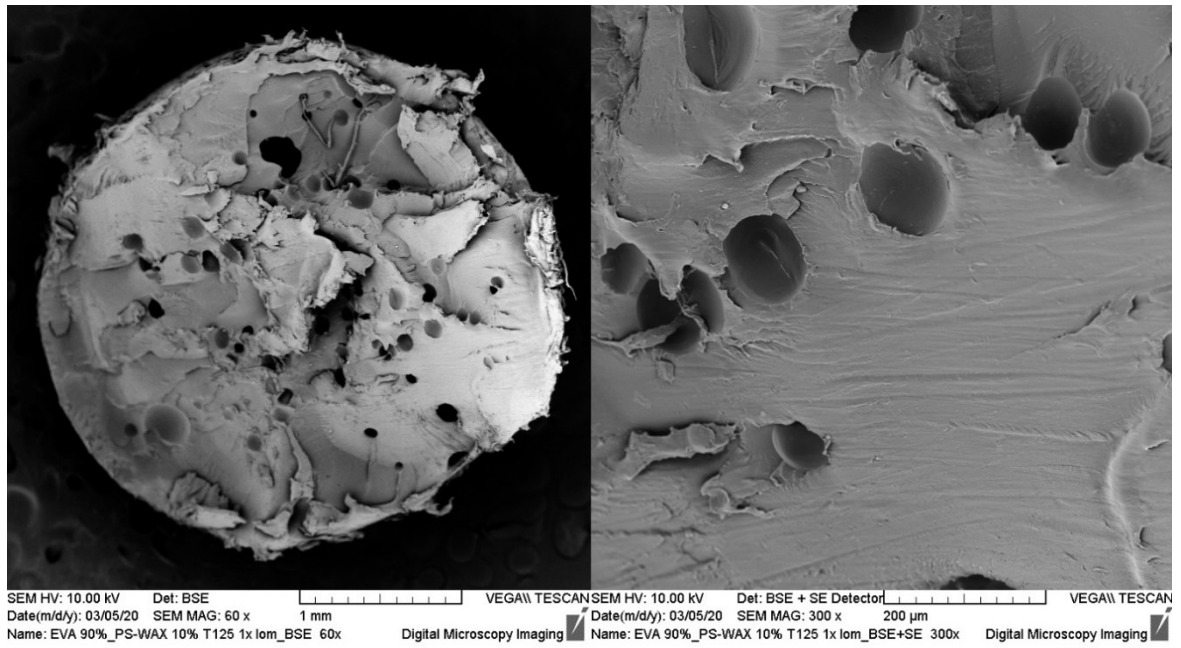




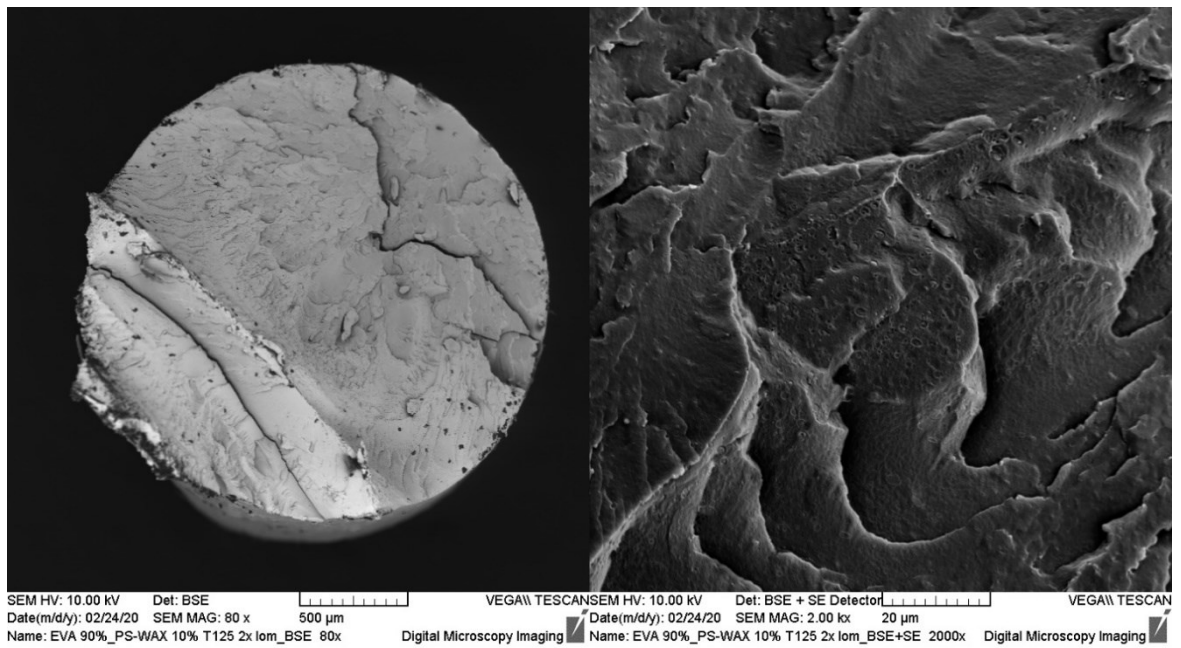
Obr. 63 SEM: E/50M+MMT T2 1x



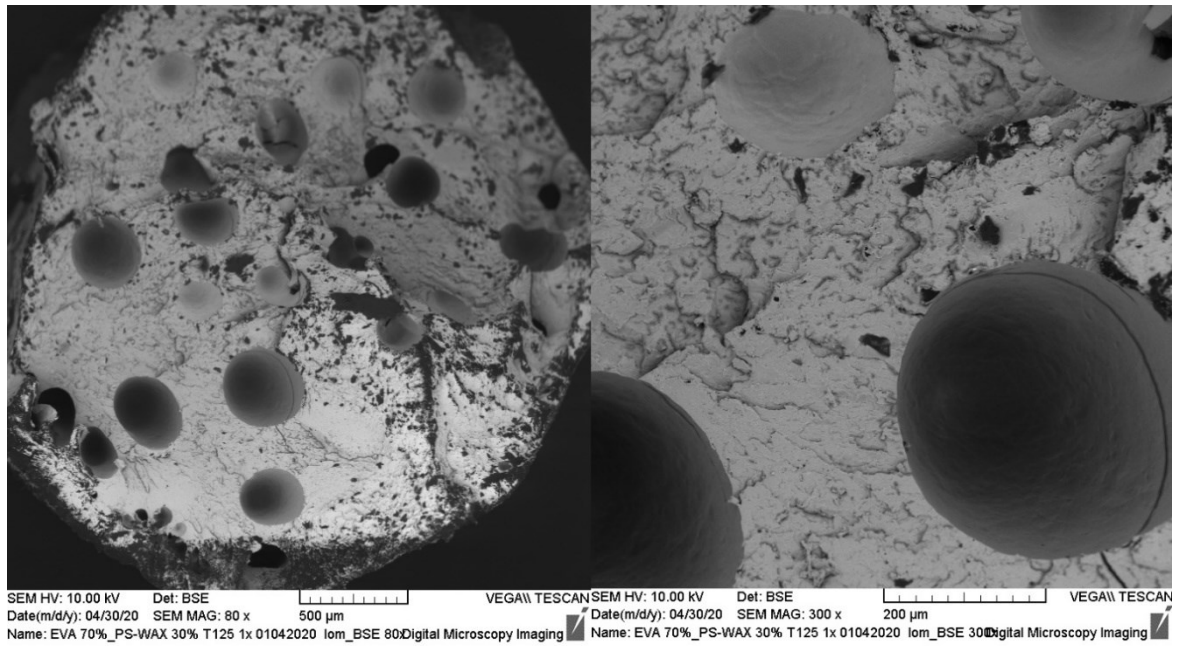
Obr. 64 SEM: E T3 1x



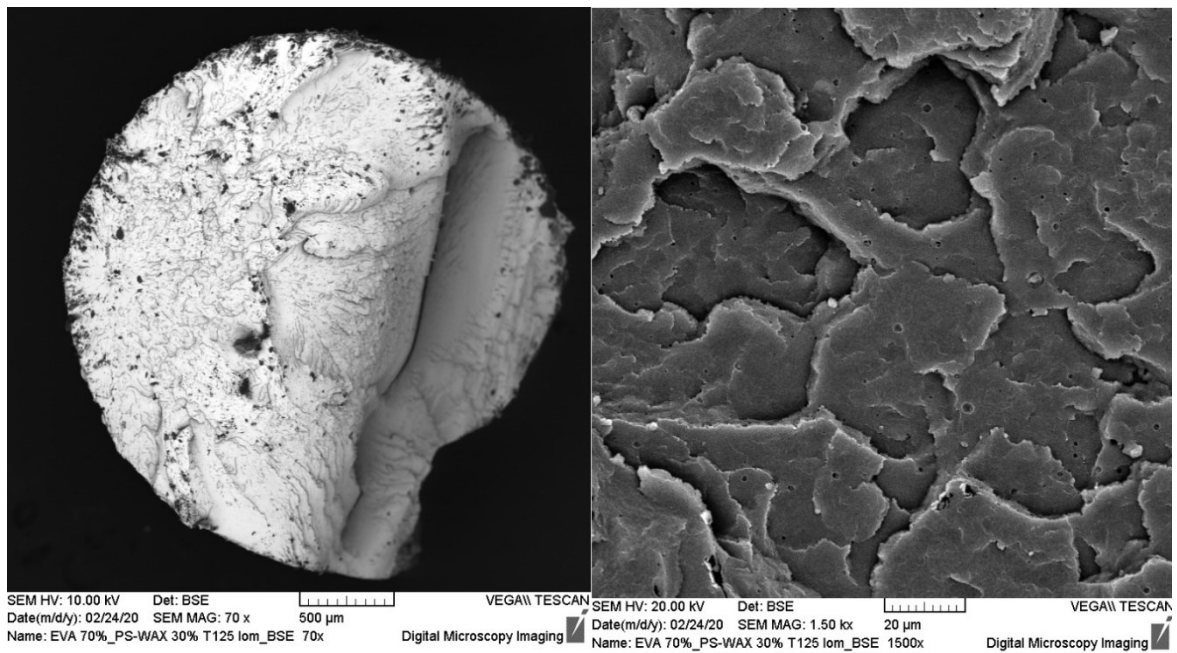
*Obr. 65 SEM: E/10M T3 1x*



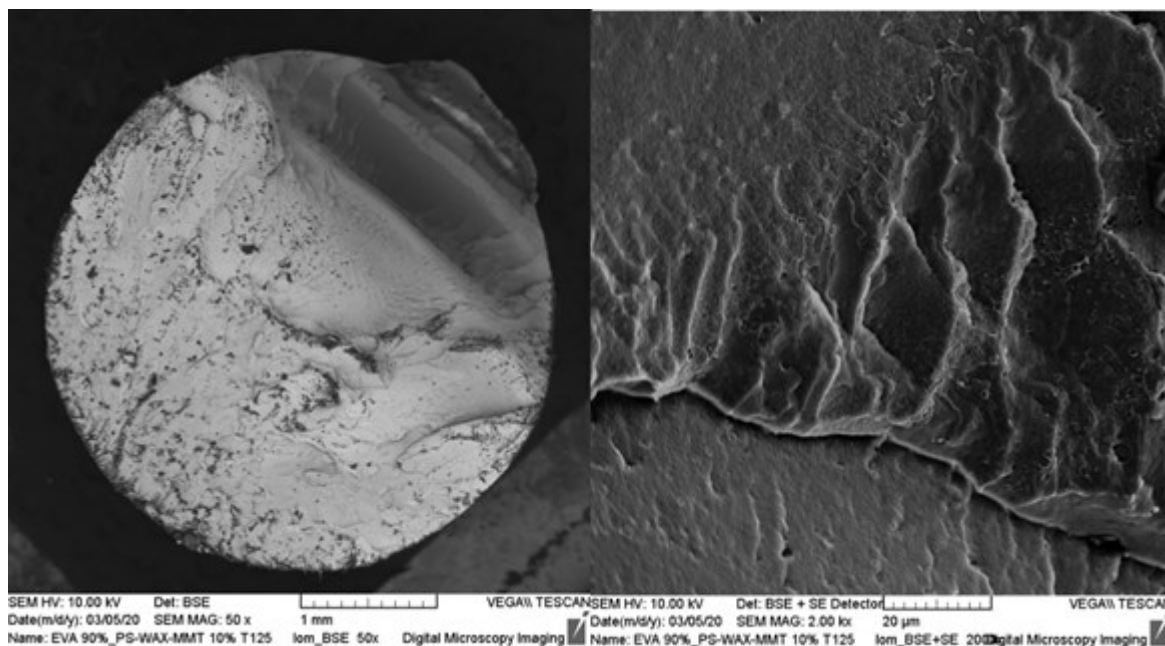
*Obr. 66 SEM: E/10M T3 2x*



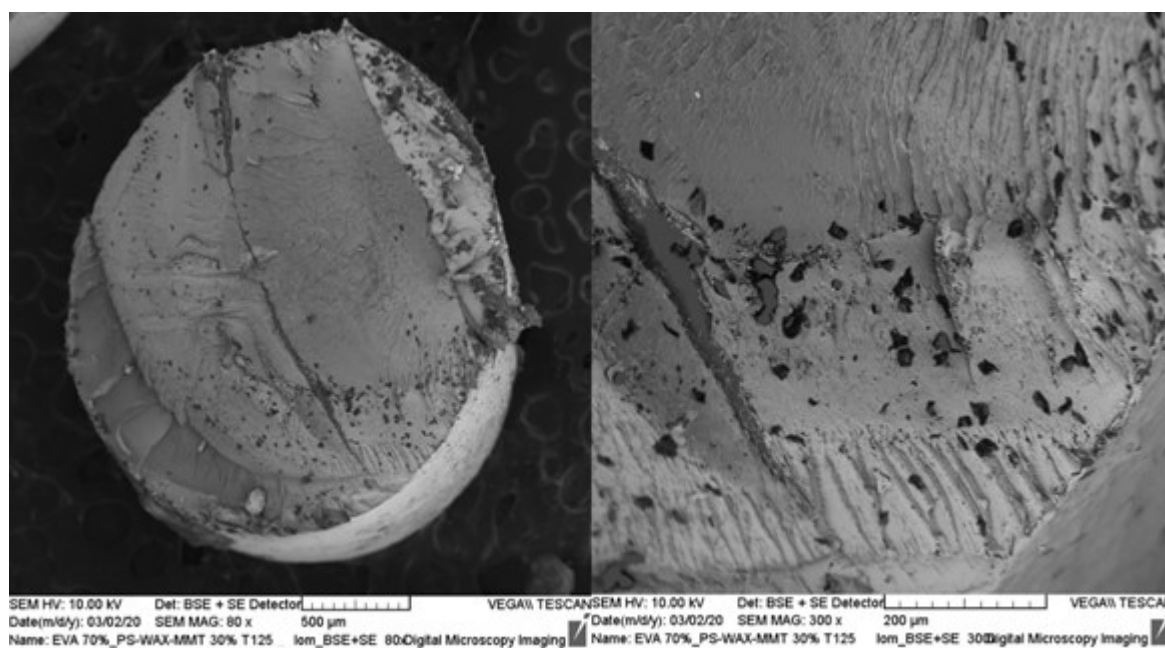
Obr. 67 SEM: E/30M T3 1x



Obr. 68 SEM: E/30M T3 2x



Obr. 69 SEM: E/10M+MMT T3 1x



Obr. 70 SEM: E/30M+MMT T3 1x

Pomocí skenovací elektronové mikroskopie byla sledována morfologie, struktura a velikost mikrokapslí. Snímky různých koncentrací pro tři teplotní režimy jsou zobrazeny na (Obr. 47–70). Jako nejlepší z pohledu morfologie se jeví kompozity připravené při 1. cyklu míchání. Z pohledu koncentrace a množství mikrokapslí se jeví jako nejlepší směs s 30 % M či M+MMT.

Obecně na základě snímků SEM můžeme předpokládat existenci mikrokapslí v polymerní matici u všech kompozitů při všech teplotních režimech. Z pohledu morfologie se nejhůřejší kompozit E/30M T2 1x, kde se struktura obalu mikrokapsle zdá být deformována. Přidání 1 % MMT vede k vyšší odolnosti mikrokapslí při zpracování během extruze.

### 6.3.3 Tahové zkoušky

Statické krátkodobé zkoušky patří do skupiny mechanických zkoušek, které patří k vůbec nejrozšířenějším způsobům zkoušení materiálů. Tahová zkouška patří k základním metodám sloužícím k hodnocení mechanických vlastností materiálů. Sleduje se závislost tahového napětí  $\sigma$  na deformaci  $\varepsilon$ . [72].

Tahové zkoušky probíhaly dle normy ČSN EN ISO 527–1,2,3 na zařízení Galdabini. Testovací tělísko bylo pod označím 5A. Podmínky testu: rychlost 1 mm/min do deformace 1 mm, poté 50 mm/min. Testovalo se 5 zkušebních tělísek.

**Mez pevnosti** ( $\sigma_m$ ) – je maximální napětí v tahu, které odpovídá největší síle ( $F_{max}$ ) naměřené v průběhu zkoušky a jeho hodnota je stanovena na základě rovnice:

$$\sigma_m = \frac{F_{MAX}}{S_0} [MPa] \quad (1)$$

Poměrné, resp. jmenovité poměrné prodloužení při přetržení ( $\varepsilon$ ), vyjadřuje celkovou tažnost polymeru. Značeno jako deformace udává poměr prodloužení vzorku  $\Delta l$  k nedeformované (původní) délce vzorku  $l_0$ ;

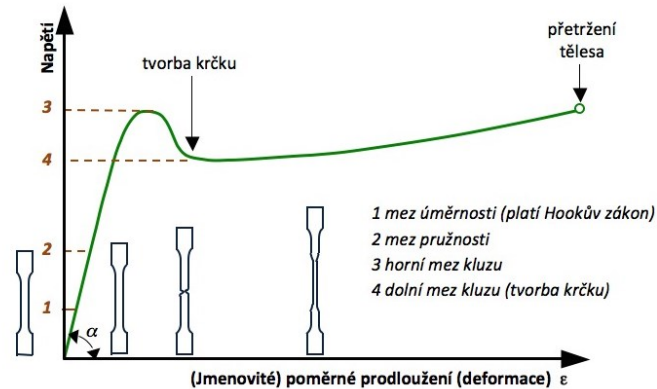
$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}, 100 [\%] \quad (2)$$

Mez pevnosti nemusí vždy souhlasit s napětím v okamžiku porušení zkušebního tělesa. Jeho hodnota se u plastů pohybuje při standardní teplotě okolí v rozmezí od 15 MPa do 100 MPa (u vyztužených plastů až do 170 MPa), u běžných elastomerů pak v oblasti od méně než 7 MPa do přibližně 28 MPa.

**Napětí při přetržení** ( $\sigma$ ) – je napětí, kdy dojde k porušení zkušebního tělesa. U křehkých polymerů (např. amorfních termoplastů, reaktoplastů a kompozitů) může být shodné s napětím na mezi pevnosti [73].

Další důležitou charakteristikou materiálů je Youngův modul pružnosti  $E$  vyjadřující jeho tuhost. Čím vyšší hodnota modulu pružnosti je, tím vyšší je jeho tuhost.

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} [\text{MPa}] \quad (3)$$



Obr. 71 Tvar typické deformační křivky testovaných materiálu [73]

Krček roste po celé své délce, než dojde k přetržení. V části před přetržením roste napětí.

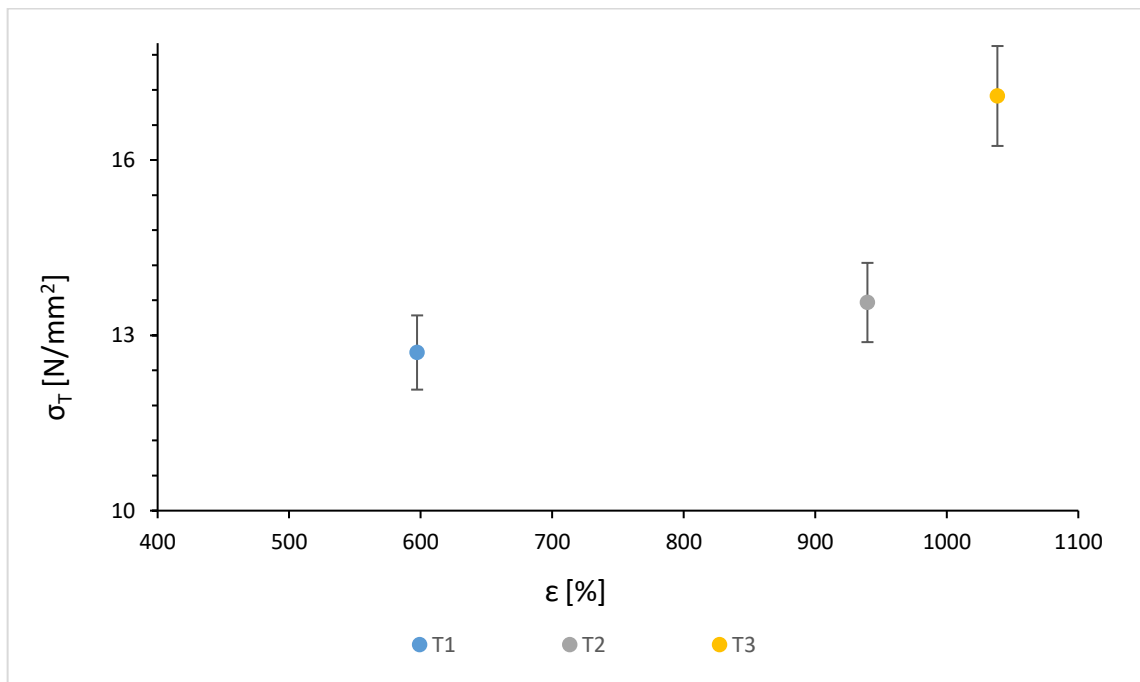
Na zkušebním tělese je důležitá zúžená zkušební oblast vzorku, v tomto místě měříme šířku a tloušťku [73].

Tahové zkoušky probíhaly dle normy ČSN EN ISO 527–1,2,3, tělísko 5 A, test 1 mm/min do deformace 1 mm, poté 50 mm/min. Testovalo se 5–6 zkušebních tělísek.

