

Příprava mikrokapslí na bázi polystyrenu

Ing. Martina Urbášková

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:	Ing. Martina Urbášková
Osobní číslo:	T17764
Studijní program:	N2808 Chemie a technologie materiálů
Studijní obor:	Inženýrství polymerů
Forma studia:	Kombinovaná
Téma práce:	Příprava mikrokapslí na bázi polystyrenu

Zásady pro vypracování

1. Vypracujte literární rešerši na dané téma.
2. Připravte mikrokapsle na bázi polystyrenu.
3. Zhodnotte připravené materiály.

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

Seznam doporučené literatury:

1. N. Pan, G. Sun. Functional textiles for improved performance, protection and health, Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limite, 2011, p. 515, ISBN 978-1-84569-723-5 (print).
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. Q. Ashton Acton. Styrenes – Advances in research and application 2012 Edition, Atlanta, USA: ScholarlyEdition, 2012, p. 372, ISBN: 978-1-4649-9379–

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

Příjmení a jméno:

Obor:

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou 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 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užit své dílo – diplomovou/bakalářskou 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);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně

.....

1) zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevdělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

2) 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, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacího zařízení (školní dílo).

3) 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, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlíádne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Diplomová práce popisuje přípravu mikrokapslí na bázi polystyrenu pomocí metody suspenzní polymerace. Nejprve byly připraveny mikrokapsle o různých koncentracích použitých chemikálií. Měnila se koncentrace parafinového vosku, který je jedním z nejvíce používaných materiálů s fázovým přechodem a také se měnil druh a podíl použitého plniva.

Připravené mikrokapsle byly testovány metodou skenovací elektronové mikroskopie a diferenciální skenovací kalorimetrie. U jednotlivých vzorků byl následně vyhodnocen jejich vliv na morfologii, distribuci velikosti částic a jejich teplotní vlastnosti.

Klíčová slova: materiály s fázovým přechodem, mikroenkapsulace, mikrokapsle, montmorillonit, parafin, styren, suspenzní polymerace.

ABSTRACT

The diploma thesis describes preparation of microcapsules based on polystyrene using the method of suspension polymerization. First, microcapsules with different concentrations of the different chemicals were prepared. The concentration of paraffin wax, which is one of the most widely used phase transition materials, has changed, as has the type and proportion of filler used. Further, the prepared microcapsules were tested by scanning electron microscopy and differential scanning calorimetry. Next, the individual samples were evaluated for their effect on morphology, particle size distribution and their temperature properties.

Keywords: Phase Change Materials, Microencapsulation, Microcapsules, Montmorillonite, Paraffin Wax, Styrene, Suspension Polymerization.

Děkuji vedoucí diplomové práce Ing. Aleně Kalendové, Ph.D. za odborné vedení a cenné rady při psaní této práce.

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

OBSAH

ÚVOD.....	9
I TEORETICKÁ ČÁST.....	10
1 MATERIÁLY S FÁZOVÝM PŘECHODEM.....	11
1.1 POŽADAVKY NA MATERIÁLY S FÁZOVÝM PŘECHODEM	12
1.2 DRUHY MATERIÁLŮ S FÁZOVÝM PŘECHODEM	12
1.2.1 Organické materiály s fázovým přechodem.....	12
1.2.2 Anorganické materiály s fázovým přechodem.....	13
1.2.3 Eutektické materiály s fázovým přechodem	13
1.3 APLIKACE MATERIÁLŮ S FÁZOVÝM PŘECHODEM.....	14
1.3.1 Stavebnictví.....	14
1.3.2 Textilní průmysl	15
1.3.3 Lékařský průmysl.....	15
1.3.4 Elektronický průmysl	16
1.3.5 Automobilový průmysl	16
2 ENKAPSULACE MATERIÁLŮ S FÁZOVÝM PŘECHODEM.....	17
2.1 MAKROENKAPSULACE	17
2.2 MIKROENKAPSULACE.....	17
2.2.1 Mikrokapsle.....	17
2.2.2 Morfologie mikrokapsulovaného materiálu s fázovým přechodem.....	19
2.2.3 Fyzikální metody.....	20
2.2.4 Fyzikálně-chemické metody	20
2.2.5 Chemické metody.....	20
2.2.5.1 Suspenzní polymerace	20
2.3 NANOENKAPSULACE	22
II PRAKTICKÁ ČÁST	23
3 PŘÍPRAVA MIKROKAPSLÍ.....	24
3.1 POUŽITÉ CHEMIKÁLIE, APARATURA A PŘÍSTROJE.....	24
3.1.1 Chemikálie	24
3.1.1.1 Styren.....	24
3.1.1.2 Dibenzoylperoxid.....	25
3.1.1.3 Polyvinylpyrrolidon	26
3.1.1.4 Parafinový vosk	26
3.1.1.5 Montmorillonit.....	27
3.1.1.6 Methanol	27
3.1.2 Aparatura a přístroje.....	28
3.2 PRACOVNÍ POSTUP.....	28
3.3 CHEMISMUS A RECEPTURA	29
3.3.1 Chemismus.....	29
3.3.2 Receptura.....	29
3.4 CHARAKTERIZAČNÍ METODY	31
3.4.1 Skenovací elektronová mikroskopie	31