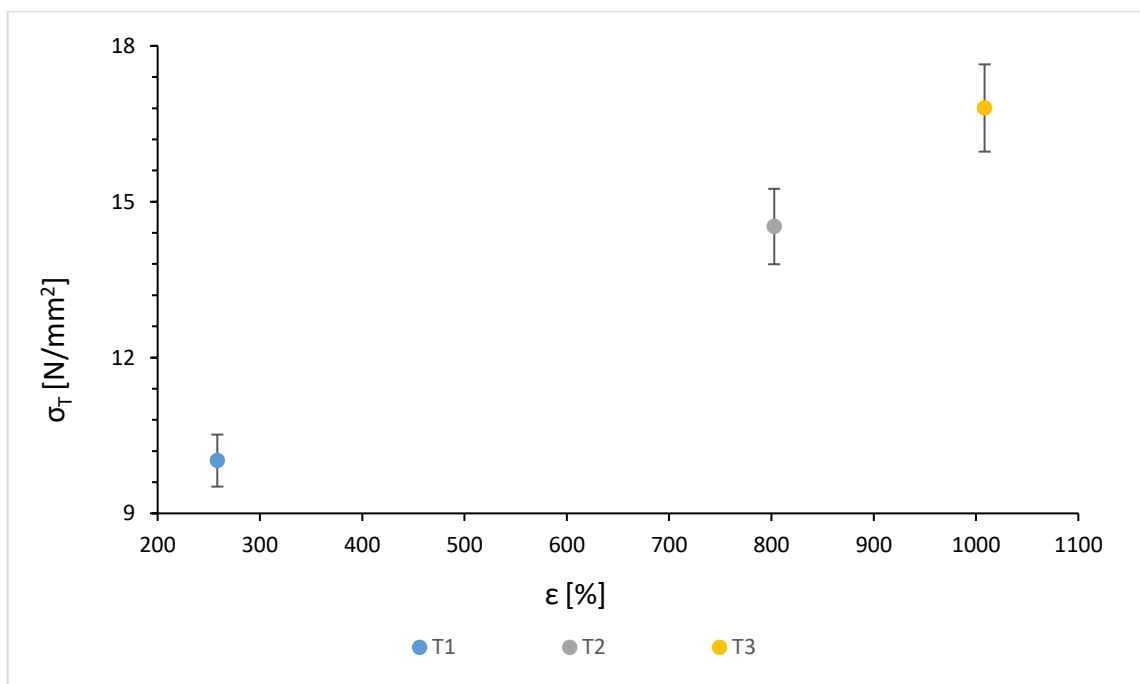
Tab. 17 Vyhodnocení tahové zkoušky

Materiál	$\sigma$ [MPa] prům	$\sigma$ smodch	$\varepsilon$ [%]	$\varepsilon$ smodch	E [MPa] modul	E odchylka
E T2 2x	18	0,35	981	31,28	31	0,94
E/10M T1 1x	13	0,41	597	23,02	42	0,76
T2	14	1,06	940	34,72	38	3,53
T3	17	1,44	1039	85,37	48	2,63
E/10M T1 2x	10	0,93	258	37,08	44	1,26
T2	15	0,46	803	28,42	39	0,95
T3	15	1,22	798	81,28	49	1,53
E/30M T1 1x	9	1,98	644	85,56	52	6,79
T2	10	0,33	699	33,18	62	1,31
T3	9	0,80	399	270,14	65	5,02
E/30M T1 2x	11	0,46	755	36,68	58	2,30
T2	9	0,67	669	58,84	57	1,95
T3	8	0,35	50	45,80	69	2,60
E/ 30M+MMT T1 1x	10	1,61	633	60,55	54	8,36
T2	11	0,60	670	52,58	56	2,08
T3	9	0,21	253	142,27	70	3,07
E/ 30M+MMT T1 2x	10	0,46	669	45,39	54	8,36
T2	8	0,25	418	104,72	62	2,09

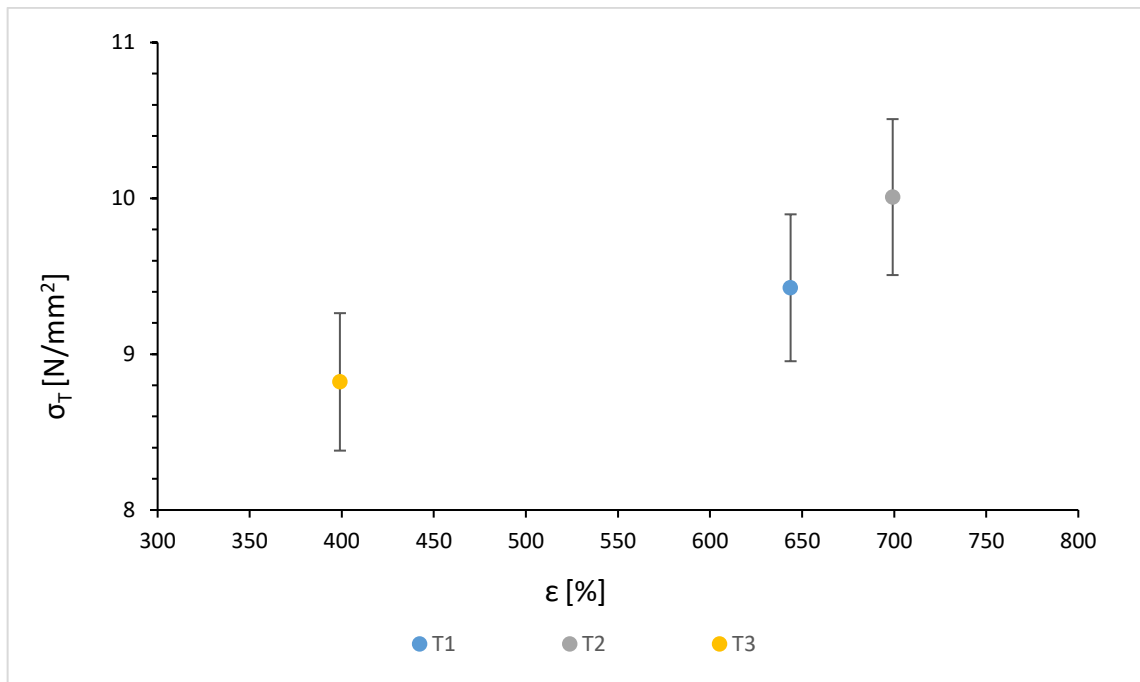
Materiál	$\sigma$ [MPa] prům	$\sigma$ smodch	$\varepsilon$ [%]	$\varepsilon$ smodch	E [MPa] modul	E odchylka
T3	9	0,21	253	142,27	70	3,07
E/50M T2 1x	9	5,68	14	1,46	109	10,76
E/50M T2 2x	7	0,32	34	2,42	73	4,31
E/50M+MMT T2 1x	2	1,4986	4	2,92	68	1,80



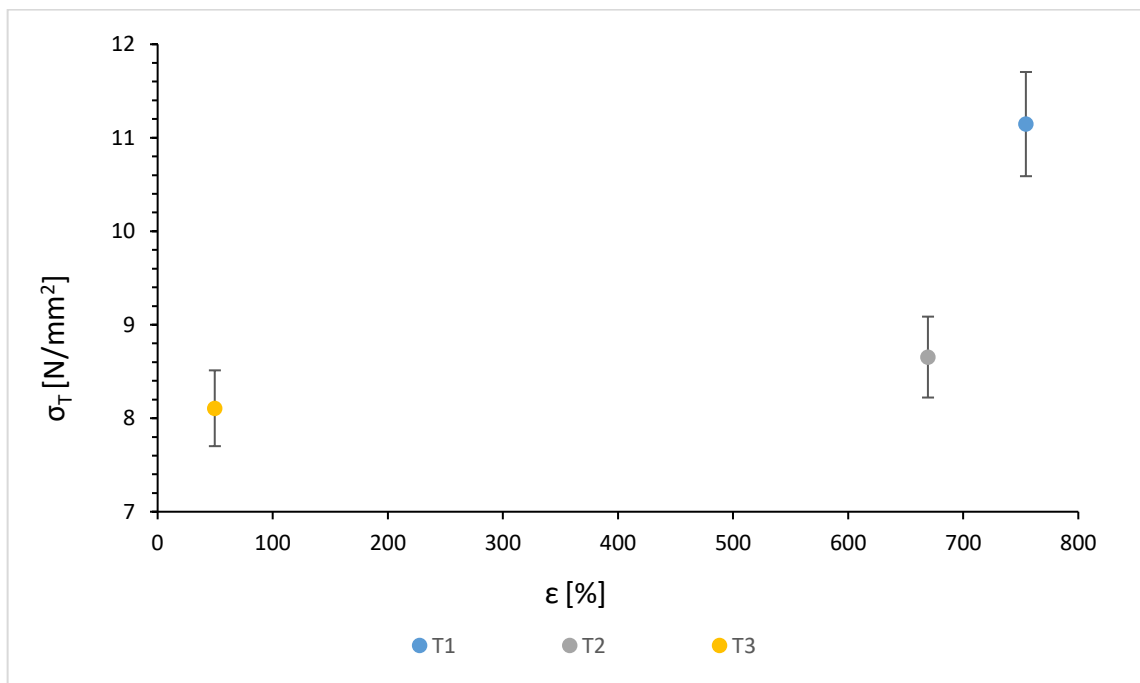
Obr. 72 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/10M 1x při různých teplotních režimech



Obr. 73 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/10M 2x při různých teplotních režimech

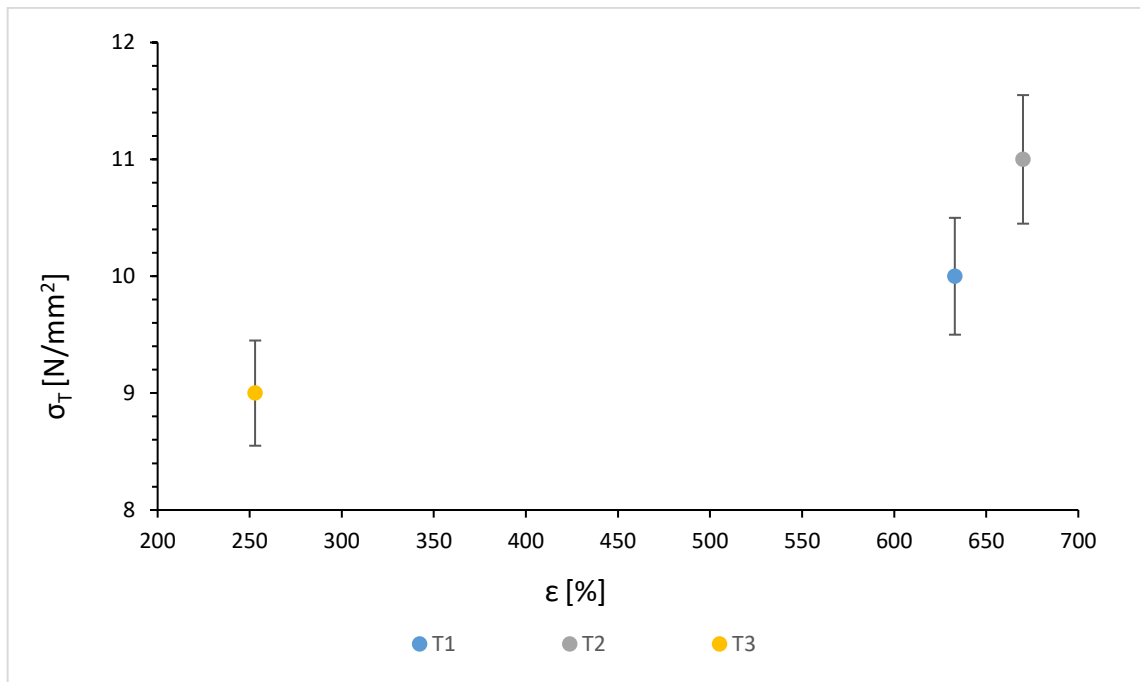


Obr. 74 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/30M 1x při různých teplotních režimech

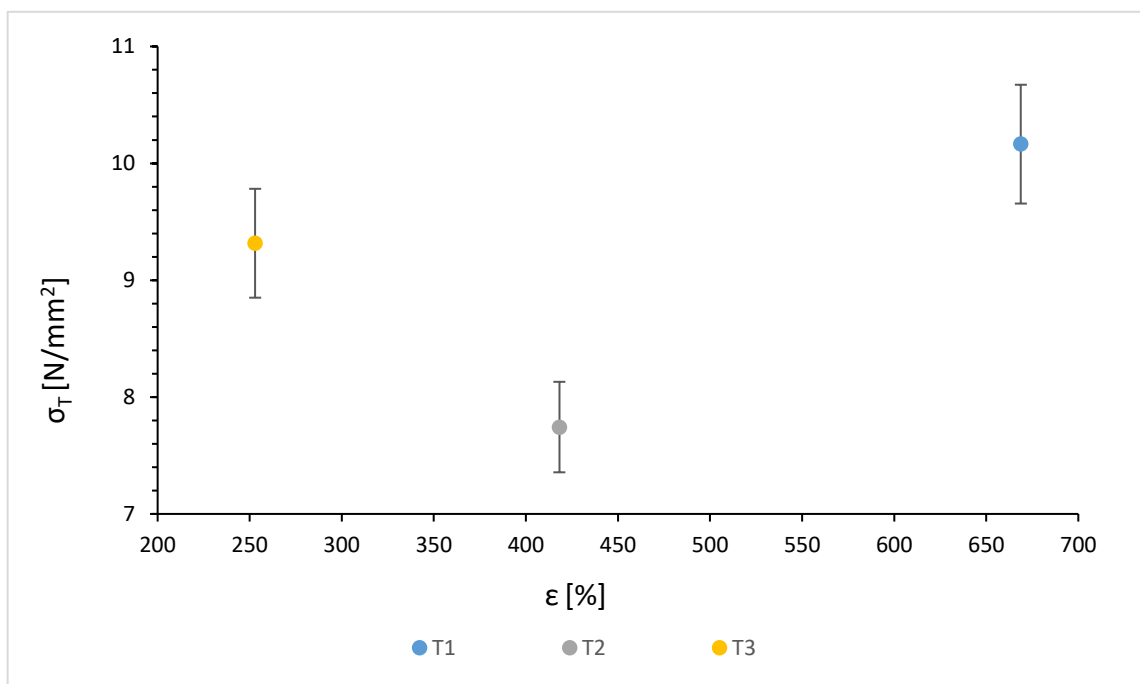


Obr. 75 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/30M 2x při různých teplotních režimech

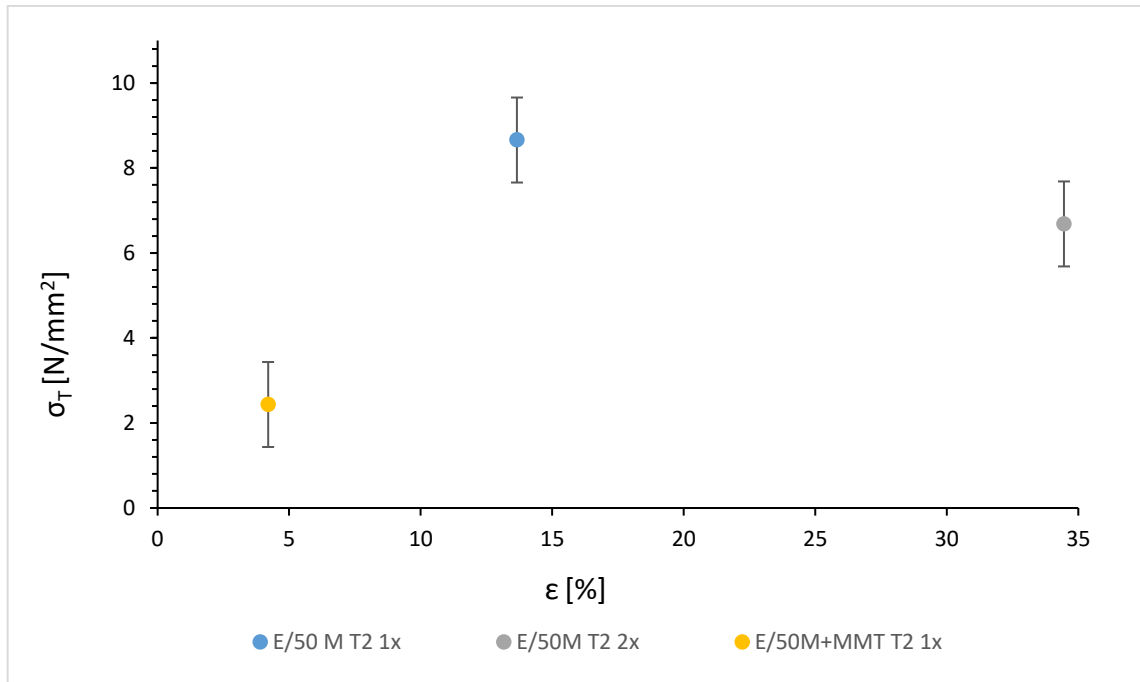




Obr. 76 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/30M+MMT 1x při různých teplotních režimech



Obr. 77 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/30M+MMT 2x při různých teplotních režimech



Obr. 78 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/50M T2 1x, E/50M T2 2x a E/50M +MMT T2 1x.

Pevnost v tahu pro testované kompozitní materiály se pohybuje v rozmezí  $\sigma_T = 7\text{--}17$  [MPa]. Referenčním materiálem pro vyhodnocení tahových zkoušek byl E T2 2x. Tahové křivky jsou přiloženy v Příloze 1.

Z pohledu mechanických vlastností má nejmenší vliv na mechanické vlastnosti nejnižší koncentrace mikrokapslí. Nejvyšší pevnost v tahu  $\sigma_T = 17$  [MPa] dosahuje materiál E/10M 1x T3. Hodnota pevnosti v tahu u tohoto materiálu je nejbliž k čistému materiálu. Tažnost dosahuje  $\epsilon = 1039$  % a Youngův modul pružnosti  $E=48$  [MPa]. Čím je hodnota tažnosti vyšší, tím snáze je daný materiál trvale deformovatelný. Nejnižší pevnost v tahu dosahuje materiál E/50M+MMT T2 1x s hodnotu  $\sigma_T = 2$  [MPa] a tažností pouhých 4 %.

Youngův modul pružnosti v tahu  $E$  roste s koncentrací plniva. Nejnižší Youngův modul pružnosti v tahu  $E = 38$  [MPa] byla zaznamenána pro kompozit E/10M T1 1x. Nejvyšší Youngův modul pružnosti v tahu  $E = 109$  [MPa] dosahuje materiál E/50M T2 1x. Kompozity s nejvyšším obsahem 50 % mikrokapslí se liší od čistého polymeru nejvíce. Struny byly příliš měkké a lámaly se již po vytlačení a jejich nízká pevnost se tudíž dala předpokládat. Ve vztahu s porušením mikrokapslí uvnitř kompozitního materiálu během tahových zkoušek roste Youngův modul pružnosti v tahu  $E$  a klesá pevnost v tahu spolu s tažností.

Přídavek 1 % MMT ovlivnil průběh křivek u teplotního režimu T3, kde v porovnání s křivkami bez něj se zdá být materiál křehký a tahové křivky jsou odlišné v porovnání s referenční křivkou pro čistý kopolymer E vytlačeném při teplotním režimu T2.

Na obrázcích (Obr. 72–77) jsou srovnány materiály pro všechny tři tepelné režimy. Kompozit E/10M 1x vykazuje nejvyšší pevnost v tahu  $\sigma_T$  při tepelném režimu T3, stejně je na tom i druhý cyklus míchání E/10M 2x. Kompozit E/30M 1x má nejvyšší  $\sigma_T$  při T2, druhý cyklus E/30M 2x však při T1. Kompozit E/30M+MMT 1x má nejvyšší  $\sigma_T$  při T2, druhý cyklus stejné koncentrace E/30M 2x při T1. Lze říci, že pro dosažení vyšší  $\sigma_T$  pro druhý cyklus míchání je vhodnější použít nižší teplotní režim zpracování T1.

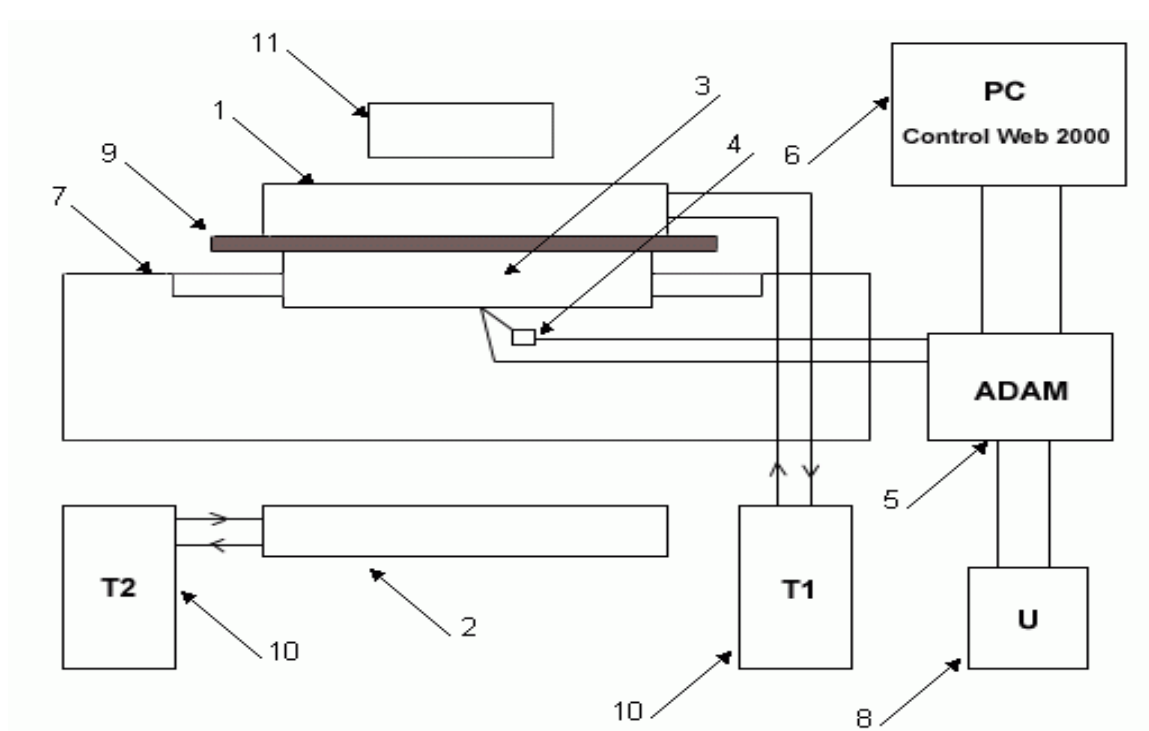
Na obrázku (Obr. 78) jsou vyhodnoceny pevnosti v tahu pro koncentraci 50 % při T2. Nejvyšší pevnost v tahu dosahuje kompozit E/50M T2 1x.