3.4.2	Diferenciální skenovací kalorimetrie	33
4	VÝSLEDKY A DISKUZE.....	35
4.1	CHARAKTERIZACE VZORKŮ S KONCENTRACÍ VOSKU 35 %	35
4.1.1	SEM analýzy vzorků s koncentrací vosku 35 %.....	35
4.1.2	Distribuce velikosti částic u vzorků s koncentrací vosku 35 %	41
4.1.3	DSC analýza vzorků s koncentrací vosku 35 %.....	42
4.2	CHARAKTERIZACE VZORKŮ S KONCENTRACÍ VOSKU 70 %	46
4.2.1	SEM analýzy vzorků s koncentrací vosku 70 %.....	46
4.2.2	Distribuce velikosti částic u vzorků s koncentrací vosku 70 %	52
4.2.3	DSC analýza vzorků s koncentrací vosku 70 %.....	53
5	SROVNÁNÍ 35 A 70% KONCENTRACE VOSKU	55
5.1	MIKROKAPSLE S PLNIVEM Na+.....	55
5.1.1	Distribuce velikosti částic u vzorků s plnivem Na+.....	55
5.1.2	DSC analýza vzorků s plnivem Na+	56
5.2	MIKROKAPSLE S PLNIVEM 15A	57
5.2.1	Distribuce velikosti částic u vzorků s plnivem 15A.....	57
5.2.2	DSC analýza vzorků s plnivem 15A	58
5.3	MIKROKAPSLE S PLNIVEM 20A	59
5.3.1	Distribuce velikosti částic u vzorků s plnivem 20A.....	59
5.3.2	DSC analýza vzorků s plnivem 20A	60
	ZÁVĚR	61
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	62
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	67
	SEZNAM OBRÁZKŮ	69
	SEZNAM TABULEK.....	71

ÚVOD

Diplomová práce je zaměřena na výrobu mikrokapslí na bázi polystyrenu. Jako jádro byl zvolen jeden z nejvíce používaných materiálů s fázovým přechodem (PCM), parafínový vosk. Jako materiály s fázovým přechodem je možné označit takové materiály, které při fázových přechodech umožňují ukládání a uvolňování energie. Nejčastějším fázovým přechodem je pevná látka–kapalina. K zapouzdření materiálu s fázovým přechodem se používá metody mikroenkapsulace. Podstatou této metody je vytvoření polymerní schránky kolem kapek nebo částic materiálu jádra. Vznikají kapsle mikroskopických rozměrů, kulovitého nebo nepravidelného tvaru, o velikosti 1 až 2000 mikrometrů. (Arshady, 1999)

Materiál se tímto způsobem upravuje z mnoha důvodů. Příkladem je např. regulace uvolňování zapouzdřeného materiálu do okolního prostředí, přeměna tekutin a lepkavých pevných látek na sypké látky, zvýšení stability materiálu v okolním prostředí nebo mísení nemísitelných materiálů. Technologie enkapsulace materiálů s fázovým přechodem tak nachází uplatnění v řadě průmyslových odvětví, například v průmyslu textilním, farmaceutickém, stavebním nebo energetickém. (Felcmanová, 2006)