#### 6.3.4 Tepelná vodivost

Tepelné vlastnosti materiálů jsou charakterizovány pomocí tepelných konstant jako měrné teplo, teplotní a tepelná vodivost, lineární a objemová roztažnost. U polymerních materiálů má teplota zásadní vliv na strukturní změny, čímž se mění zejména mechanické a deformační vlastnosti – tuhost, elasticita, houževnatost, pevnost, tažnost tvrdost, a další, ale ovlivňuje také optické a elektrické vlastnosti těchto materiálů. Neexistuje však jednoznačná definice odolnosti proti vyšším či nižším teplotám. Proto se vždy posuzuje pomocí smluvních zkoušek pouze z určitého úhlu pohledu [74].

#### Nestacionární měření tepelné vodivosti

U nestacionárního vedení tepla se teplota v určitém místě mění s časem. V praxi se nejčastěji setkáme s případem, kdy je teplo vedeno pouze v jednom směru. Teplota je tedy funkcí času a pouze jediné souřadnice. K měření tepelné vodivosti nestacionární metodou se používá přístroje podle Fitcha. Zařízení je zobrazeno na (Obr. 79). Tohoto přístroje se používá především k měření tepelné vodivosti fólií a desek plastů, pryží a usňových materiálů. Výhody: především krátká doba měření, jednoduchost postupu a měřícího zařízení [75].



Obr. 79 Blokové schéma měřicí aparatury 1 - temperační válec na teplotě  $t$ , 2 - temperační válec na teplotě  $t_2$ , 3 - mosazný měřicí váleček, 4 - termočlánek typu J (železo – konstantan, 5 - zesilovač, 6 - osobní počítač, ControlWeb 2000, 7 - kryt měřícího válce, 8 - stejnosměrný zdroj napětí, 9 - měřený vzorek, 10 - termostaty, 11 - závaží [76]

### Matematický model měření:

Pro odvození matematického modelu popisující závislost teploty měřícího válečku na čase vycházíme z následující bilance tepla [75] [76].

$$-K \frac{dt}{d\tau} = \frac{S\lambda(t - t_1)}{\delta} + B(t - t_1) \quad 0 < \tau < \infty \quad (1)$$

$$t(0) = t_2 = 25 \text{ °C}$$

kde  $K$  je tepelná kapacita měřícího válečku ( $\text{J.K}^{-1}$ )

$S$  – plocha vzorku ( $\text{m}^2$ )

$\lambda$  – tepelná vodivost ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )

$t$  – snímaná teplota měřícího válečku ( $^{\circ}\text{C}$ )

$t_1$  – teplota temperační desky 1 ( $^{\circ}\text{C}$ )

$t_2$  – počáteční teplota měřícího válečku ( $^{\circ}\text{C}$ )

$\sigma$  – tloušťka vzorku (m)

$B$  – koeficient tepelných ztrát ( $\text{J.s}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )

$\tau$  – čas (s)

pro B platí:

$$B = \alpha \cdot S_z \quad (2)$$

kde  $\alpha$  je koeficient přestupu tepla (W.m-2.K-1)

$S_z$  – plocha, na níž dochází ke ztrátám (m<sup>2</sup>)

Pravá strana rovnice (1) představuje tok tepla přes hmotu vzorku bloku 1 do měřícího válečku. Zde jsou započítány i ztráty tepla vzniklé přirozeným prouděním vzduchu kolem měřícího přístroje [75] [76].

Levá strana rovnice (1) představuje akumulaci tepla v měřícím válečku.

Řešením rovnice (1) dostaneme:

$$t = t_1 - (t_1 - t_2) \cdot \exp(-(A_1 + A_2) \cdot \tau) \quad (3)$$

kde pro  $A_1$  a  $A_2$  platí vztahy:

$$A_1 = \frac{S\lambda}{\sigma K} \quad (4)$$

$$A_2 = \frac{B}{K} \quad (5)$$

$$A_3 = A_1 + A_2 \quad (6)$$

### **Praktický výpočet pro čistý materiál E a parametr b z prvního ohřevu (O1):**

$$t = t_1 - (t_1 - t_2) \cdot e^{-(A_1 + A_2) \cdot \tau}$$

$$y = y_0 + ae^{(-bx)}$$

### **Výpočet pro první měření:**

Z nelineární regrese jsme získali  $b_3$  = hodnota v tabulce (Tab.19) průměrná hodnota z 1. a 2. ohřevu.

Teploty na termostatech  $T_1=25$  °C a  $T_2= 50$  °C

$$\frac{(T - T_1)}{(T_2 - T_1)} \leq 0,5$$

$$T \leq 25^\circ\text{C}$$

Ztráty zařízení (odhad  $A_2$ ):  $A_2 = 0,000368 \text{ [s}^{-1}\text{]}$

Tepelná kapacita měřicího válce:  $K_1 = 94,107 \text{ [J.K}^{-1}\text{]}$

Plocha měřicího válečku:  $S = 1,9635 \cdot 10^{-3} \text{ [m}^2\text{]}$

Měřená tloušťka vzorku:  $\sigma = \text{[mm]}$

Tab. 18 Měřené tloušťky vzorku

Vzorek	Tloušťka průměr [mm]
E/10M T1 1x	1,15
E/10M T1 2x	1,16
E/30M T1 1x	1,11
E/30M T1 2x	1,15
E/30M+MMT T1 1x	1,15
E/30M+MMT T1 2x	1,08
E	1,15
E/10M T2 1x	1,06
E/10M T2 2x	1,09
E/30M T2 1x	1,04
E/30M T2 2x	1,15
E/50M T2 1x	1,09
E/50M T2 2x	1,07
E/30M+MMT T2 1x	1,04
E/30M+MMT T2 2x	1,14
E/50M+MMT T2 1x	1,00
E/10M T3 1x	1,12
E/10M T3 2x	1,04
E/30M T3 1x	1,14
E/30M T3 2x	1,15
E/10M+MMT T3 1x	1,14
E/30M+MMT T3 1x	1,09

Vypočítáme  $A_1$  a  $\lambda$ :

$$A_1 = b - A_2$$

$$\lambda = \frac{A_1 \sigma K_1}{S}$$

Teploty na termostatech  $T_1=25^\circ\text{C}$  a  $T_2=50^\circ\text{C}$

$$\frac{(T - T_1)}{(T_2 - T_1)} \leq 0,5$$

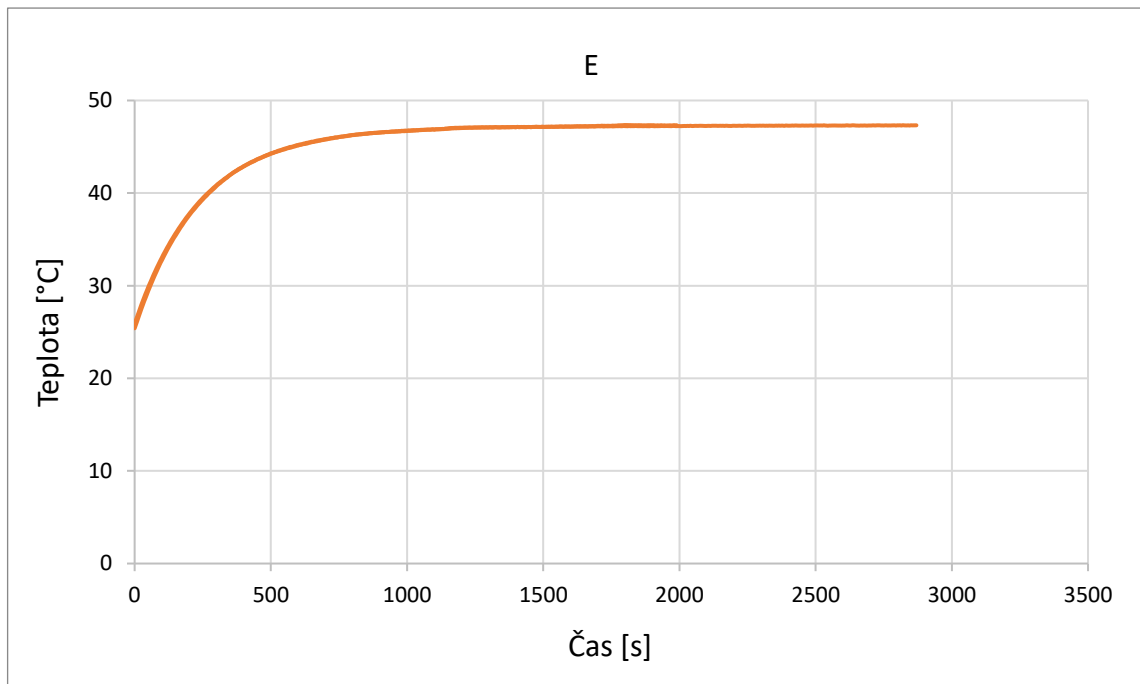
$$T \leq 25^{\circ}\text{C}$$

$$A_1 = b_3 - A_2 = 4,0875 \cdot 10^{-3} - 3,68 \cdot 10^{-4} = 3,72 \cdot 10^{-3} [\text{s}^{-1}]$$

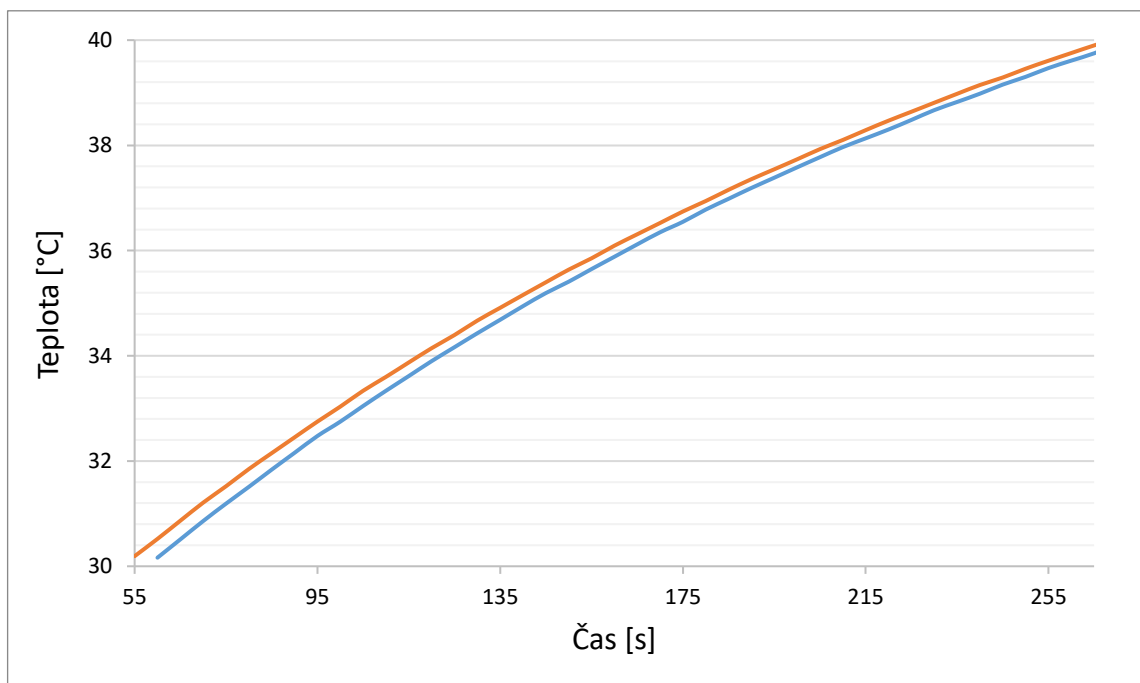
$$\lambda = \frac{A_1 \delta K_1}{S} = \frac{3,72 \cdot 10^{-3} \cdot 0,00115 \cdot 94,107}{1,9635 \cdot 10^{-3}} = 0,205 [\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}]$$

Tab. 19 Vypočítané hodnoty koeficientu  $A_1$  a tepelné vodivosti  $\lambda$

Vzorek	Tloušťka průměr (mm)	prům. $b_3 \cdot 10^{-3}$	smodch	$A_1 \cdot 10^{-3}$	$\lambda$ [ $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ]
E/10M T11x	1,15	4,11	0,01	3,74	0,21
E/10M T1 2x	1,16	3,54	0,02	3,17	0,18
E/30M T11x	1,11	3,23	0,09	2,86	0,15
E/30M T12x	1,15	3,75	0,26	3,38	0,19
E/30M+MMT T11x	1,15	3,75	0,13	3,38	0,19
E/30M+MMT T12x	1,08	3,39	0,05	3,02	0,16
<b>E T2</b>	<b>1,15</b>	<b>4,07</b>	<b>0,02</b>	<b>3,70</b>	<b>0,20</b>
E/10 T2 1x	1,06	4,45	0,04	4,09	0,21
E/10M T2 2x	1,09	3,56	0,09	3,19	0,17
E/30M T2 1x	1,04	4,47	0,10	4,10	0,20
E/30M T2 2x	1,15	3,9	0,05	3,53	0,19
E/50M T2 1x	1,09	4,76	0,05	4,40	0,23
E/50M T2 2x	1,07	4,25	0,10	3,88	0,20
E/30M+MMT T2 1x	1,04	4,36	0,05	3,99	0,20
E/30M+MMT T2 2x	1,14	3,99	0,03	3,62	0,20
E/50M+MMT T2 1x	1,00	3,76	0,09	3,40	0,16
E/10M T3 1x	1,12	3,62	0,09	3,26	0,17
E/10M T3 2x	1,04	4,86	0,02	4,49	0,22
E/30M T3 1x	1,14	3,63	0,21	3,26	0,18
E/30M T3 2x	1,15	4,07	0,06	3,70	0,20
E/10M+MMT T3 1x	1,14	3,4	0,04	3,03	0,17
E/30M+MMT T3 1x	1,09	4,15	0,08	3,78	0,20



Obr. 80 Křivka tepelné vodivosti pro 1. a 2. ohřev



Obr. 81 t: 215s doba potřebná k tepelné změně z teploty 30 na 40 °C

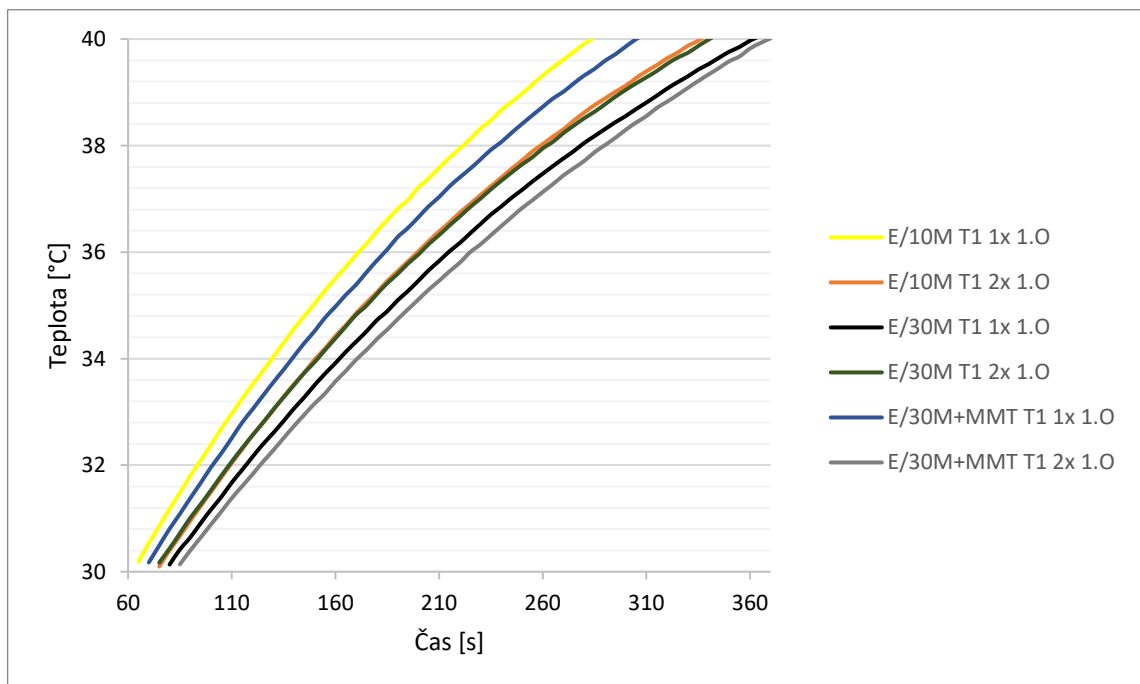


Tab. 20 Časy potřebné k tepelné změně od 30 do 40 °C pro tepelný režim T1

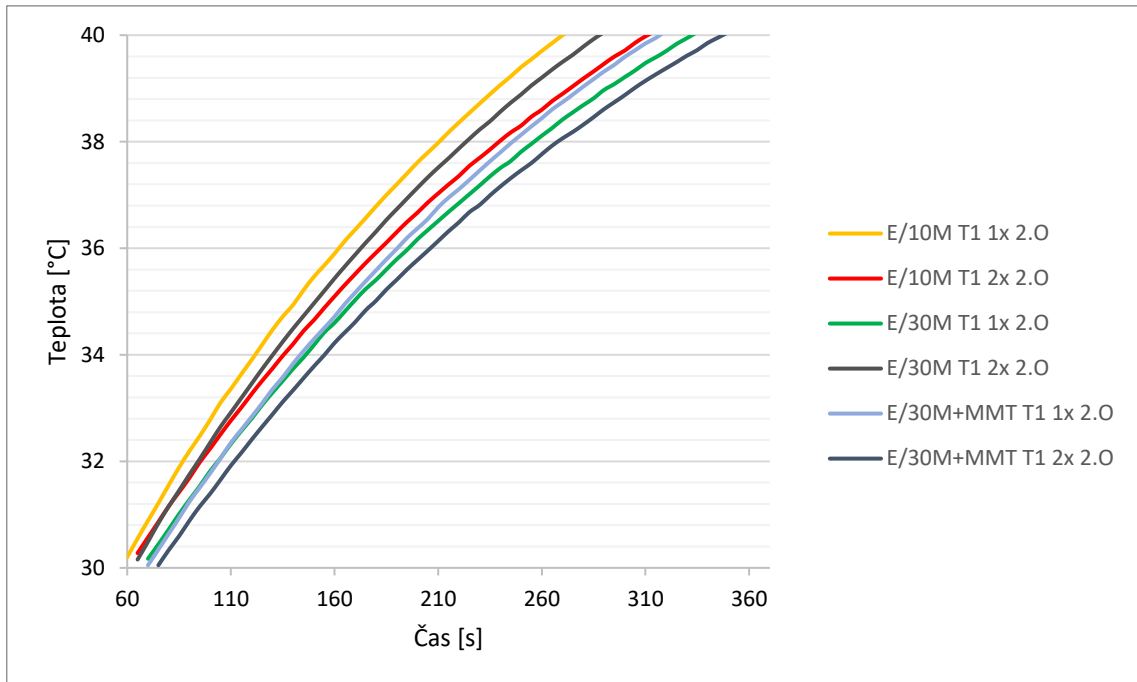
Vzorek	$t_{30}$ [s]	smodch	$t_{40}$ [s]	smodch	$t = t_{40} - t_{30}$ [s]
E/10M T1 1x	63	3	280	5	217
E/10M T1 2x	70	5	328	13	258
E/30M T1 1x	75	5	350	15	275
E/30M T1 2x	70	5	318	28	248
E/30M+MMT T1 1x	70	0	315	5	245
E/30M+MMT T1 2x	80	5	360	10	280

Poznámka: 1.O = první ohřev, 2.O = druhý ohřev

Doba potřebná k ohřevu ze 30 na 40 °C pro vzorky zpracované při T1 se pohybuje v rozmezí 217–280 s. V porovnání s čistým E a jeho  $t = 215$  si nejvyšší dobu k vyhřátí na  $T = 40$  °C žádal kompozit E/30M+MMT T1 2x. Lze si všimnout, že s plnivem se tedy potřebná doba k tepelné změně prodlužuje. Toto zjištění je žádoucí, protože kompozitní materiály se delší dobu udrží na určité teplotě, což potvrzuje ještě nižší tepelnou vodivost těchto materiálů v porovnání s čistým E.