Mezi metody mikroenkapsulace materiálů s fázovým přechodem patří například polymerace na rozhraní fází, polymerace in-situ, potahování, iontová želatinace, sušení rozprašováním, koacervace, suspenzní nebo emulzní polymerace. Suspenzní polymerace se řadí mezi nejčastěji používané metody k přípravě parafínových kapslí na bázi polystyrenu. (Giro-Paloma, 2016)

Cílem diplomové práce je vypracovat rešerši zabývající se problematikou mikrokapslí, připravit mikrokapsle na bázi polystyrenu a vosku v kombinaci s minerálními plnivými. Dále pak otestovat připravené materiály. U připravených mikrokapslí bude sledována morfologie mikrokapsle, distribuce velikosti částic získaných mikroenkapsulací pomocí skenovací elektronové mikroskopie a teplota tání materiálu jádra metodou diferenční skenovací kalorimetrie.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 MATERIÁLY S FÁZOVÝM PŘECHODEM

Materiály s fázovým přechodem jsou označovány jako PCM (Phase Change Materials). PCM je skupina materiálů, které jsou při fázovém přechodu schopné absorbovat, uskladnit a v případě potřeby uvolnit obrovské množství energie. (Jurkowska, 2016) Materiály s fázovým přechodem ukládají energii pomocí latentního (skrytého) tepla¹. Energie je uložena nebo uvolněna z PCM v průběhu fázové změny, tedy při tání materiálu nebo při jeho tuhnutí, které probíhá při téměř konstantní teplotě. Teplota materiálu se během samotné fázové změny nemění. V průběhu tavení PCM pomocí absorpce tepla vytváří chladicí efekt a při tuhnutí PCM uvolněním tepla ohřívají. Nevýhodou aplikace PCM je nutnost použití speciálních latentních tepelných zařízení pro výměnu tepla, které prodražují celý systém. (Jamekhorshid, 2014)

Existuje řada fázových přechodů:

- a) tání (pevná látka–kapalina),
- b) tuhnutí (kapalina–pevná látka),
- c) kondenzace (plyn–kapalina),
- d) vypařování (kapalina–plyn),
- e) sublimace (pevná látka–plyn),
- f) desublimace (plyn–pevná látka). (Gao, 2014)

Fázové přechody vypařování a sublimace se pro uchovávání energie z důvodu poněkud vysokého latentního tepla a velkého objemu plynu nevyužívají. Změny objemu způsobují nepraktičnost systému. Žádané je skladování energie s využitím latentního tepla pomocí fázového přechodu pevná látka–kapalina. Tento přechod disponuje relativně vysokou hustotou ukládání energie, kdy pro uložení určitého množství energie není potřeba velká hmotnost a velký objem materiálu jako u přechodu kapalina–plyn, pevná látka–plyn. (Gao, 2014)

¹ Jedním z nejběžnějších fázových přechodů je změna fáze mezi vodou a ledem, k níže dochází okolo 0 °C. Tající led absorbuje asi 335 kJ latentního tepla na 1 kilogram látky. Při zvýšení teploty vody o 1 °C, je absorbováno pouhých 4 kJ/kg měrného skupenského tepla. Z uvedeného pak vyplývá, že při fázové změně PCM je více energie ukládáno, příp. uvolňováno latentním teplem než měrným skupenským teplem. (Khan, 2017)

1.1 Požadavky na materiály s fázovým přechodem

Některé PCM disponují sklony k podchlazení, jiné mají tendenci fázově separovat nebo korodovat. Materiály s fázovým přechodem mají řadu vhodných, ale i nevhodných vlastností. Pro účely výběru nejvhodnější látky pro danou aplikaci existuje řada požadavků. Nejdůležitějším z nich je vysoká tepelná kapacita latentního tepla. (Fonseca, 2018; Vadhera, 2018)

Mezi fyzikální požadavky na materiály s fázovým přechodem patří nízký tlak par, vyhovující teplota fázové změny, malý stupeň podchlazení, velká entalpie přechodu, velká změna entalpie v blízkosti teploty použití, vysoká tepelná vodivost (jak kapalná, tak pevná fáze) a kompletní přeměna tuhnutí (tání) a bod tání v požadovaném rozsahu provozních teplot. (Jurkowska, 2016)

Při výběru je také důležité zohlednit chemické vlastnosti, kdy PCM by měly být dobře kompatibilní s ostatními použitými materiály, dlouhodobě chemicky stabilní, nehořlavé a netoxické. (Jurkowska, 2016)

Velkou roli hrají i požadavky na cenovou dostupnost a recyklovatelnost, které patří mezi ekonomické požadavky. (Jurkowska, 2016)

Dále je kladen důraz na kinetické vlastnosti jako je například dostatečná rychlost krystalizace. (Socaciu, 2012)

Tyto vlastnosti materiálu se odvíjí od druhu PCM, přičemž existují materiály s fázovým přechodem organické a anorganické. Organické materiály obecně výše uvedenými požadavky nedisponují, avšak mají řadu dalších výhod ve srovnání s anorganickým PCM, proto je důležité posuzovat vlastnosti PCM komplexně. (Giro-Paloma, 2016; Ondřejová, 2018)

1.2 Druhy materiálů s fázovým přechodem

1.2.1 Organické materiály s fázovým přechodem

Organické PCM mají vhodnou teplotu tání, poskytují stabilní fázové změny bez fázové separace, jsou obvykle nekorozivní, bez podchlazení (některé kapaliny zůstávají v kapalném stavu i pod jejich teplotou tání), chemicky a tepelně stabilní a recyklovatelné. Organické materiály mají menší latentní teplo, nižší měrné skupenské teplo a k přenosu tepla dochází pomaleji. Snížení kapacity ukládání latentního tepla lze odstranit přidáním zahušťovacích

prostředků. Organické PCM jsou hořlavé a při hoření může docházet ke vzniku toxických plynů. Změna objemu při fázovém přechodu bývá větší než u anorganických látek. V případě některých materiálů může docházet k termo-oxidačnímu stárnutí. Použitím vhodného antioxidantu může být nežádoucí tepelné oxidační stárnutí eliminováno. (Jurkowska, 2016; Khan, 2017; Ondřejová, 2018)

Do skupiny organických materiálů s fázovým přechodem dle klasifikace Sariera a Ondera patří:

- parafinové vosky,
- mastné kyseliny a jejich deriváty,
- polyalkoholy,
- polyethylenglykoly. (Gao, 2014; Ondřejová, 2018)

1.2.2 Anorganické materiály s fázovým přechodem

Pro anorganické materiály s fázovým přechodem je charakteristická obtížná enkapsulace. Důvodem je jejich rozpustnost ve vodě. Mezi další nevýhody těchto materiálů patří fázová segregace, koroze a nedostatečná tepelná stabilita. Tyto materiály se vyskytují v podchlazeném stavu a jsou chemicky a tepelně nestabilní. Při nízkých teplotách mají tendenci k mrznutí a za vysokých teplot jsou obtížně zpracovatelné. Velkou výhodou anorganických PCM je vysoké latentní teplo, vyšší entalpie fázové změny, nehořlavost a nízké náklady. Mezi anorganické druhy PCM se řadí solné hydráty, soli a kovy. (Rudecká, 2018)

1.2.3 Eutektické materiály s fázovým přechodem

Eutektické PCM představují kombinace chemických sloučenin. Tyto mohou být organicko-organické, anorganicko-anorganické nebo anorganicko-organické. Eutektické směsi lze rozdělit do tří skupin, a to podle hmotnostního poměru vody a soli na čisté eutektikum (takový poměr složek, při němž je teplota tuhnutí směsi nejnižší), podeutektickou směs a nadeutektickou směs. (Giro-Paloma, 2016; Ondřejová, 2018; Vadhera, 2018)

1.3 Aplikace materiálů s fázovým přechodem

Materiály s fázovým přechodem jsou vyvíjeny pro různé aplikace v mnoha odvětvích.