Obr. 82 Křivky 1. ohřevu T1

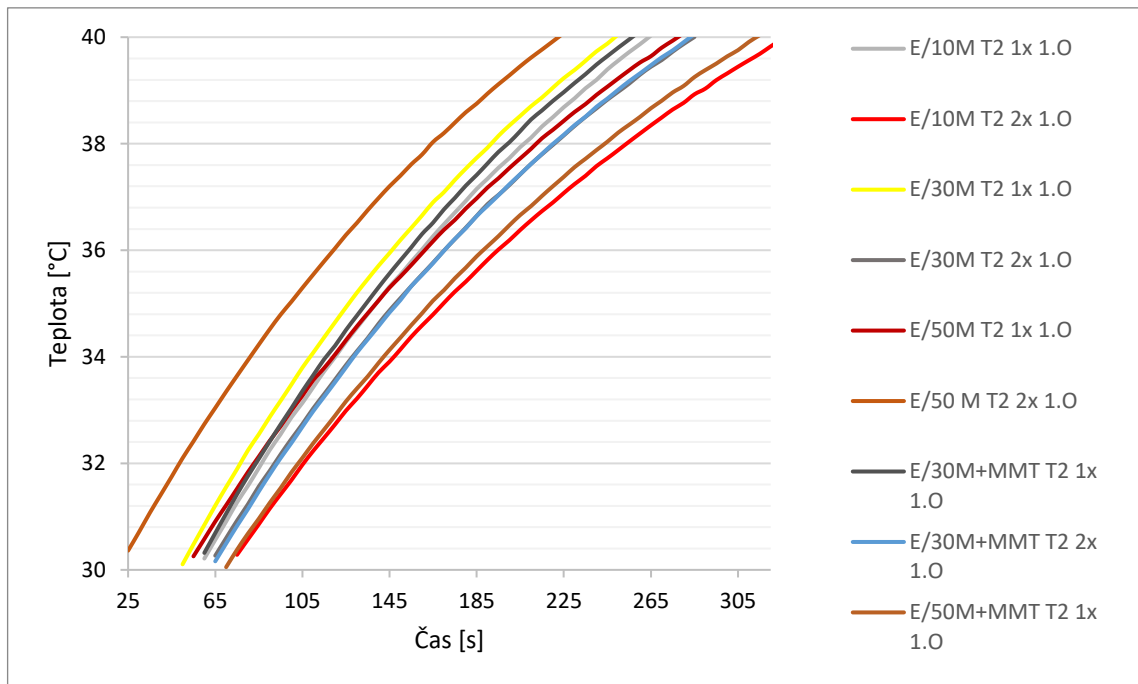


Obr. 83 Křivky 2. ohřevu T1

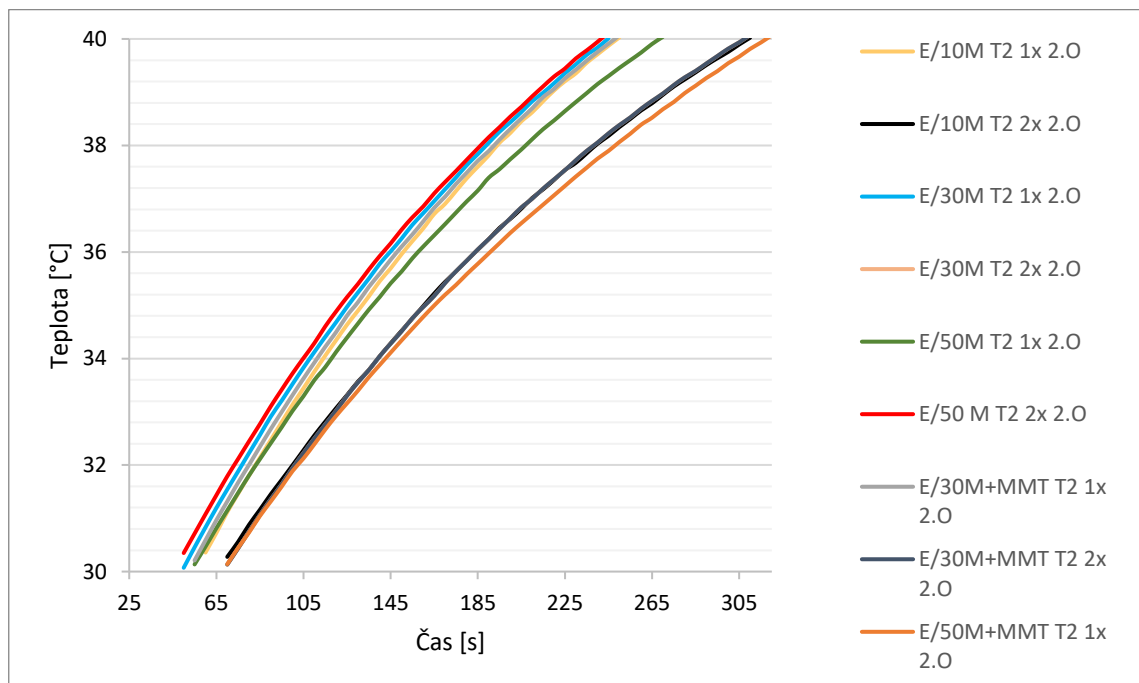
Tab. 21 Časy potřebné k tepelné změně od 30 do 40 °C pro tepelný režim T2

Vzorek	$t_{30}$ [s]	smodch	$t_{40}$ [s]	smodch	$t = t_{40} - t_{30}$ [s]
E	58	3	273	3	215
E/10M 1x	60	0	258	8	198
E/10M 2x	73	3	320	10	247
E/30M 1x	50	0	248	3	198
E/30M 2x	68	3	298	13	230
E/30M+MMT 1x	58	3	255	5	197
E/30M+MMT 2x	63	3	280	5	217
E/50M 1x	50	0	230	5	180
E/50M 2x	38	13	235	10	197
E/50M+MMT 1x	70	0	318	3	248

Doba potřebná k ohřevu ze 30 na 40 °C pro vzorky zpracované při T2 se pohybuje v rozmezí 197–248 s. V porovnání s čistým E a jeho  $t = 215$  si nejvyšší dobu k vyhřátí na  $T = 40$  °C žádal kompozit E/50M+MMT T2 1x.



Obr. 84 Křivky 1. ohřevu T2

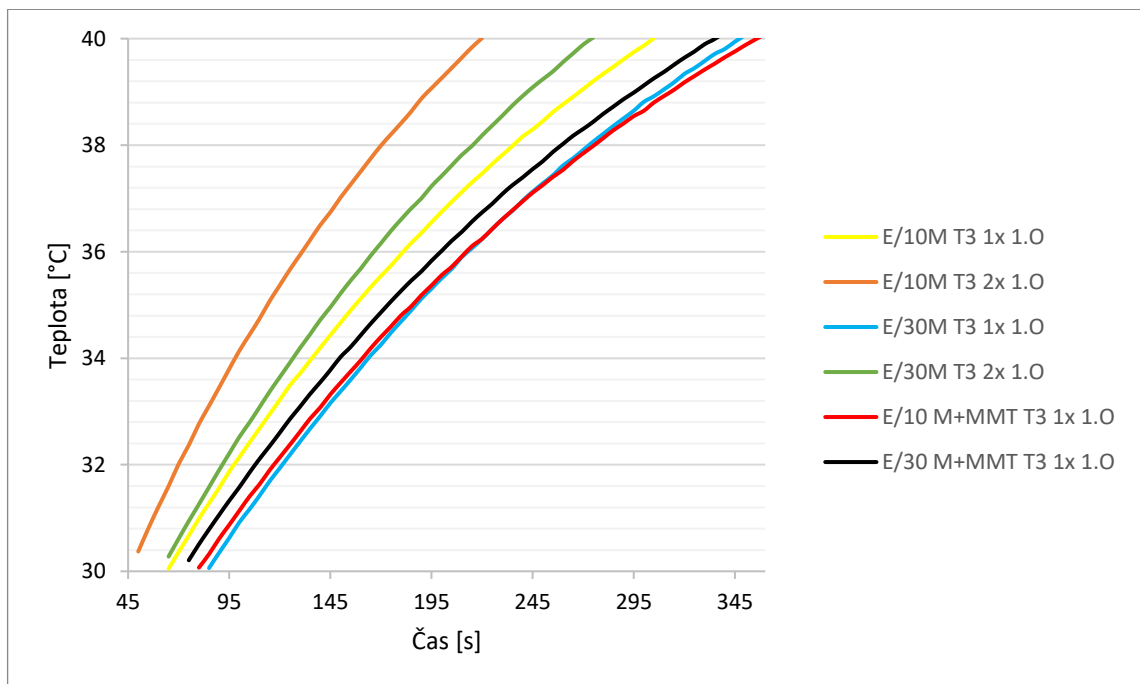


Obr. 85 Křivky 2. ohřevu T2

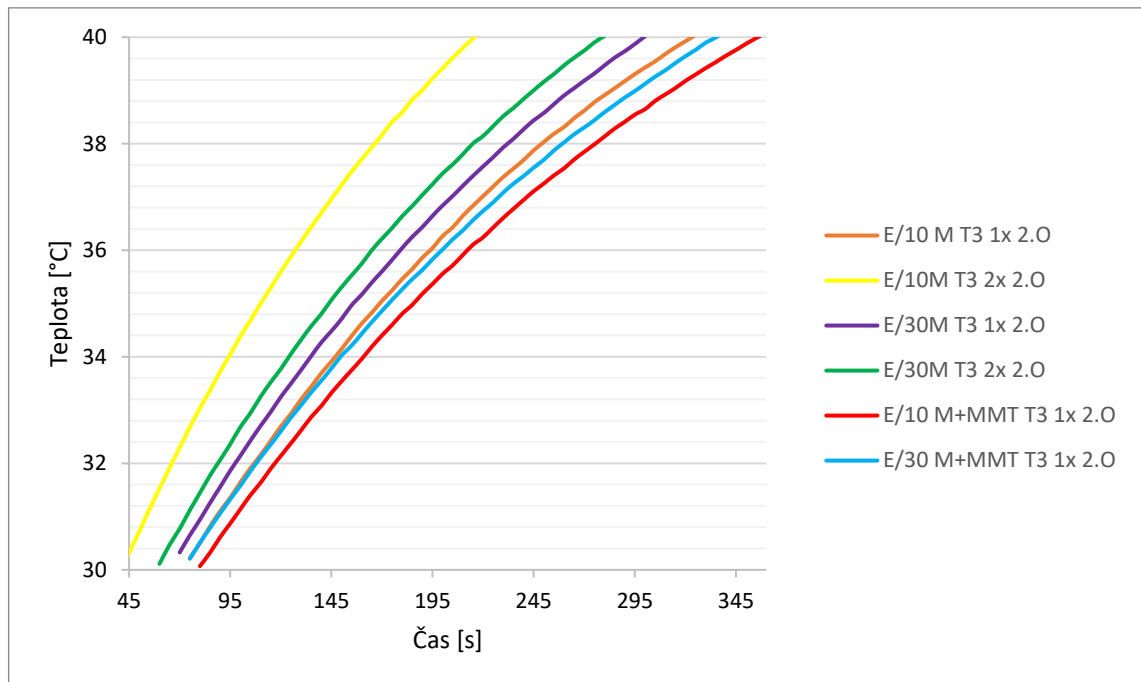
Tab. 22 Časy potřebné k tepelné změně od 30 do 40 °C pro tepelný režim T3

Vzorek	$t_{30}$ [s]	smodch	$t_{40}$ [s]	smodch	$t = t_{40} - t_{30}$ [s]
E/10M T3 1x	70	5	315	10	245
E/10M T3 2x	48	3	220	0	173
E/30M T3 1x	78	8	325	25	248
E/30M T3 2x	63	3	278	3	215
E/10M+MMT T3 1x	78	3	350	10	273
E/30M+MMT T3 1x	55	0	263	3	208

Doba potřebná k ohřevu ze 30 na 40 °C pro vzorky zpracované při T2 se pohybuje v rozmezí 173–273 s. V porovnání s čistým E a jeho  $t = 215$  si nejvyšší dobu k vyhřátí na  $T = 40$  °C žádal kompozit E/10M+MMT T3 1x. Doba k ohřevu byla více jak o minutu delší ve srovnání s čistým materiálem.



Obr. 86 Křivky 1. ohřevu T3



Obr. 87 Křivky 2. ohřevu T3

Polymery jsou obecně známy svoji nízkou tepelnou vodivostí a díky tomu jsou skvělými izolačními materiály. Tepelná vodivost kompozitních materiálů se pohybuje v rozmezí  $\lambda = 0,15\text{--}0,23 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Nejvyšší tepelnou vodivost vykazoval kompozit E/50M T2 1x s hodnotou  $\lambda = 0,23 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  vůči čistému kopolymeru E s hodnotou tepelné vodivosti  $\lambda = 0,20 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Nejnižší pak materiál E/30M T11x s hodnotou  $\lambda = 0,15 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Doba potřebná pro tepelnou změnu ze 30 na 40 °C poukazuje na rychlost přestupu tepla. Předpoklad byl založen na faktu, že mikrokapsle by měly udržovat danou teplotu déle, a tudíž proces změny teploty by měl být pomalejší. Tento předpoklad byl potvrzen. Ve všech třech teplotních režimech tento předpoklad plnily nejlépe kompozity s obsahem MMT.

## ZÁVĚR

Cílem diplomové práce byla aplikace mikrokapslí v polymerní matici pomocí technologie extruze. Jako polymerní matrice byl zvolen materiál Escorene Ultra FL00212, což je kopolymer PE a vinylacetátu. Výzvou pro tuto diplomovou práci byla právě technologie extruze, která není zatím běžně využívána v souvislosti s těmito materiály. V případě zdařilého experimentu můžeme očekávat, že dojde k zahrnutí tohoto výrobního procesu do širší aplikační oblasti. Součástí práce byla i syntéza mikrokapslí potřebných pro přípravu polymerních kompozitů a to metodou suspenzní polymerace. Podmínky suspenzní polymerace a složení mikrokapslí byly zvoleny na základě zkušeností z předešlé diplomové práce [77].

Vzniklé materiálové kompozice byly testovány pomocí DSC k ověření enkapsulace vosku do PS a určení tepelných vlastností vytlačeného materiálu. Morfologie materiálů byla zkoumána prostřednictvím SEM. Jako další hodnotící metody byly zvoleny tahové zkoušky a určení tepelné vodivosti.

V rámci praktické části byly nejdříve připraveny 2 typy mikrokapslí a následně bylo připraveno několik různých koncentrací mikrokapslí v polymerní matici (jmenovitě 10, 30 a 50 %). Testovány byly tři teplotní režimy extruze.

Výzvou pro tuto diplomovou práci byla příprava kompozitu polymer/mikrokapsle metodou extruze, která není zatím běžně využívána v souvislosti s těmito materiály. V případě zdařilého experimentu můžeme očekávat, že dojde k zahrnutí tohoto výrobního procesu do širší aplikační oblasti.

Na základě proběhlých experimentů lze předpokládat, že se podařilo zapracovat mikrokapsle do polymerní matrice. Po celkové charakterizaci těchto připravených kompozitních materiálů bych doporučila pro nejvyšší teplotní režim T3 pouze první cyklus míchání při zpracování na vytlačovacím stroji. Dále výsledky naznačují, že přídavek jílu hraje roli, jak při ochraně mikrokapslí během zpracování, tak při sledování tepelných parametrů těchto materiálů. Přídavek 1 % MMT zlepšil v teplotním režimu průběh tahových křivek pro koncentrace 10 a 30 % plniva. Ze snímků SEM jsou mikrokapsle M+MMT lepšího tvaru. Jako nejlepší se jeví koncentrace 30 % M či M+ MMT.

## SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] VRBKA, Jan. *Mechanika kompozitů* [online]. Brno: Fakulta strojního inženýrství VUT v Brně, 2008 [cit. 2019-09-21]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz › www\\_base › priloha](https://www.vutbr.cz › www_base › priloha)
- [2] *Plasty pro stavebnictví a architekturu 7 – Polymerní vláknové kompozity* [online]. [cit. 2020-04-25]. Dostupné z: [https://www.imaterialy.cz/rubriky/materialy/plasty-pro-stavebnictvi-a-architekturu-7-polymerni-vlaknove-kompozity\\_101437.html](https://www.imaterialy.cz/rubriky/materialy/plasty-pro-stavebnictvi-a-architekturu-7-polymerni-vlaknove-kompozity_101437.html)
- [3] *Polymer Matrix Composites and Technology* [online]. [cit. 2020-04-24]. Dostupné z: [https://www.elsevier.com/\\_data/assets/pdf\\_file/0011/87176/Polymer-Matrix-Composites-and-Technology\\_Intro\\_Excerpt.pdf](https://www.elsevier.com/_data/assets/pdf_file/0011/87176/Polymer-Matrix-Composites-and-Technology_Intro_Excerpt.pdf)
- [4] *Cast iron 5* [online]. [cit. 2020-04-25]. Dostupné z: <https://www.slideshare.net/ashakumawat123456789/cast-iron-5-i>
- [5] *Kompozitní materiály - beton* [online]. [cit. 2020-04-25]. Dostupné z: <http://www.technologystudent.com/joints/concret1.html>
- [6] DVOŘÁKOVÁ, Květa. *Kompozitní materiály: Částicové a vláknové kompozity, výroba kompozitů* [online]. Květa Dvořáková [cit. 2019-10-09]. Dostupné z: <https://slideplayer.cz/slide/3099046/>
- [7] PAULO, Filipa a Lúcia SANTOS. Design of experiments for microencapsulation applications: A review. *Materials Science and Engineering: C*. 2017, (77), 13271340. DOI: 10.1016/j.msec.2017.03.219. ISSN 09284931.
- [8] POURMORTAZAVI, Seied, Saeed BABAEI a Fatemeh ASHTIANI. Statistical optimization of microencapsulation process for coating of magnesium particles with Viton polymer. *Applied Surface Science*. 2015, (349), 817825. DOI: 10.1016/j.apsusc.2015.05.075. ISSN 01694332.
- [9] SANAP, Gajanan. *Microencapsulation* [online]. [cit. 2020-04-29]. Dostupné z: <https://www.slideshare.net/GajananSanap/microencapsulation-58778836>
- [10] HOVJACKÁ, Kateřina. *Enkapsulace termochromních systémů*. Univerzita Pardubice, b.r.. Diplomová práce.
- [11] GOMÉZ, Belén, Francisco BARBA, Rubén DOMÍNGUEZ, Predrag PUTNIK, Danijela KOVAČEVIĆ, Mirlan PATEIRO, Fidel TOLDRÁ a Jose LORENZO. *Microencapsulation of antioxidant compounds through innovative technologies and its specific application in meat processing*. , 135147. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.10.006>.
- [12] BAJEROVÁ, Martina, Kateřina DVOŘÁČKOVÁ, Jan GAJDZIOK, Ruta MASTEIKOVÁ a Miloslava RABIŠKOVÁ. *Metody přípravy mikročástic ve farmaceutické technologii* [online]. Veterinární a farmaceutická univerzita Brno, Farmaceutická fakulta, Ústav technologie léků: Česká a slovenská

- farmacie, 2009, (58), 191199 [cit. 2019-09-21]. Dostupné z: <http://www.prolekare.cz/ceska-slovenska-farmacie-clanek?id=30792>
- [13] FAN, Mizi a Feng FU. *Advanced High Strength Natural Fibre Composites in Construction*. 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/C2014-0-03942-1>.
- [14] ESTEVINHO, Berta a Fernando ROCHA. Application of Biopolymers in Microencapsulation Processes. *Biopolymers for Food Design*. , 191222. DOI: 10.1016/B978-0-12-811449-0.00007-4. ISBN 9780128114490.
- [15] *Improving cosmetic microencapsulation to create new user experiences* [online]. b.r. [cit. 2020-03-23]. Dostupné z: <https://www.cosmeticsdesign.com/Headlines/Promotional-Features/Tagra-Biotechnologies-Improving-cosmetic-microencapsulation-to-create-new-user-experiences>
- [16] NEIKOV, Oleg. *Chapter 14 - Processing of Powders and Processing Equipment*. 2019, , 403455. DOI: <doi.org/10.1016/B978-0-08-100543-9.00014-2>.
- [17] *Physical Microencapsulation Technologies* [online]. b.r. [cit. 2020-02-17]. Dostupné z: <http://microencapsulationinnovations.com/Physical.html>
- [18] KAUSHIK, Pratibha, Kim DOWLING, Collin BARROW a Benu ADHIKARI. Microencapsulation of omega-3 fatty acids: A review of microencapsulation and characterization methods. *Journal of Functional Foods*. 2014, , 868881. DOI: <doi.org/10.1016/j.jff.2014.06.029>.
- [19] TROJANOWSKA, Anna, Adrianna NOGALSKA, Ricard VALLS, Marta GIAMBERINI a Bartosz TYLKOWSKI. *Technological solutions for encapsulation*. 2017. DOI: <doi.org/10.1515/psr-2017-0020>.
- [20] LE PRIOL, , DAGMEY, MORANDAT, SALEH, EL KIRAT a NESTERENKO. Comparative study of plant protein extracts as wall materials for the improvement of the oxidative stability of sunflower oil by microencapsulation. *Food Hydrocolloids*. 2019, (95), 105115. DOI: 10.1016/j.foodhyd.2019.04.026. ISSN 0268005X.
- [21] *Micro Caps Technology* [online]. b.r. [cit. 2020-03-23]. Dostupné z: <https://microcapsules-technologies.com/en/>
- [22] JAYANUDIN, Jayanudin, Rochmadi ROCHMADI, Moh. FAHRURROZI a Sang WIRAWAN. Microencapsulation Technology of Ginger Oleoresin With Chitosan as Wall Material: A review. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*. 2016, , 209-223. DOI: 10.7324/JAPS.2016.601232. ISSN 2231-3354. Dostupné z: [http://www.japsonline.com/abstract.php?article\\_id=2106](http://www.japsonline.com/abstract.php?article_id=2106)
- [23] *What is a sol-gel processing?* [online]. [cit. 2020-05-12]. Dostupné z: <https://www.twi-global.com/technical-knowledge/faqs/faq-what-is-sol-gel-processing>
- [24] *PCM Facts: Frequently asked questions about phase change materials* [online]. Minneapolis [cit. 2019-11-30]. Dostupné z: <https://www.puretemp.com/stories/understanding-pcms>



- [25] HUO, Xiaonan, Wei LI, Yu WANG, Na HAN, Jianping WANG, Ning WANG a Xingxiang ZHANG. Chitosan composite microencapsulated comb-like polymeric phase change material via coacervation microencapsulation. *Carbohydrate Polymers*. 2018, (200), 602610. DOI: 10.1016/j.carbpol.2018.08.003. ISSN 01448617.
- [26] IRANI, Fateme, Zahra RANJBAR, Siamak MORADIAN a Ali JANNESARI. Microencapsulation of n-heptadecane phase change material with starch shell. *Progress in Organic Coatings*. 2017, (113), 3138. DOI: 10.1016/j.porgcoat.2017.08.006. ISSN 03009440.
- [27] CABEZA, L. *Advances in thermal energy storage systems: methods and applications*. 1st ed. Boston, MA: Elsevier, 2014. ISBN 978-1-78242-088-0.
- [28] VAKHSHOURI, Amir. *Paraffin as Phase Change Material* [online]. 2019 [cit. 2020-05-13]. DOI: 10.5772/intechopen.90487. Dostupné z: <https://www.intechopen.com/online-first/paraffin-as-phase-change-material>
- [29] ANGEL, Juan a Moreno BALDERRAMA. *Phase change materials encapsulation in crosslinked polymer-based monoliths : syntheses, characterization and evaluation of pullulan and black liquor based-monoliths for the encapsulation of phase change materials* [online]. [cit. 2020-05-13]. Dostupné z: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02088250/document>
- [30] *Akumulace tepla pro snížení spotřeby energie v nízkoenergetických budovách* [online]. [cit. 2020-04-28]. Dostupné z: <https://www.tzb-info.cz/4643-akumulace-tepla-pro-snizeni-spotreby-energie-v-nizkoenergetickych-budovach>
- [31] ESBATI, Saeed, Mohammad AMOOIE, Milad SADEGHZADEH, Mohammad AHMADI, Fathollah POURFAYAZ a Tingzhen MING. *Investigating the effect of using PCM in building materials for energy saving: Case study of Sharif Energy Research Institute*. 2020, **8**, 959-972. DOI: 10.1002/ese3.328. Dostupné z: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/ese3.328>
- [32] PENG, Shuo, Alan FUCHS a R.A. WIRTZ. Polymeric phase change composites for thermal energy storage. *Journal of applied polymer science*. 2004. DOI: doi.org/10.1002/app.20578.
- [33] *Jaký je rozdíl mezi citelným a latentním teplem?* [online]. [cit. 2020-04-25]. Dostupné z: [https://www.daikin.cz/cs\\_cz/casto-kladene-otazky/jaky-je-rozdil-mezi-citelnym-a-latentnim-teplem.html](https://www.daikin.cz/cs_cz/casto-kladene-otazky/jaky-je-rozdil-mezi-citelnym-a-latentnim-teplem.html)
- [34] KARTHICK, Alagar, Pichandi RAMANAN, Aritra GHOSH, Balasubraminam STALIN, Ramalingam KUMAR a Irusappan BARANILINGESAN. *Performance enhancement of copper indium diselenide photovoltaic module using inorganic phase change material* [online]. [cit. 2020-04-28]. DOI: doi.org/10.1002/apj.2480. Dostupné z: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/apj.2480>
- [35] GAO, Fengxia, Xiaodong WANG a Dezhen WU. Design and fabrication of bifunctional microcapsules for solar thermal energy storage and solar photocatalysis by encapsulating paraffin phase change material into cuprous oxide. *Solar Energy Materials and Solar Cells*. 2017, **168**, 146-164. DOI:

- 10.1016/j.solmat.2017.04.026. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0927024817301903>
- [36] *Materiály a povrchové úpravy v Hannoveru: Nový PCM materiál s grafitem* [online]. V rubrice Servis: MM Odborně-vzdělávací a zpravodajský portál z oblasti strojírenství a navazujících oborů [cit. 2019-11-30]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/materialy-a-povrchove-upravy-v-hannoveru.html>
- [37] BAETENS, Ruben, Bjørn JELLE a Arild GUSTAVSEN. Phase change materials for building applications: A state-of-the-art review. *Energy and Buildings*. 2010, **42**, 1361-1368. DOI: 10.1016/j.enbuild.2010.03.026. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0378778810001180>
- [38] RAQUEL LEITE DA CUNHA, Sandra a José LUÍS BARROSO DE AGUIAR. *Phase change materials and energy efficiency of buildings: A review of knowledge*. 2020. DOI: [doi.org/10.1016/j.est.2019.101083](https://doi.org/10.1016/j.est.2019.101083).
- [39] *Revoluční technologie Fipron* [online]. b.r. [cit. 2020-03-23]. Dostupné z: <https://www.fipron-cz.cz/uvod>
- [40] KOLESNIKOV, Maxim. *Mikroenkapsulovaný hasicí prostředek a způsob jeho přípravy*. 2016. Rusko. RU2628375C1. Uděleno 16.08.2017. Zapsáno 22.04.2016.
- [41] SEDLÁČEK, Petr. *Příprava a hodnocení mikročástic s koloidním stříbrem*. Farmaceutická fakulta v Hradci Králové, 2006.. Rigorózní práce. Univerzita Karlova v Praze. Vedoucí práce Doc. RNDr. Milan Dittrich, CSc.
- [42] PAUSE, B. Phase change materials and their application in coatings and laminates for textiles. *Smart Textile Coatings and Laminates*. 2010, , 236250. DOI: 10.1533/9781845697785.2.236. ISBN 9781845693794. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781845693794500092>
- [43] *Prilba na moto NZI Premium S Duo JAZZY* [online]. b.r. [cit. 2020-04-09]. Dostupné z: <http://www.mmb.cz/produkty/integralni-prilba-premium-s/prilba-na-moto-nzi-premium-s-duo-jazzy>
- [44] *Phase Change Materials* [online]. [cit. 2020-04-28]. Dostupné z: <https://www.textileworld.com/textile-world/features/2004/03/phase-change-materials/>
- [45] MÖHRING, U., D. SCHWABE a S. HANUS. Textiles for patient heat preservation during operations. *Handbook of Medical Textiles*. 2011, , 434442. DOI: 10.1533/9780857093691.4.434. ISBN 9781845696917. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781845696917500194>
- [46] *Co dokáže textil* [online]. Praha: Technický týdeník Business Media CZ s. r. o., 2006 [cit. 2019-12-01]. Dostupné z: [https://www.technickytydenik.cz/rubriky/archiv/co-dokaze-textil\\_12821.html](https://www.technickytydenik.cz/rubriky/archiv/co-dokaze-textil_12821.html)

- [47] BABU, V a A ARUNRAJ. *Thermo regulated clothing with phase change materials* [online]. 2018, 4 [cit. 2020-04-28]. DOI: 10.15406/jteft.2018.04.00162. Dostupné z: <https://medcraveonline.com/JTEFT/thermo-regulated-clothing-with-phase-change-materials.html>
- [48] *Food & Refrigeration* [online]. b.r. [cit. 2020-04-11]. Dostupné z: <https://www.crodatherm.com/en-gb/products-and-applications/crodatherm-wax/food-and-refrigeration>
- [49] *Ice plates* [online]. [cit. 2020-04-14]. Dostupné z: <http://www.pcmproducts.net/files/Hot%20Plate-1.pdf>
- [50] MOKREJŠ, Pavel a Ferdinand LANGMAIER. *Aplikace přírodních polymerů*. 1. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2008. ISBN 978-807-3186-746.
- [51] SAGIS, Leonard. *Microencapsulation and microspheres for food applications / edited by Leonard M.C. Sagis*. 1st ed. Amsterdam: Academic Press, Elsevier, 2015. ISBN 978-012-8003-503.
- [52] PAPIILLO, Valentina, Monica LOCATELLI, Fabiano TRAVAGLIA, Matteo BORDIGA, Cristiano GARINO, Jean COÏSSON a Marco ARLORIO. Cocoa hulls polyphenols stabilized by microencapsulation as functional ingredient for bakery applications. *Food Research International*. 2019, (115), 511518. DOI: 10.1016/j.foodres.2018.10.004. ISSN 09639969.
- [53] SHORI, Amal. Microencapsulation improved probiotics survival during gastric transit. *HAYATI Journal of Biosciences*. 2017, (24), 15. DOI: 10.1016/j.hjb.2016.12.008. ISSN 19783019.
- [54] SARABANDI, Khashayar, Alireaza SADEGHI MAHOONAK, Hamed HAMISHEKAR, Mohammad GHORBANI a Seid JAFARI. Microencapsulation of casein hydrolysates: Physicochemical, antioxidant and microstructure properties. *Journal of Food Engineering*. 2018, (237), 8695. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2018.05.036. ISSN 02608774.
- [55] *Plusice ice packs & pouches* [online]. [cit. 2020-04-14]. Dostupné z: [http://www.pcmproducts.net/files/eutectic\\_catalogue-2011-1.pdf](http://www.pcmproducts.net/files/eutectic_catalogue-2011-1.pdf)
- [56] *Želatina typ A bloom 260 (500 g)* [online]. b.r. [cit. 2020-03-23]. Dostupné z: <https://www.dortisimo.cz/zelatina-typ-a-bloom-260-500-g->
- [57] *Modelovací materiály: druhy přírodních vosků* [online]. 2007 [cit. 2019-12-26]. Dostupné z: <http://files.davidjorda-pt.webnode.cz/200000022-006a001640/Vosky.pdf>
- [58] Wikipedia. In: : *the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001 [cit. 2019-12-26].
- [59] *Sigma-Aldrich* [online]. b.r. [cit. 2019-12-26]. Dostupné z: <https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/biology/water-purification-systems/afs-e-high-throughput.html>
- [60] *Nanokompozitna bázi polymer/jíl* [online]. b.r. [cit. 2019-12-26]. Dostupné z: <http://ufmi.ft.utb.cz/texty/nano/nano6.pdf>

- [61] *Jilové minerály* [online]. b.r. [cit. 2019-12-26]. Dostupné z: <http://www.velebil.net/minerality/jilove-mineraly>
- [62] *Crystal structure of montmorillonite* [online]. b.r. [cit. 2019-12-26]. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/figure/Crystal-structure-of-montmorillonite-20\\_fig8\\_332465322](https://www.researchgate.net/figure/Crystal-structure-of-montmorillonite-20_fig8_332465322)
- [63] *CLOISITE-Na+* [online]. b.r. [cit. 2019-12-26]. Dostupné z: <https://www.byk.com/en/additives/additives-by-name/cloisite-na.php>
- [64] *Styren* [online]. b.r. [cit. 2019-12-26]. Dostupné z: <https://www.irz.cz/irz/repository/latky/styren.pdf>
- [65] *Methanol* [online]. b.r. [cit. 2019-12-26]. Dostupné z: [https://is.muni.cz/el/1431/jaro2014/C3806/Metanol\\_WIKI\\_CZ.pdf](https://is.muni.cz/el/1431/jaro2014/C3806/Metanol_WIKI_CZ.pdf)
- [66] PROKOPOVÁ, Irena. *Makromolekulární chemie* [online]. s. 109 [cit. 2020-04-14]. ISBN 978-80-7080-662-3. Dostupné z: [http://147.33.74.135/knihy/uid\\_isbn-978-80-7080-662-3/pages-img/109.html](http://147.33.74.135/knihy/uid_isbn-978-80-7080-662-3/pages-img/109.html)
- [67] *Diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC)* [online]. b.r. [cit. 2020-02-16]. Dostupné z: <https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010367/cwl2js87vLAsPwUA.pdf?redirected>
- [68] *Differential Scanning Calorimetry (DSC)* [online]. [cit. 2020-05-05]. Dostupné z: <https://www.eag.com/cs/resources/whitepapers/characterization-of-polymers-using-differential-scanning-calorimetry-dsc/>
- [69] *Scanning electron microscope* [online]. [cit. 2020-04-14]. Dostupné z: <https://www.britannica.com/technology/scanning-electron-microscope>
- [70] MLEZIVA, Josef a Jaromír ŠŇUPÁREK. *Polymery: výroba, struktura, vlastnosti a použití*. 2. vyd. Praha: Sobotáles, 2000, 537 s. ISBN 80-85920-72-7.
- [71] *EVA copolymers* [online]. [cit. 2020-05-03]. Dostupné z: <https://www.exxonmobilchemical.com/en/products/polyethylene/eva-copolymer>
- [72] *Statické zkoušky krátkodobé* [online]. [cit. 2020-04-29]. Dostupné z: [http://ufmi.ft.utb.cz/texty/kzm/KZM\\_09.pdf](http://ufmi.ft.utb.cz/texty/kzm/KZM_09.pdf)
- [73] *Mechanické vlastnosti polymerů – statické namáhání* [online]. [cit. 2020-05-12]. Dostupné z: <https://publi.cz/books/180/09.html>
- [74] *Tepelné vlastnosti* [online]. [cit. 2020-04-29]. Dostupné z: [http://ufmi.ft.utb.cz/texty/kzm/KZM\\_12.pdf](http://ufmi.ft.utb.cz/texty/kzm/KZM_12.pdf)
- [75] *Popis matematického modulu pro výpočet tepelné vodivosti: Nestacionární měření tepelné vodivosti. Laboratorní úloha*. Univerzita Tomáše Bati, b.r. Dostupné z: Interní studijní materiály
- [76] PETRA, Křenková. *Měření tepelné vodivosti polymerních materiálů*. Fakulta technologická, 2008.. Diplomová práce. Univerzita Tomáše Bati.

- [77] RUDECKÁ, Monika. *Mikroenkapsulace materiálů s fázovým přechodem*. Univerzita Tomáše Bati, 2018.. Diplomová práce.
- [78] *Technologie výroby co je to kompozit?* [online]. [cit. 2020-04-24]. Dostupné z: <https://www.prefa-kompozity.cz/technologie-vyroby/co-je-to-kompozit/>
- [79] TUREČKOVÁ, Jana. *Úvod do enkapsulace* [online]. b.r. [cit. 2020-04-25]. Dostupné z: [https://dspace.tul.cz/bitstream/handle/15240/3258/mgr\\_12281.pdf?sequence=1](https://dspace.tul.cz/bitstream/handle/15240/3258/mgr_12281.pdf?sequence=1). Diplomová práce.

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Oxid hlinitý
API	Ingredience aktivního léčiva (Active Pharmaceutical Ingredients)
Bloom	Ukazatel pevnosti želatinového gelu
Ca <sup>2+</sup>	Vápenatý kationt
CMC	Kompozity s keramickou maticí (Ceramic Matrix Composite)
CTM	Cyklopentadienyltrikarbonyl mangan
DDS	Systém pro dodávání léčiv (Drug Delivery Systém)
DNA	Deoxyribonukleová kyselina
DSC	Diferenciální skenovací kalorimetrie (Differential Scanning Calorimetry)
FE-SEM	Emisní elektronový mikroskop (Field Emission Scanning Electron Microscopy)
FTIR	Infračervená spektroskopie (Fourier Transform Infrared)
HGC	Tvrde želatinové kapsle (Hard Gelatin Capsules)
HTF	Teplonosná tekutina (Heat Transfer Fluid)
CH	Kakaové slupky (Cocoa hulls)
IFP	Interfaciální polymerizace
inoTEX	Obchodní společnost
KH	Keratin Hydrolyzát
LANXESS	Obchodní společnost (German specialty chemicals company)
mm	Milimetr
MMC	Kompozity s kovovou maticí (Metal Matrix Composite)
MMT	Montmorillonit
MPa	Megapascal
mPas	Milipascal
MPCM	Mikroenkapsulované PCM
např.	Například
NASA	Národní úřad pro letectví a kosmonautiku (National Aeronautics and Space Administration)
NPK	Hnojivo na bázi dusíku, fosforu a draslíku (Nitrogenium Phosphorus Kalium)
OM	Optický mikroskop (Optical Microscop)

---

PCM	Materiály s fázovým přechodem (Phase Change Material)
pH	Vodíkový potenciál (Potential of hydrogen)
PMC	Kompozity s polymerní matricí (Polymer Matrix Composite)
PUFA	Polynenasycené mastné kyseliny (Polyunsaturated Fatty Acids)
RBr	Uhlovodíkový radikál brómu
RCl	Uhlovodíkový radikál chlóru
RF	Uhlovodíkový radikál fluóru
rhEGF	Rekombinantní lidský epidermální růstový faktor (Epidermal Growth Factor human recombinan)
RHI	Rekombinantní lidský inzulin (Recombinan Human Insulin)
RJ	Uhlovodíkový radikál jódu
SAP	Práškovou metodou vyrobený kompozit (Sintered Aluminium Powder)
SEM	Skenovací elektronová mikroskopie (Scanning Electron Microscope)
SGC	Měkké želatinové kapsle (Soft Gelatin Capsules)
SGLT	Obchodní společnost (Smart solutions in speciality Graphites & Carbon Technologies)
str.	Stránka
TES	Systém ukládání tepelné energie (Thermal Energy Storage)
TEWL	Trans Epidermal Water Loss
TGA	Termogravimetrická analýza (Thermal Gravimetric Analysis)
v/o/v	Voda/olej/voda
W/g	Watt na gram
µm	Mikrometr
Ω-3	Esenciální mastné kyseliny
Ω-6	Esenciální mastné kyseliny
%	Procento
(w/w)	Hmotnost/hmotnost (Weight by Weight)
®	Ochranná známka
°C	Stupeň Celsia
2-K	Dvou komponentní složka

## SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1 Typy kompozitních materiálů dle geometrie výztuže (upraveno z [4]) .....</i>	<i>11</i>
<i>Obr. 2 Částicový kompozit s makročásticemi, beton (upraveno z [5]).....</i>	<i>12</i>
<i>Obr. 3 Morfologie mikrokapsle: mikrokapsle (A), mikrosféry (B) (upraveno z [7])..</i>	<i>13</i>
<i>Obr. 4 Morfologie mikrokapsle: (a) mononukleární, (b) polynukleární, (c) matricová, (d) vícevrstvá (upraveno z [10]).....</i>	<i>14</i>
<i>Obr. 5 Výhody technologie enkapsulace (upraveno z [11]) .....</i>	<i>15</i>
<i>Obr. 6 Schéma mikroenkapsulačního procesu (upraveno z [14]) .....</i>	<i>17</i>
<i>Obr. 7 Metoda odpaření rozpouštědla, ilustrace vývojového diagramu [15] .....</i>	<i>19</i>
<i>Obr. 8 Tvorba mikrokapslí principem .....</i>	<i>21</i>
<i>Obr. 9 Mechanismus sprejového sušení [17] .....</i>	<i>22</i>
<i>Obr. 10 Mechanismus obalování .....</i>	<i>24</i>
<i>Obr. 11 Zařízení se spodním nástřikem .....</i>	<i>24</i>
<i>Obr. 12 In situ polymerace [21] .....</i>	<i>25</i>
<i>Obr. 13 Jednoduchá koacervace (upraveno z [22]) .....</i>	<i>28</i>
<i>Obr. 14 Mikroenkapsulace pomocí komplexní koacervace [21] .....</i>	<i>29</i>
<i>Obr. 15 Cyklus skladování tepelné energie [27] .....</i>	<i>33</i>
<i>Obr. 16 Schéma různých typů skladování tepelné .....</i>	<i>33</i>
<i>Obr. 17 Typické tepelné ztráty a zisky v obytných budovách [29] .....</i>	<i>34</i>
<i>Obr. 18 PCM materiály jako součást tepelných výměníků [28].....</i>	<i>35</i>
<i>Obr. 19 Mechanismus mikroenkapsulace n-heptadekanu škrobem [26] .....</i>	<i>38</i>
<i>Obr. 20 Schematické znázornění morfologií, které lze získat s rostlinným .....</i>	<i>50</i>
<i>Obr. 21 Morfologie částic naznačující strukturu matricového typu, existenci pórů ve stěně částic dutých kapslí v hydrolyzátech kaseinu sušeném rozprašováním [54]. .....</i>	<i>52</i>
<i>Obr. 22 Mechanismus mikroenkapsulace: oktadecylakrylátové oligomery; .....</i>	<i>54</i>
<i>Obr. 23 (a) Lékařská gáza. (a<sub>1</sub>) částečný zvětšený pohled na lékařskou gázu. (b) ....</i>	<i>55</i>
<i>Obr. 24 Parafin, jádro mikrokapslí, směs .....</i>	<i>61</i>
<i>Obr. 25 Molekula polyvinylpyrrolidonu [59] .....</i>	<i>62</i>
<i>Obr. 26 Struktura montmorillonitu [62] .....</i>	<i>63</i>
<i>Obr. 27 Molekula styrenu, surovina pro obal enkapsulovaného vosku [59] .....</i>	<i>64</i>
<i>Obr. 28 Molekula PBO [59] .....</i>	<i>65</i>
<i>Obr. 29 Methanol [59].....</i>	<i>66</i>



<i>Obr. 30 Aparatura pro přípravu mikrokapslí</i> .....	67
<i>Obr. 31 SEM mikroskop (upraveno z [69])</i> .....	69
<i>Obr. 32 DSC: graf čistého vosku</i> .....	70
<i>Obr. 33 DSC: Mikrokapsle M</i> .....	71
<i>Obr. 34 Mikrokapsle M+MMT</i> .....	71
<i>Obr. 35 SEM: M š. 1 zvětšeno 70x a 1000x</i> .....	73
<i>Obr. 36 SEM: M š. 2 zvětšeno 70x a 1000x</i> .....	73
<i>Obr. 37 SEM: M+MMT š. 1 zvětšeno 70x a 1000x</i> .....	74
<i>Obr. 38 SEM: M+MMT š. 2 zvětšeno 70x a 1000x</i> .....	74
<i>Obr. 39 Extruder Scientific</i> .....	76
<i>Obr. 40 Extruze struny</i> .....	77
<i>Obr. 41 DSC: Referenční materiály materiály – vosk, E</i> .....	79
<i>Obr. 42 DSC: teplotní režim 1</i> .....	79
<i>Obr. 43 DSC: teplotní režim 2</i> .....	80
<i>Obr. 44 DSC: teplotní režim 2</i> .....	80
<i>Obr. 45 DSC: teplotní režim 3</i> .....	81
<i>Obr. 46 DSC: Srovnání teplot tání</i> .....	82
<i>Obr. 47 SEM: E/10M T1 1x</i> .....	84
<i>Obr. 48 SEM: E/10M T1 2x</i> .....	84
<i>Obr. 49 SEM: E/30M T1 1x</i> .....	85
<i>Obr. 50 SEM: E/30M T1 2x</i> .....	85
<i>Obr. 51 SEM: E/30M+MMT T1 1x</i> .....	86
<i>Obr. 52 SEM: E/30M+MMT T1 2x</i> .....	86
<i>Obr. 53 SEM: E T2 2x</i> .....	87
<i>Obr. 54 SEM: E/10M T2 1x</i> .....	87
<i>Obr. 55 SEM: E/10M T2 2x</i> .....	88
<i>Obr. 56 SEM: E/30M T2 1x</i> .....	88
<i>Obr. 57 SEM: E/30M T2 2x</i> .....	89
<i>Obr. 58 SEM: E/50M T2 1x</i> .....	89
<i>Obr. 59 SEM: E/50M T2 2x</i> .....	90
<i>Obr. 60 SEM: E/30M+MMT T2 1x</i> .....	90
<i>Obr. 61 SEM: E/30M+MMT T2 2x</i> .....	91
<i>Obr. 62 SEM: E/50M+MMT T2 1x</i> .....	91
<i>Obr. 63 SEM: E/50M+MMT T2 1x</i> .....	92

<i>Obr. 64 SEM: E T3 1x</i> .....	92
<i>Obr. 65 SEM: E/10M T3 1x</i> .....	93
<i>Obr. 66 SEM: E/10M T3 2x</i> .....	93
<i>Obr. 67 SEM: E/30M T3 1x</i> .....	94
<i>Obr. 68 SEM: E/30M T3 2x</i> .....	94
<i>Obr. 69 SEM: E/10M+MMT T3 1x</i> .....	95
<i>Obr. 70 SEM: E/30M+MMT T3 1x</i> .....	95
<i>Obr. 71 Tvar typické deformační křivky testovaných materiálu [73]</i> .....	97
<i>Obr. 72 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/10M 1x při různých teplotních režimech</i> .....	98
<i>Obr. 73 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/10M 2x při různých teplotních režimech</i> .....	98
<i>Obr. 74 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/30M 1x při různých teplotních režimech</i> .....	99
<i>Obr. 75 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/30M 2x při různých teplotních režimech</i> .....	99
<i>Obr. 76 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/30M+MMT 1x při různých teplotních</i> .....	100
<i>Obr. 77 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/30M+MMT 2x při různých teplotních</i> .....	100
<i>Obr. 78 Tahová zkouška: hodnoty napětí pro E/50M T2 1x, E/50M T2 2x a E/50M +MMT T2 1x</i> .....	101
<i>Obr. 79 Blokové schéma měřící aparatury 1 - temperanční válec na teplotě <math>t_1</math>, 2 - temperanční válec na teplotě <math>t_2</math>, 3 - mosazný měřící váleček, 4 - termočlánek typu J (železo – konstantan, 5 - zesilovač, 6 - osobní počítač, ControlWeb 2000, 7 - kryt měřícího válce, 8 - stejnosměrný zdroj napětí, 9 - měřený vzorek, 10 - termostaty, 11 - závaží [76]</i> .....	103
<i>Obr. 80 Křivka tepelné vodivosti pro 1. a 2. ohřev</i> .....	107
<i>Obr. 81 <math>t</math>: 215s doba potřebná k tepelné změně z teploty 30 na 40 °C</i> .....	107
<i>Obr. 82 Křivky 1. ohřevu T1</i> .....	108
<i>Obr. 83 Křivky 2. ohřevu T1</i> .....	109
<i>Obr. 84 Křivky 1. ohřevu T2</i> .....	110
<i>Obr. 85 Křivky 2. ohřevu T2</i> .....	110
<i>Obr. 86 Křivky 1. ohřevu T3</i> .....	111