1.3.1 Stavebnictví

Jednou z významných oblastí využití PCM je stavebnictví, kde se používá pro skladování sluneční energie ke snížení nesouladu mezi poptávkou a dodávkou energie. (Khan, 2017) Dalším využitím solárních systémů je ohřev vody. Voda se během dne zahřívá v ohříváči, kde se teplo přenáší na PCM a to uchovává teplo tavením. Po západu slunce dochází k nahrazení horké vody vodou studenou, která získává energii z PCM při průchodu fázovou změnou kapaliny v pevnou látku. (Vadhera, 2018) Použitím materiálů s fázovým přechodem je možné zvýšit efektivitu vytápění a chlazení prostor v budovách. Mikroenkapsulované PCM může být zabudováno do betonů, panelů, sádkartonových desek nebo podlahových krytin. Aplikace PCM bez mikrokapsulace má negativní dopad na stavební materiály, příkladem je vysoká zásaditost, která ovlivňuje stabilitu PCM, snížení mechanické pevnosti betonu, vznik koroze, hořlavost. Ani použití makrokapsulovaného PCM se neukázalo být úspěšným. Důvodem je jeho špatná tepelná vodivost. PCM tuhne kolem okrajů makrokapsle a zabraňuje tak požadovanému přenosu tepla. (Alva, 2017)

Cabeza a kol. testovali betonovou směs na mechanickou pevnost a tepelné chování. Výsledkem bylo, že betonové stěny s mikroenkapsulovaným PCM ve srovnání s běžnými betonovými materiály vedly ke zvýšení tepelné setrvačnosti a nižším teplotám v místnosti. Ani po šesti měsících pozorování nebyly zpozorovány negativní dopady mikroenkapsulovaného PCM na mechanickou pevnost betonu. (Alva, 2017)

Lecompte a kol. zkoumali tepelné a mechanické vlastnosti maltových a betonových směsí s mikroenkapsulovaným PCM a následně je porovnávali s běžnými materiály. Došli k závěru, že stejné mechanické pevnosti jako je tomu u klasických modelů bez PCM je možné dosáhnout při objemové frakci mikroenkapsulovaného PCM nižší než 14,8 % v maltě a 8,6 % v betonu a zvýšením obsahu cementu ve směsi. (Ondřejová, 2018)

Erlbeck a kol. aplikací efektu tepelného stínění pomocí rovnoměrně rozloženého PCM v betonovém bloku zajistili pomalé zvyšování teploty bloku a úpravu tepelného chování obytných prostor v podobě snížení toku tepla do vnitřních prostor. (Erlbeck, 2018)

Bianco a kol. se zabývali karnaubským voskem v nátěrových hmotách. Výhodou karnaubského vosku je vysoká entalpie a vysoká teplota tání. Částičky materiálu vydržely vystavení 100 °C po dobu 1 hodiny bez jakýchkoliv volumetrických změn. (Paulo, 2019)

Lin a kol. přišli s novou konstrukcí elektrického podlahového topení s tvarově stabilizovaným PCM. Tato konstrukce přinesla uchování více než 50 % elektrické tepelné energie v období energetické špičky. (Jurkowska, 2016)

1.3.2 Textilní průmysl

Další důležitou oblastí je textilní průmysl, kde se PCM přidává do vláken pro zvýšení termoregulačních účinků oblečení, čímž dochází ke zvýšení komfortu při nošení. Základní funkcí textilie s PCM je zajistit, aby bylo lidské tělo chráněno před změnami teplot a zůstalo v relativně stabilní teplotě ve vztahu k okolí. Kapsle PCM se používají např. do outdoorového oblečení z důvodu ochrany před extrémně chladným počasím. Textilie s obsahem PCM pomáhají i s bojem proti přehřátí. PCM se přidává do textilie konstruované pro kosmonauty, čímž se snižuje dopad obrovských teplotních změn ve vesmíru. (Jurkowska, 2016; Lin, 2018)

Shaid a kol. připravili textilie s PCM pro výrobu obleků určených k vysoké teplotní expozici. Příkladem jsou protipožární oděvy hasičů, do kterých je přidávána vrstva PCM za účelem zvýšení doby vzniku popálenin druhého stupně, dále ochranné oděvy pro jezdce závodních automobilů nebo oděvy pro letce bojových stíhacích letadel. (Fonseca, 2018)