<i>Obr. 87</i> Křivky 2. ohřevu T3 .....	112
<i>Obr. 88</i> Tahová zkouška: E/10M 1x T1 .....	129
<i>Obr. 89</i> Tahová zkouška: E/10M 2x T1 .....	129
<i>Obr. 90</i> Tahová zkouška: E/30M 1x T1 .....	130
<i>Obr. 91</i> Tahová zkouška: E/30M 2x T1 .....	130
<i>Obr. 92</i> Tahová zkouška: E/30M +MMT 1x T1.....	131
<i>Obr. 93</i> Tahová zkouška: E/30M +MMT 2x T1.....	131
<i>Obr. 94</i> E T2 .....	132
<i>Obr. 95</i> Tahová zkouška: E/10M 1x T2 .....	132
<i>Obr. 96</i> Tahová zkouška: E/10M 2x T2 .....	133
<i>Obr. 97</i> Tahová zkouška: E/30M 1x T2 .....	133
<i>Obr. 98</i> Tahová zkouška: E/30M 2x T2 .....	134
<i>Obr. 99</i> Tahová zkouška: E/50M 1x T2 .....	134
<i>Obr. 100</i> Tahová zkouška: E/50M 2x T2 .....	135
<i>Obr. 101</i> Tahová zkouška: E/30M +MMT 1x T2.....	135
<i>Obr. 102</i> Tahová zkouška: E/30M+MMT 2x T2.....	136
<i>Obr. 103</i> Tahová zkouška: E/50M+MMT 1x T2.....	136
<i>Obr. 104</i> Tahová zkouška: E/10M 1x T3 .....	137
<i>Obr. 105</i> Tahová zkouška: E/10M 2x T3 .....	137
<i>Obr. 106</i> Tahová zkouška: E/30M 1x T3 .....	138
<i>Obr. 107</i> Tahová zkouška: E/30M 2x T3 .....	138
<i>Obr. 108</i> Tahová zkouška: E/10M +MMT 2x T3.....	139
<i>Obr. 109</i> Tahová zkouška: E/30M +MMT 2x T3.....	139

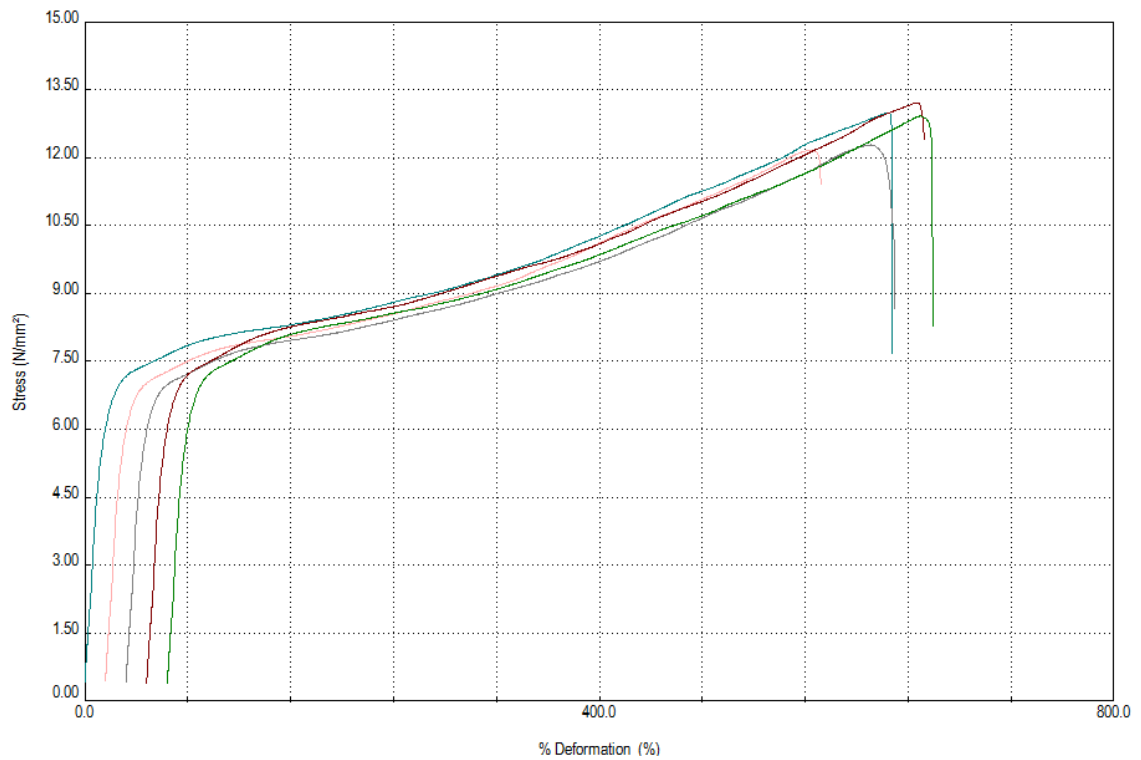
**SEZNAM TABULEK**

<i>Tab. 1 Enkapsulované potravinářské přísady a jejich funkce (upraveno z [50]).....</i>	<i>47</i>
<i>Tab. 2 Příklady mikroenkapsulovaných API (upraveno z [7]).....</i>	<i>53</i>
<i>Tab. 3 Identifikace a vlastnosti vosku [58].....</i>	<i>61</i>
<i>Tab. 4 Identifikace a vlastnosti PVP [58].....</i>	<i>62</i>
<i>Tab. 5 Vlastnosti a specifikace CLOISITE-Na + [63].....</i>	<i>63</i>
<i>Tab. 6 Identifikace a vlastnosti styrenu [64] [58].....</i>	<i>64</i>
<i>Tab. 7 Identifikace a vlastnosti PBO [58].</i>	<i>65</i>
<i>Tab. 8 Identifikace a vlastnosti methanolu [58].</i>	<i>66</i>
<i>Tab. 9 Připravené mikrokapsle.....</i>	<i>68</i>
<i>Tab. 10 Značení jednotlivých ohřevu pro dva vzorky (šarže) mikrokapslí.....</i>	<i>70</i>
<i>Tab. 11 DSC maxima v oblasti tepelného toku.....</i>	<i>72</i>
<i>Tab. 12 Teplotní režimy přípravy směsí E/M a E/M+MMT.....</i>	<i>76</i>
<i>Tab. 13 Složení směsí připravených při teplotním režimu 1 (T1).....</i>	<i>77</i>
<i>Tab. 14 Složení směsí připravených při teplotním režimu 2 (T2).....</i>	<i>77</i>
<i>Tab. 15 Složení směsí připravených při teplotním režimu 3 (T3).....</i>	<i>78</i>
<i>Tab. 16 DSC: Vyhodnocení <math>T_m</math> pro různé koncentrace mikrokapslí. ....</i>	<i>81</i>
<i>Tab. 17 Vyhodnocení tahové zkoušky .....</i>	<i>97</i>
<i>Tab. 18 Měřené tloušťky vzorku.....</i>	<i>105</i>
<i>Tab. 19 Vypočítané hodnoty koeficientu <math>A_1</math> a tepelné vodivosti <math>\lambda</math>.....</i>	<i>106</i>
<i>Tab. 20 Časy potřebné k tepelné změně od 30 do 40 °C pro tepelný režim T1 .....</i>	<i>108</i>
<i>Tab. 21 Časy potřebné k tepelné změně od 30 do 40 °C pro tepelný režim T2 .....</i>	<i>109</i>
<i>Tab. 22 Časy potřebné k tepelné změně od 30 do 40 °C pro tepelný režim T3 .....</i>	<i>111</i>