1.3.3 Lékařský průmysl

Neméně významnou oblastí použití je lékařský průmysl, kdy se PCM používá k ohřevu, případně chlazení operačních stolů, skladování a přepravě biomedicínských výrobků, horké či studené terapii. Dále je možné použít PCM pro tepelnou ochranu zdravých tkání během kryo-operace. Využití PCM nachází i při snížení maximální teploty polymerace akrylového cementu z 67 °C na 45 °C, aniž by došlo ke snížení mechanických vlastností cementu. Použití kostního cementu se pak stává pro pacienta bezpečnější. (Jurkowska, 2016; Milián, 2017; Vadhera, 2018)

1.3.4 Elektronický průmysl

PCM jsou uplatnitelné také v oblasti elektroniky. Liu a kol. vynalezli mikroaktuátor s indukčním ohřevem, který je tvořen PCM kompozitem, jenž se skládá z parafinového vosku, částic niklu a expandovaného grafitu. (Liu, 2018)

1.3.5 Automobilový průmysl

Jako poslední uvedená, ne však konečná, je aplikace PCM v automobilovém průmyslu, a to ke snížení emisí ze spalovacích motorů při startu za studena, k chlazení motoru a tepelné pohodě uvnitř vozidla. (Farid, 2004)

2 ENKAPSULACE MATERIÁLŮ S FÁZOVÝM PŘECHODEM

Nejvíce používaný fázový přechod je pevná látka–kapalina a při této změně fáze může dojít k úniku materiálu PCM v kapalně fázi. Zabránit tomuto úniku lze zapouzdřením PCM do pevného pláště. (Heinz, 2006)

Z hlediska konečné velikosti připravovaných kapslí je možné se setkat se třemi způsoby zapouzdření, a to makroenkapsulace, mikroenkapsulace a nanoenkapsulace. (Peanparkdee, 2016)

2.1 Makroenkapsulace

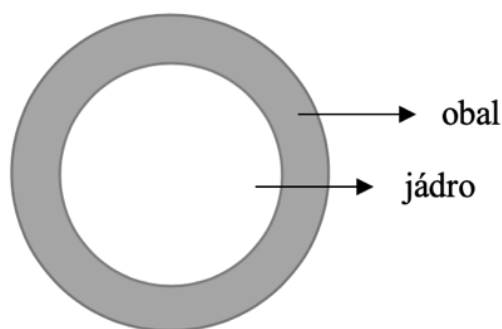
Průměr výsledných částic je větší než 2 mm. Makroenkapsulace představuje zapouzdření materiálu jádra PCM do velkoobjemového obalu (jako jsou trubky, panely, sáčky). Tyto výrobky pak slouží jako výměníky tepla nebo jsou začleněny do stavebních prvků, přičemž PCM musí být zapouzdřen, aby nedocházelo k nepříznivému ovlivňování funkce konstrukčního materiálu. Tento druh enkapsulace však není v praxi příliš využíván a ani literatura ho moc nezmiňuje. (Arshady, 1999; Socaciu, 2012)

2.2 Mikroenkapsulace

Mikroenkapsulace představuje zapouzdření malých částic kapalin, tuhých látek nebo plynů přírodním nebo syntetickým polymerem, kdy výsledkem je mikrokapsle. (Peanparkdee, 2016)

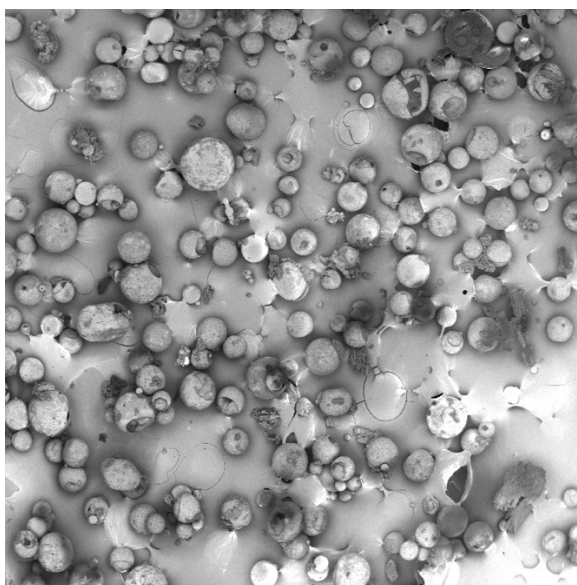
2.2.1 Mikrokapsle

Mikrokapsle (nazývané též mikrosféry) jsou malé částice s průměrem 1 až 2000 μm , které sestávají ze dvou částí, a to z jádra (drobné částice nebo kapičky PCM) a polymerní stěny (obrázek 1) nebo PCM uloženým v homogenní, příp. heterogenní matrici. (Arshady, 1999; Fashandi, 2017; Ondřejová 2018)



Obrázek 1: Schéma mikro kapsle

Pro polymerní stěnu se používá také označení obal, plášť, slupka, skořápka, nosič, enkapsulant. Na obrázku 2 jsou zobrazeny mikro kapsle. Tento snímek je získán metodou skenovací elektronové mikroskopie (SEM).

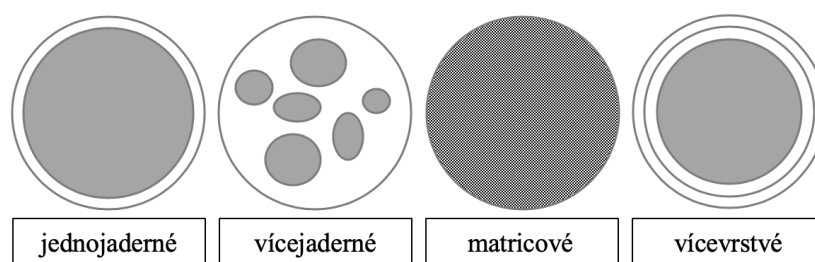


Obrázek 2: SEM fotografie mikro kapslí

Důvodem mikroenkapsulace je chránit jádro mikro kapsle před environmentálními vlivy, jako je světlo, teplo, vlhko, ochrana PCM před únikem ze systému nebo řízené uvolňování léčiv. Mikroenkapsulace také usnadňuje manipulaci s PCM. Dále mikroenkapsulace chrání PCM před degradací, korozí, snižuje reaktivitu, zlepšuje tepelné vlastnosti a umožňuje jádru zvládnout změny objemu během fázové přeměny. (Pan, 2011; Peanparkdee, 2016)

2.2.2 Morfologie mikrokapsulovaného materiálu s fázovým přechodem

Na základě vlastností materiálu jádra, stěny kapsle a na zvoleném mikroenkapsulačním procesu lze mikrokapsle rozdělit na jednojaderné, vícejaderné, matricového typu, vícestěnné (obrázek 3). Jednojaderné mikrokapsle mají kulovitý tvar a jsou tvořeny spojitým jádrem a spojitou stěnou. Vícejaderné mikrokapsle obsahují řadu malých kapiček tvořených nepravidelným jádrem. U matricového typu mikrokapsle je jádro homogenně distribuováno do stěny obalového materiálu. V praxi se lze setkat i s vícevrstevnou mikrokapslí. (Das, 2011; Ghosh, 2006)



Obrázek 3: Morfologie mikrokapslí

Podíl materiálu jádra v kapsli je obvykle mezi 20–95 hmot.%. Poměr jádra ke slupce má významný vliv na tepelnou stabilitu zapouzdřeného PCM. Následkem většího poměru jádra je slabá slupka. S rostoucím podílem jádra vůči plášti roste kapacita pro ukládání tepla. (Salunkhe, 2012)

Výběr materiálu pláště a stejně tak i výběr materiálu jádra závisí na tom, jak a k čemu bude mikroenkapsulovaný materiál používán. Mikroenkapsulovaný PCM musí být kompatibilní jak s pláštěm kapsle, tak s matricí. Materiál vhodný pro plášť by měl být schopen vytvořit tenký film, musí disponovat pružností, pevností, nepropustností, dále by měl být chemicky inertní (neměl by chemicky reagovat s PCM) a také chemicky stabilní, s minimální pórovitostí. Důležitým aspektem je i vysoká tepelná vodivost a tepelná stabilita materiálu pláště. Plášť by měl zabránit úniku PCM při teplotách nad teplotou tání PCM. (Alva, 2017)

Z hlediska metody přípravy kapslí se rozlišuje fyzikální, fyzikálně-chemický a chemický způsob zapouzdření.