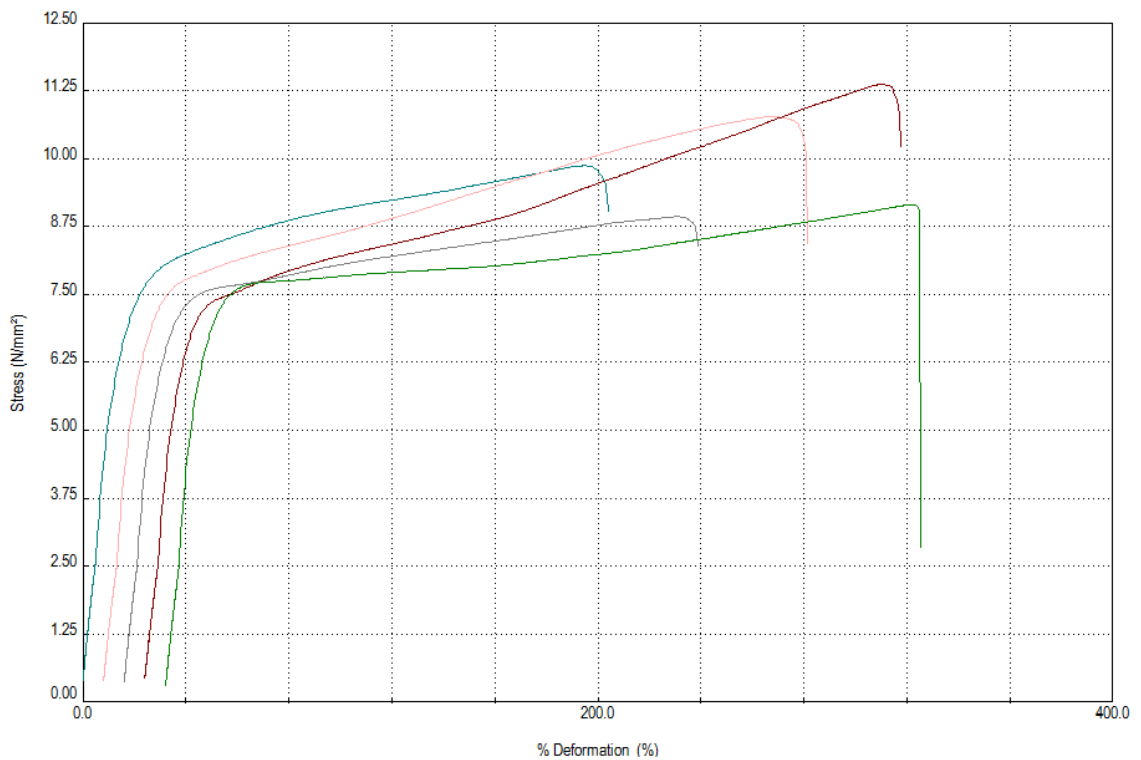
## SEZNAM PŘÍLOH

PŘÍLOHA P I: TAHOVÉ ZKOUŠKY

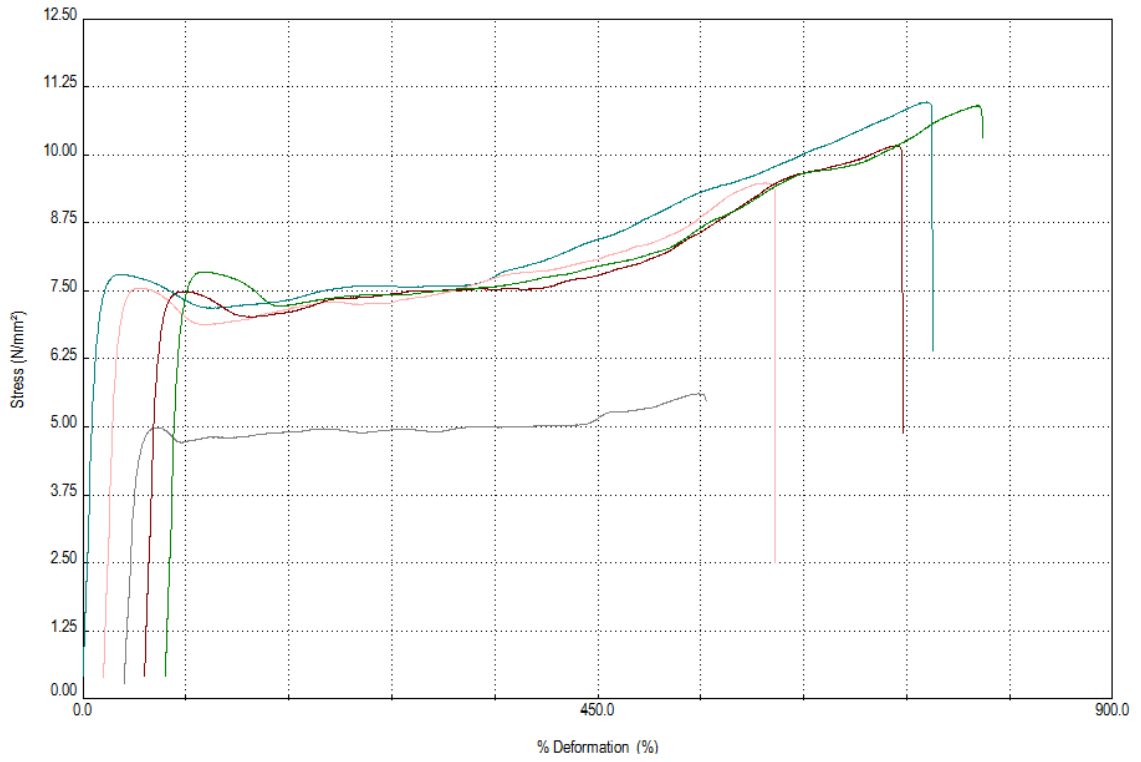
## PŘÍLOHA P I: TAHOVÉ ZKOUŠKY



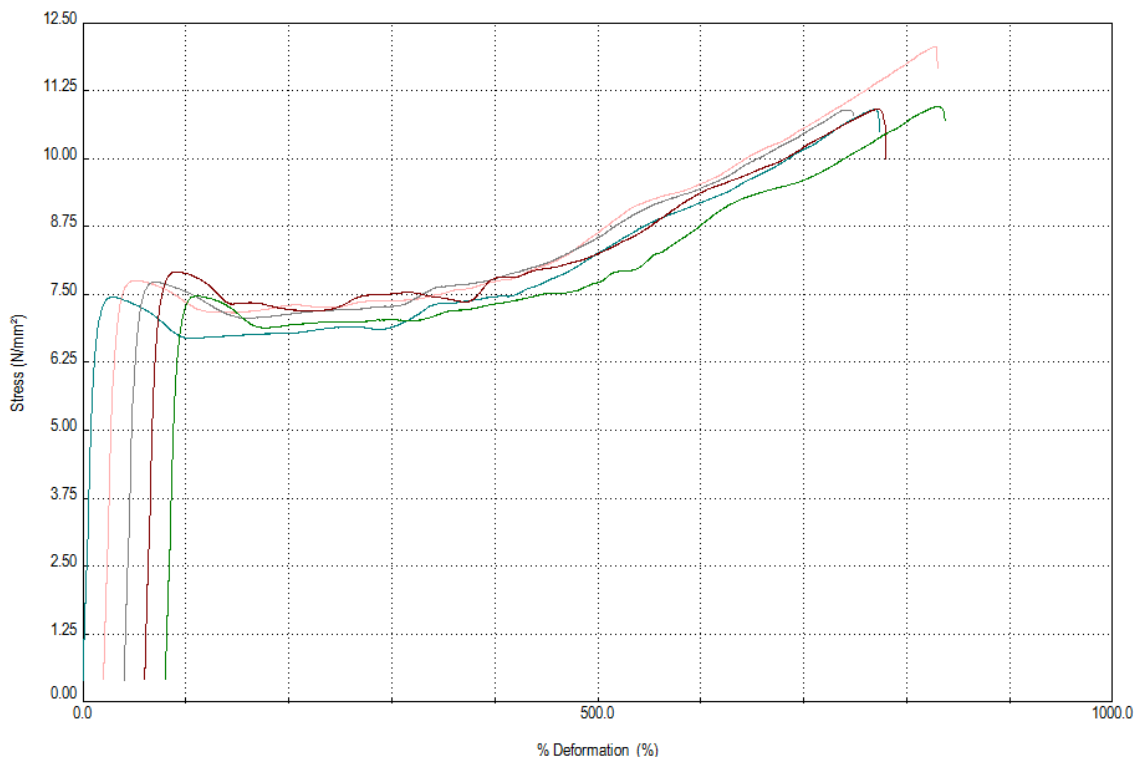
Obr. 88 Tahová zkouška: E/10M 1x T1



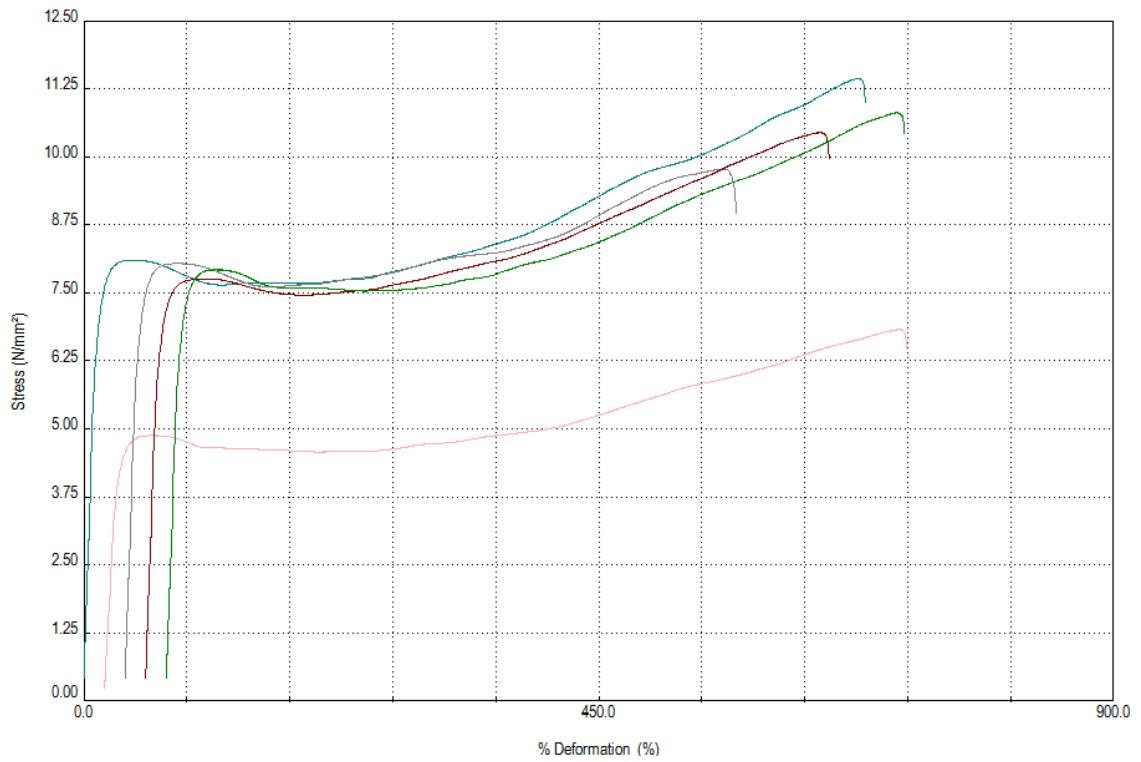
Obr. 89 Tahová zkouška: E/10M 2x T1



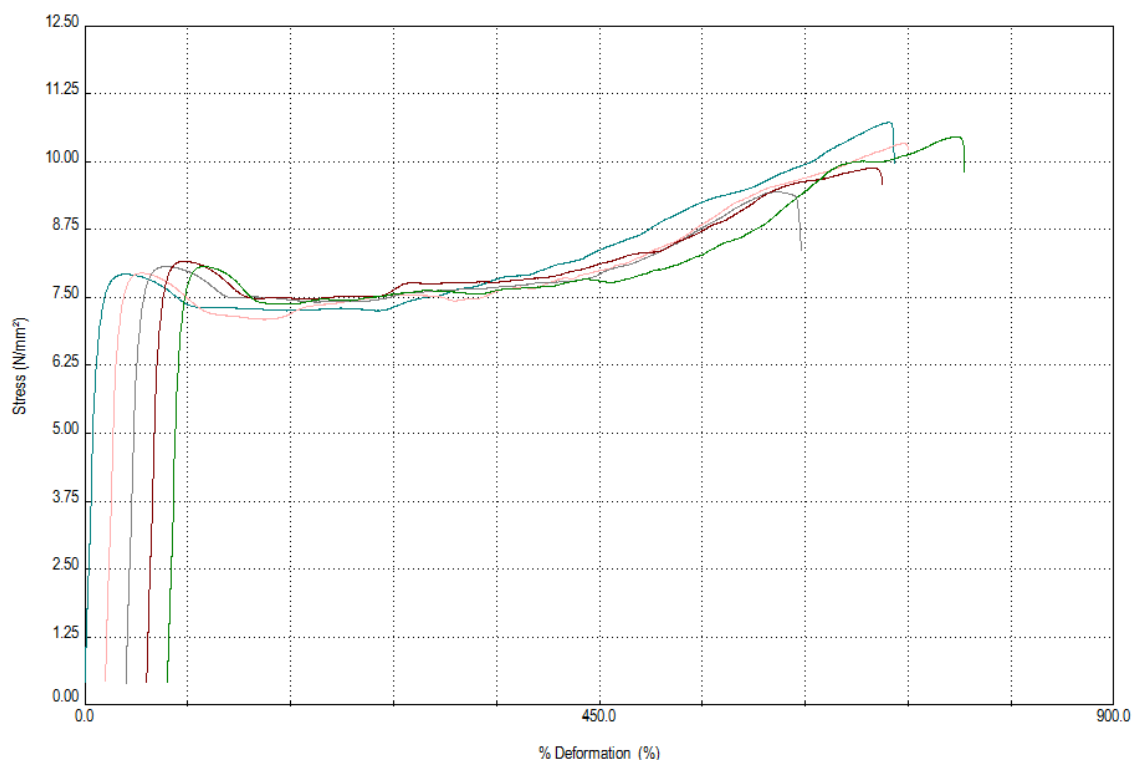
*Obr. 90 Tahová zkouška: E/30M 1x T1*



*Obr. 91 Tahová zkouška: E/30M 2x T1*

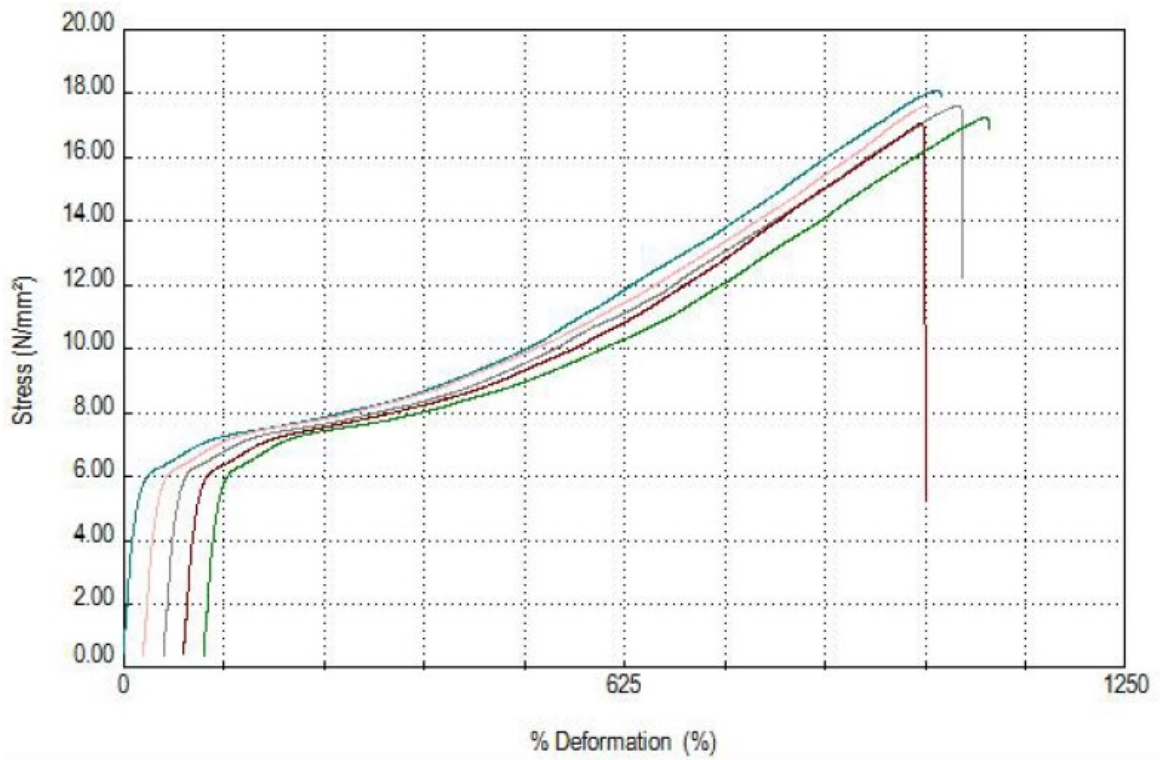


*Obr. 92 Tahová zkouška: E/30M + MMT 1x T1*

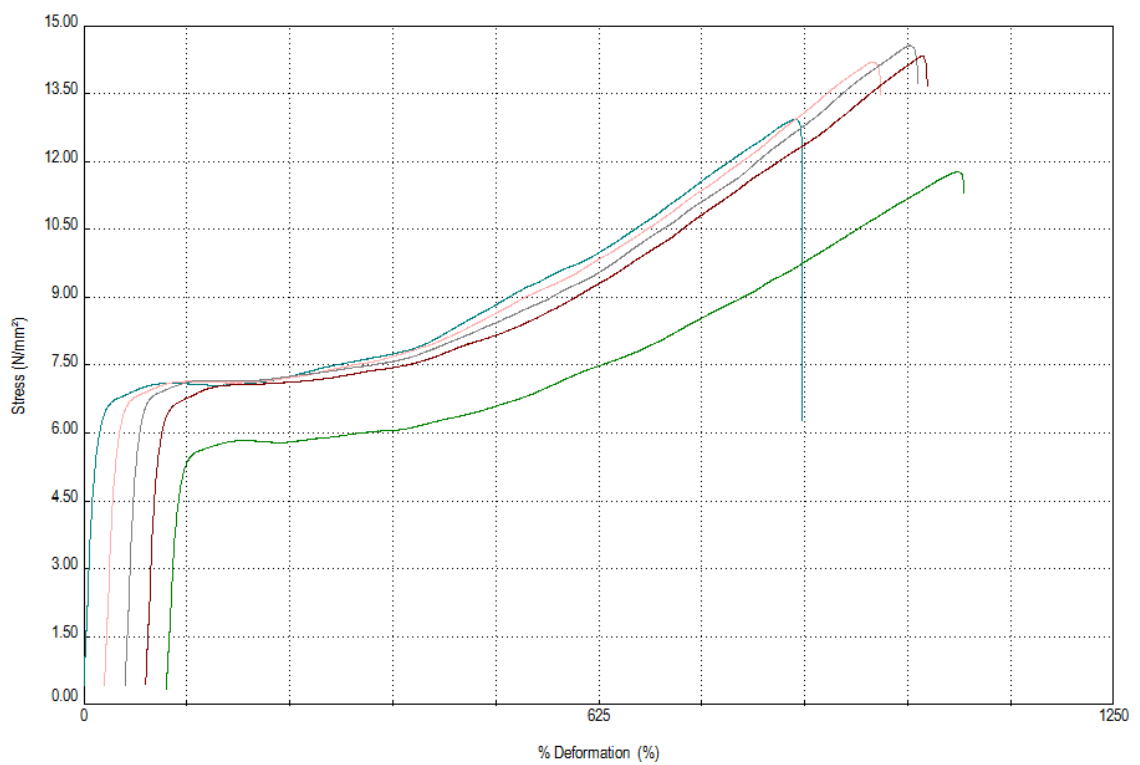


*Obr. 93 Tahová zkouška: E/30M + MMT 2x T1*

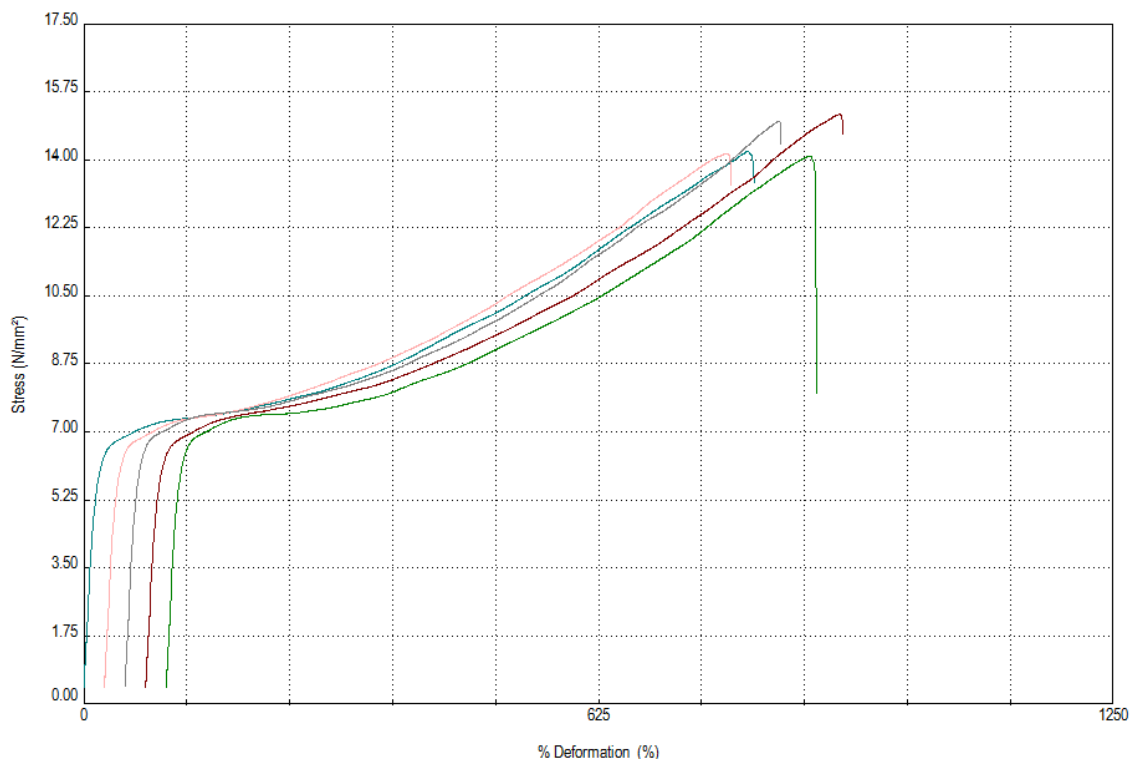




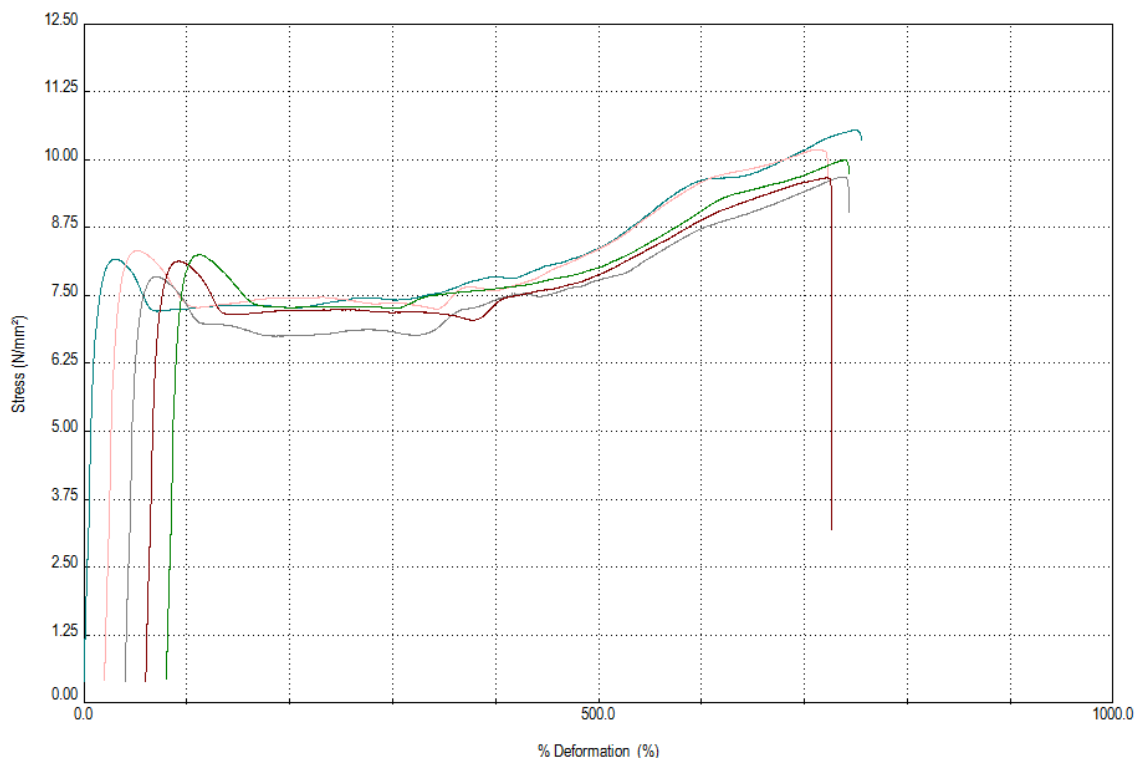
*Obr. 94 E T2*



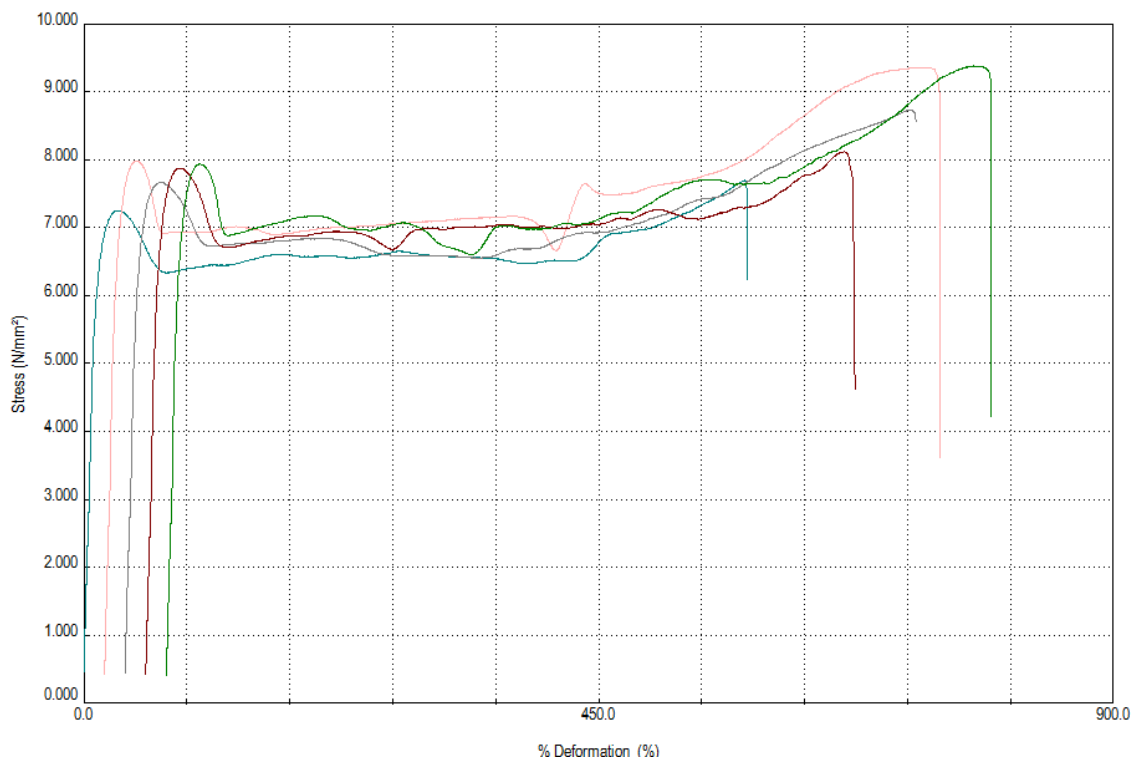
*Obr. 95 Tahová zkouška: E/10M 1x T2*



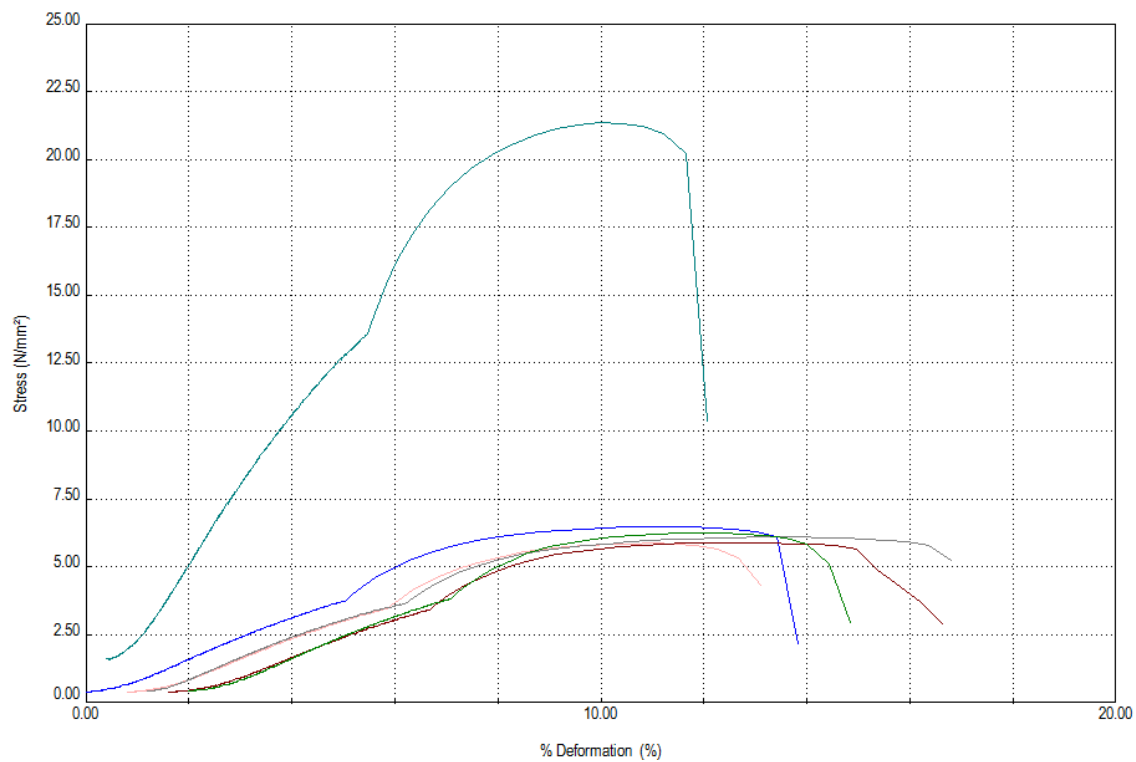
*Obr. 96 Tahová zkouška: E/10M 2x T2*



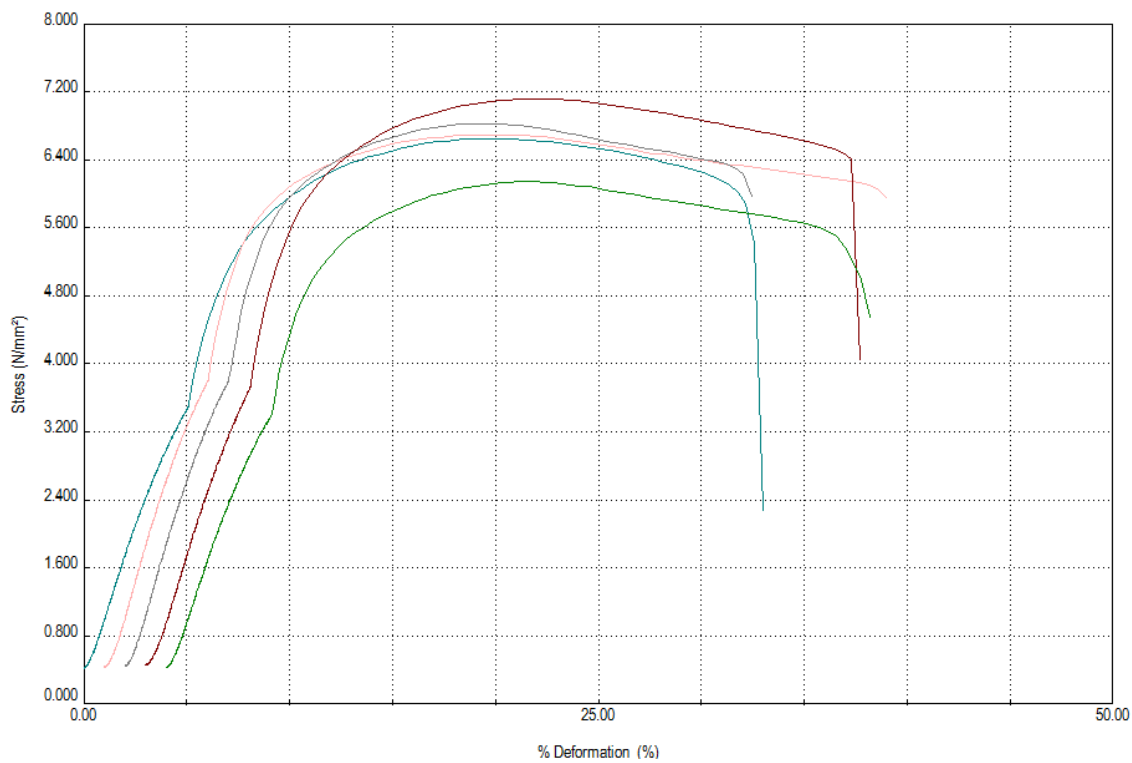
*Obr. 97 Tahová zkouška: E/30M 1x T2*



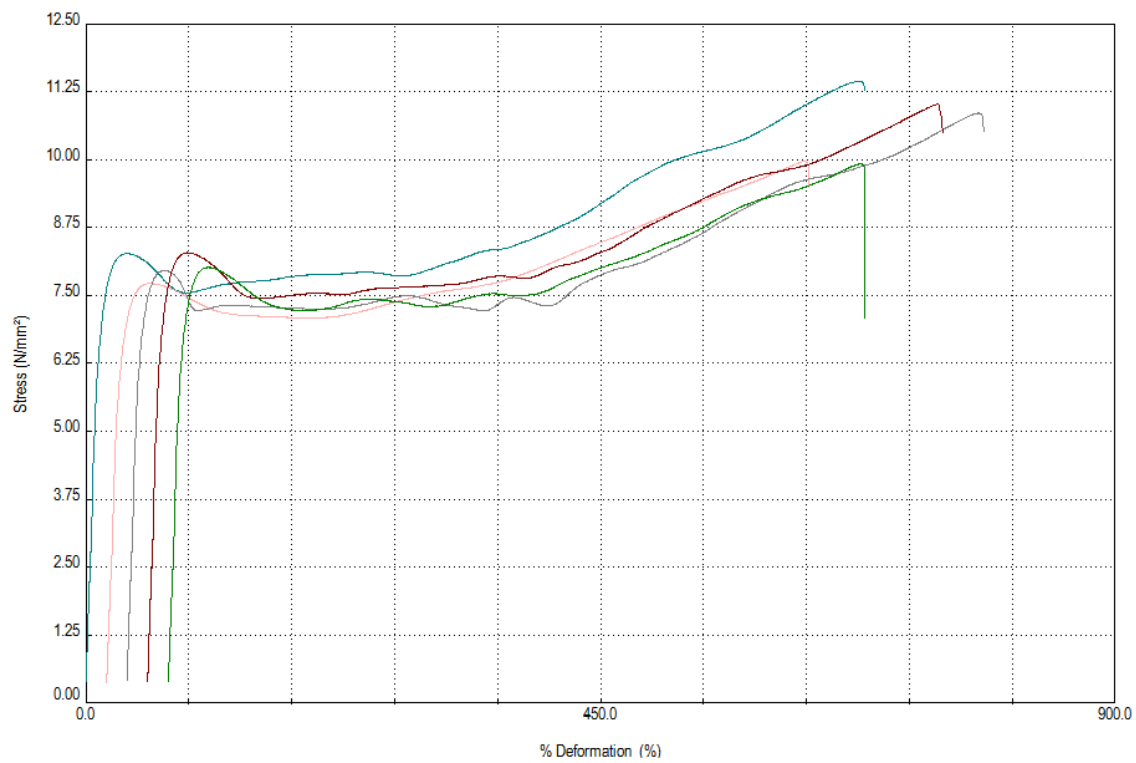
*Obr. 98 Tahová zkouška: E/30M 2x T2*



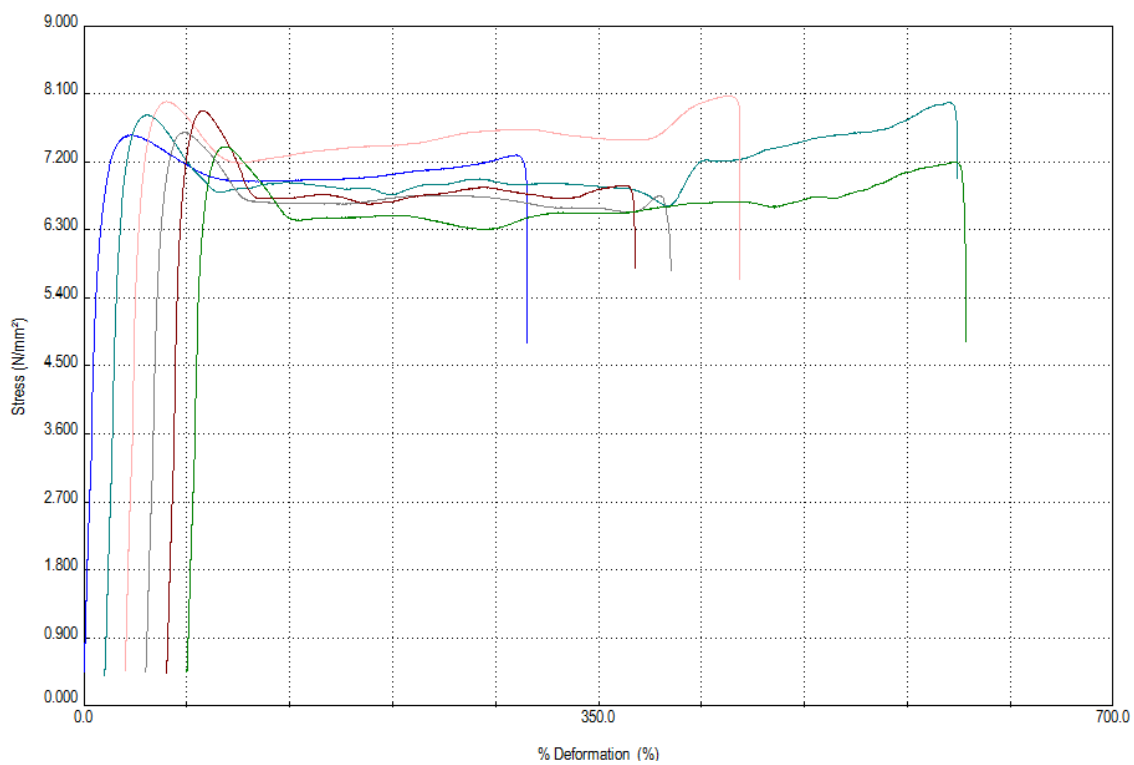
*Obr. 99 Tahová zkouška: E/50M 1x T2*



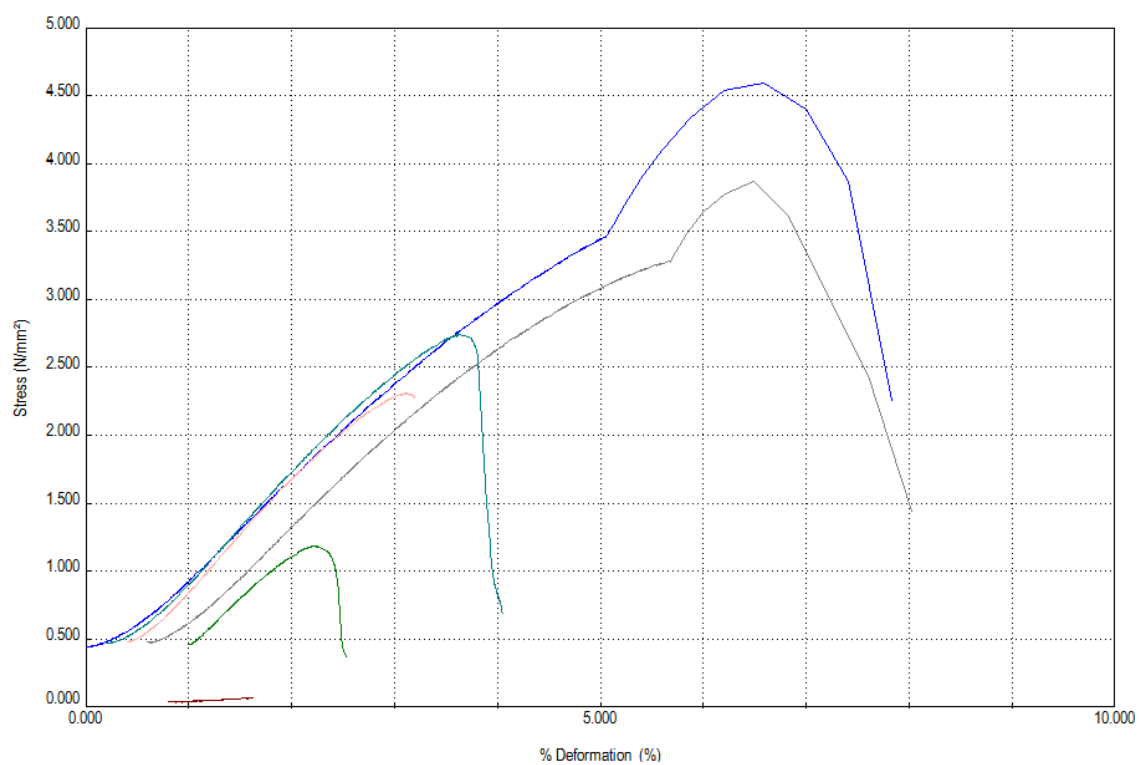
*Obr. 100 Tahová zkouška: E/50M 2x T2*



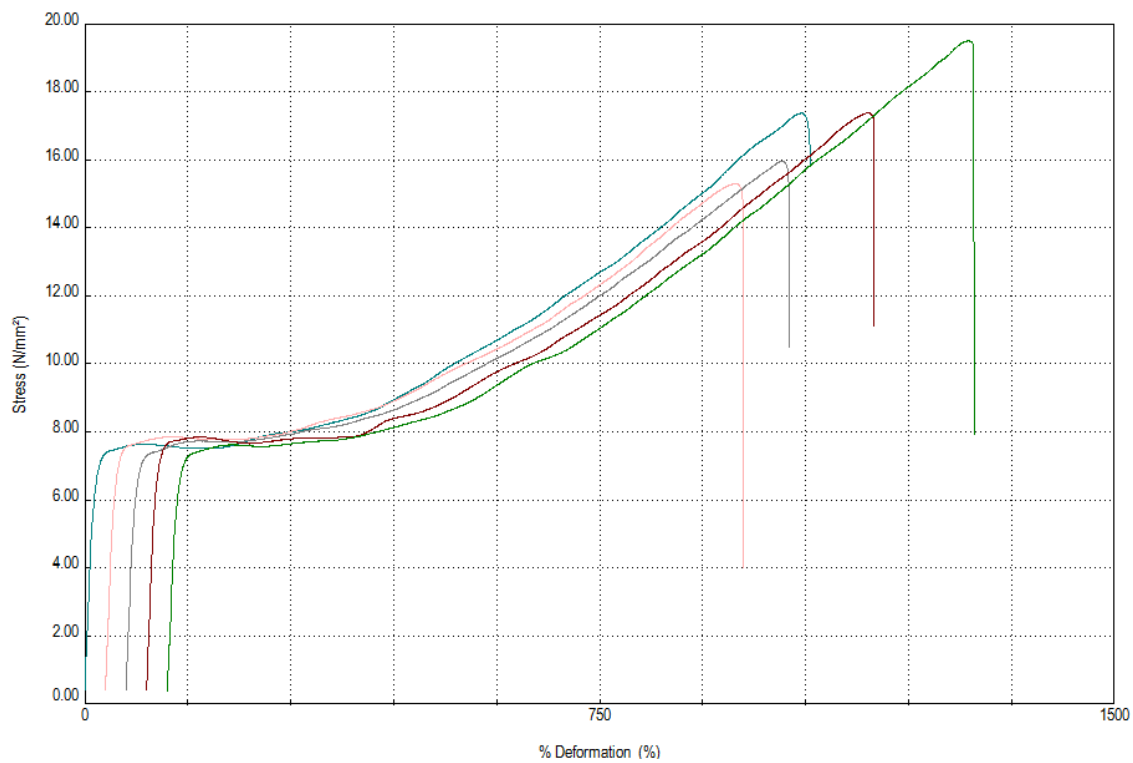
*Obr. 101 Tahová zkouška: E/30M +MMT 1x T2*



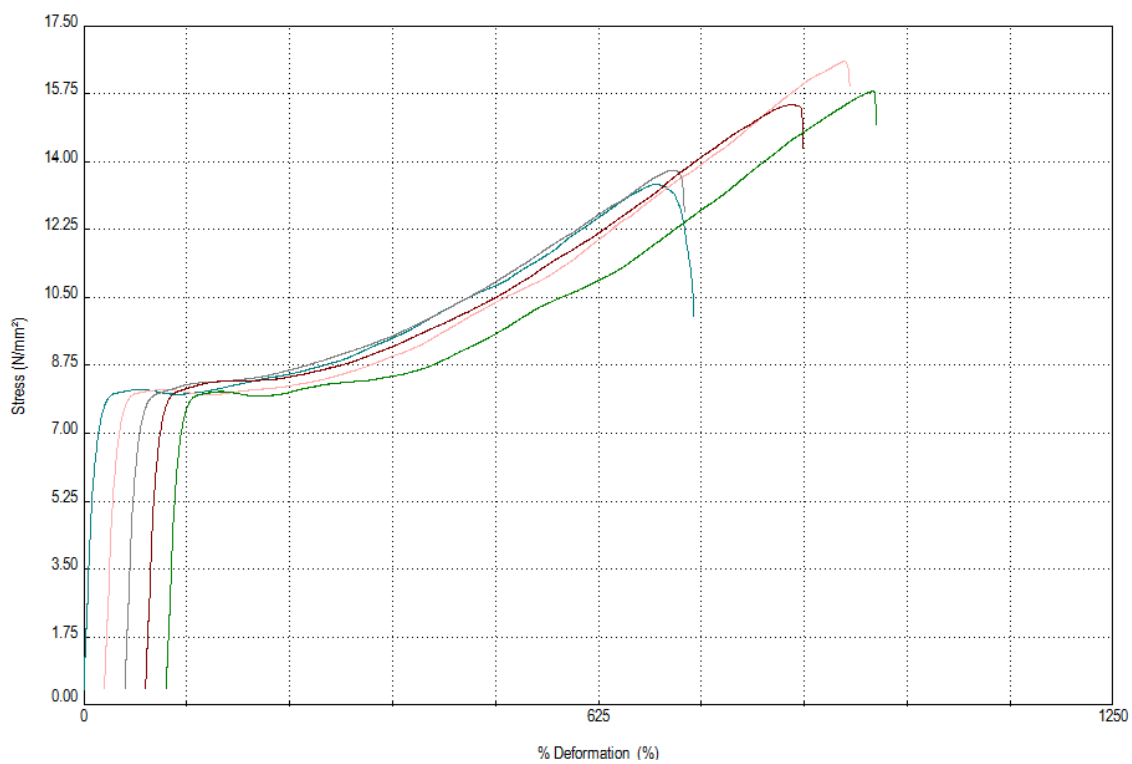
Obr. 102 Tahová zkouška: E/30M+MMT 2x T2



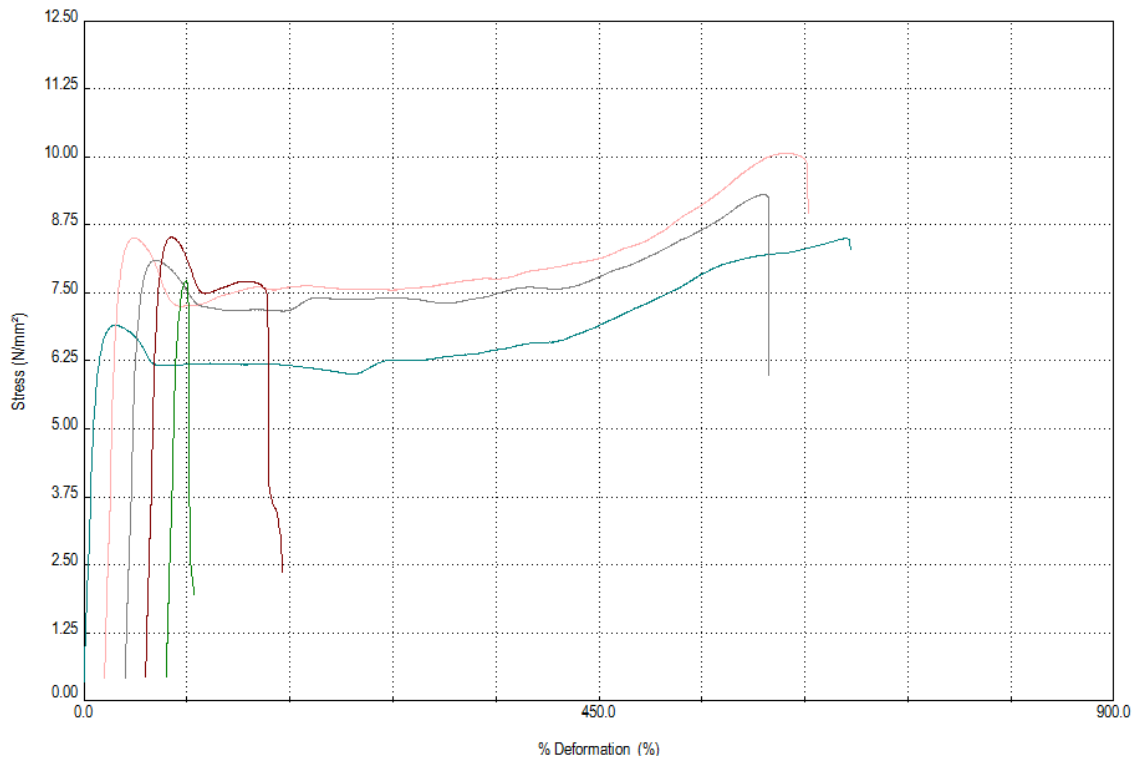
Obr. 103 Tahová zkouška: E/50M+MMT 1x T2



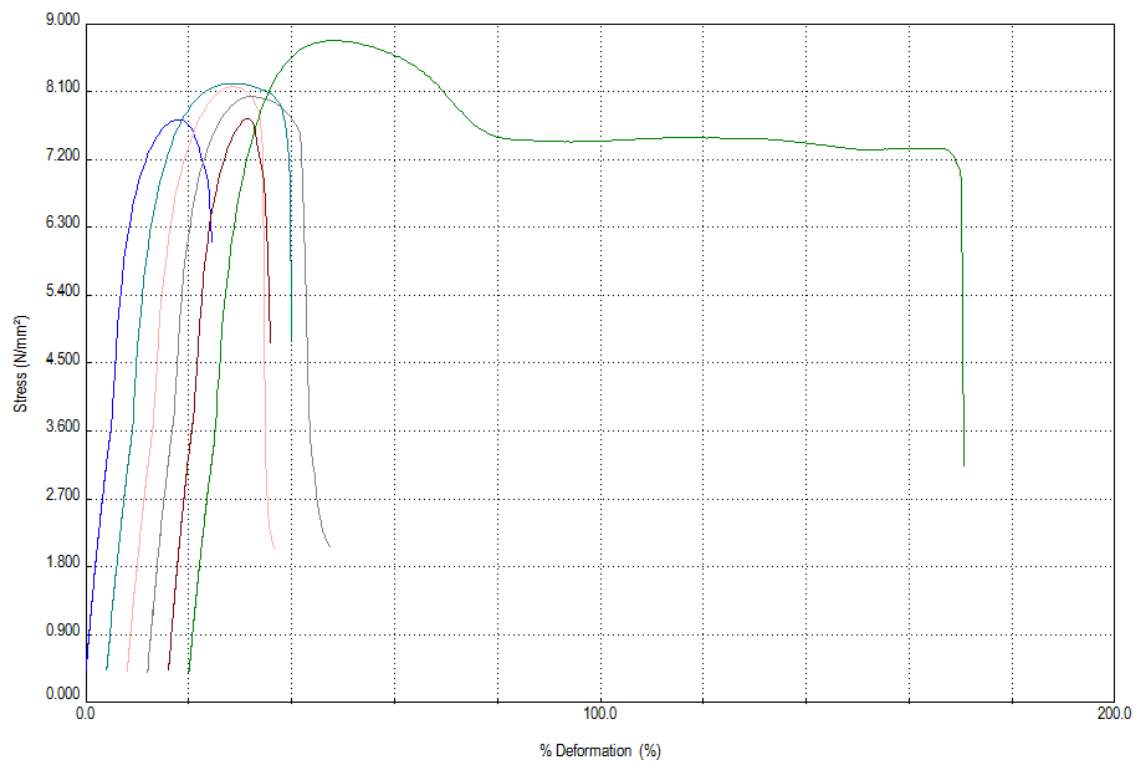
*Obr. 104 Tahová zkouška: E/10M 1x T3*



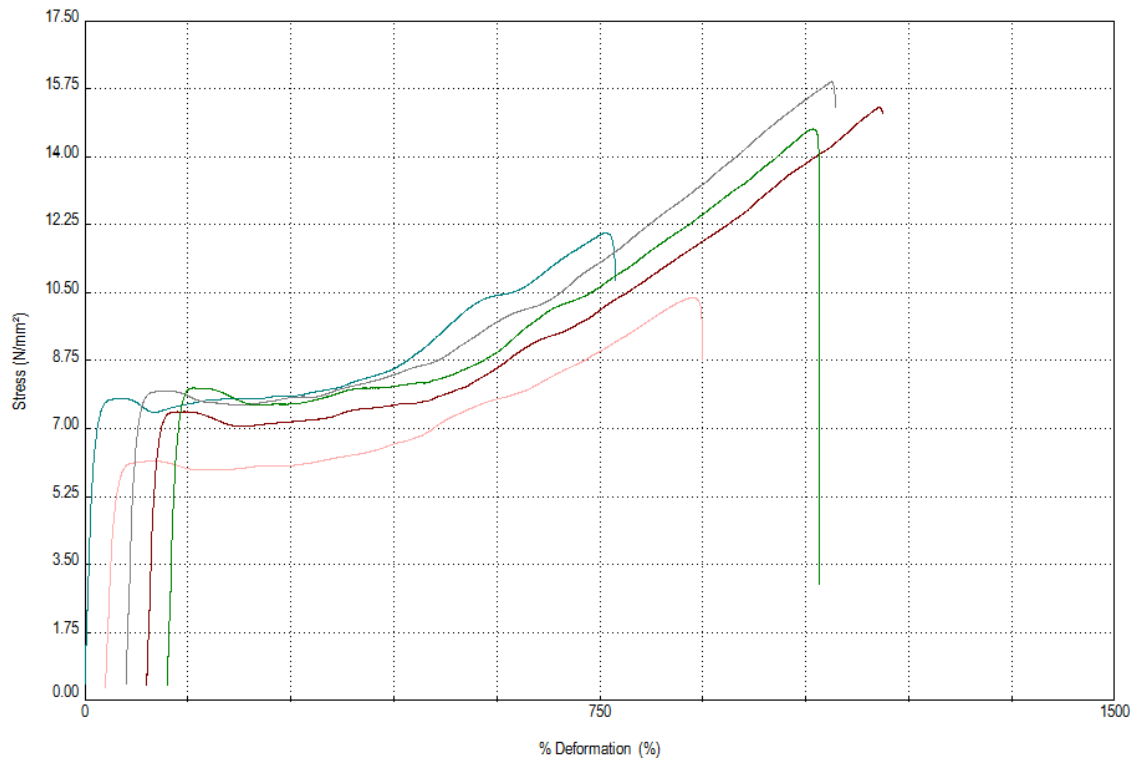
*Obr. 105 Tahová zkouška: E/10M 2x T3*



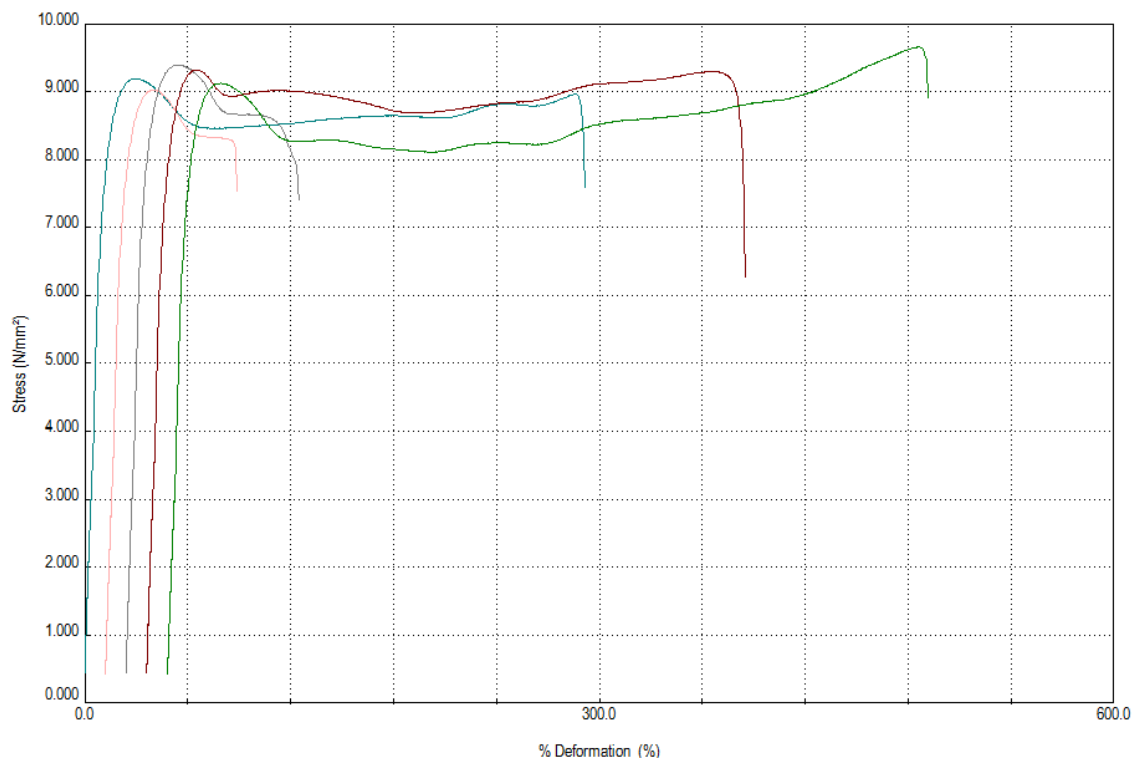
*Obr. 106 Tahová zkouška: E/30M 1x T3*



*Obr. 107 Tahová zkouška: E/30M 2x T3*



Obr. 108 Tahová zkouška: E/10M +MMT 2x T3



Obr. 109 Tahová zkouška: E/30M +MMT 2x T3