2.2.3 Fyzikální metody

Ve farmaceutickém průmyslu se používá proces potahování. Další metodou je potahování vzdušnou suspenzí. Výhodou metody je, že ve srovnání s prostým potahováním lze měnit dobu potahování jádra. Mezi další fyzikální metody patří odstředivé vytlačování, nebo tzv. kapková metoda za použití vibrační trysky, sušení rozprašováním a emulzifikační metoda. (Rudecká, 2018)

2.2.4 Fyzikálně-chemické metody

Z fyzikálně-chemických způsobů enkapsulace se používá iontová želatinace, koacervace a metoda sol-gel. (Rudecká, 2018)

2.2.5 Chemické metody

Mezi nejdůležitější chemické metody patří polymerace in-situ, polymerace na rozhraní fází, emulzní a suspenzní polymerace a také polykondenzace. (Giro-Paloma, 2016)

K přípravě parafinových kapslí na bázi polystyrenu se nejběžněji používá metoda suspenzní polymerace. (Giro-Paloma, 2016)

2.2.5.1 *Suspenzní polymerace*

Suspenzní polymerace je procesem, kdy monomer (resp. jejich směs) je s obsahem iniciátoru dispergován ve vodné fázi, případně vodných roztocích anorganických solí. Velikost dispergovaných kuliček monomeru je dána viskozitou vodné fáze, intenzitou míchání, geometrií míchadla a teplotou. Každá z kuliček monomeru je malým reaktorem, ve kterém probíhá polymerace. Převod polymeračního tepla do vodné fáze je díky velkému povrchu velmi snadný, a proto nedochází k přehřátí středu kuliček. Dobrý přestup tepla zajišťuje také nízká viskozita vodné fáze. Viskozitu vodné fáze a tím pádem tedy i velikost kuliček monomeru ovlivňuje přidání stabilizátorů suspenze (polyvinylalkohol, želatina aj.), jejichž koncentrace by neměla přesahovat 0,1 hmot.% vodné fáze. Přídavné látky kromě vlivu na velikosti kuliček zabraňují seskupení kapiček monomeru a slepování polymerních částic, ve které se kapičky monomeru v průběhu polymerace přeměňují. Při dobře zajištěné stabilizaci suspenze má polymer podobu pravidelných částic – perliček (proto je suspenzní polymerace někdy označovaná jako perličková). Nevýhodou suspenzní polymerace je obtížené odstraňování zbytků stabilizátoru z povrchu hotového polymeru. Stabilizátory ve výsledném polymeru

nepříznivě ovlivňují především optické vlastnosti polymeru. Při suspenzní polymeraci se izolace polymeru provádí filtrací nebo odstředěním. (Brožek, 2009; Giro-Paloma, 2016; Prokopová, 2007)

Pro suspenzní polymeraci jsou vhodné takové monomery, které se nemísí s vodou nebo u nichž nedochází k rychlé hydrolyze. Suspenzní polymerace je nevhodná pro přípravu polymerů s nízkou hodnotou teploty skelného přechodu (T_g), u kterých je sklon ke shlukování polymerních částic (např. elastomery). Pro suspenzní polymeraci prováděnou v laboratořích je vhodný styren, metylmetakrylát a vinylacetát. Tyto monomery umožňují přípravu polymerů při teplotách kolem 60 °C bez použití tlakových zařízení. (Prokopová, 2007)

Průměr výsledných mikrokapslí \bar{d} je dán rovnicí 1.

Rovnice 1: Průměr výsledných částic \bar{d}

$$\bar{d} = k * \frac{D_v R \vartheta_d \varepsilon}{D_s N^2 \vartheta_m C_s}$$

kde k jsou parametry (typ uspořádání zařízení, typ míchadla, samostabilizace),

D_v (m) průměr nádoby,

R objemový podíl monomerní fáze,

ϑ_d (cP) viskozita reakční směsi,

ε (N.m⁻¹) mezifázové napětí mezi dvěma nemísitelnými fázemi,

D_s (m) průměr míchadla,

N (m.s⁻¹) změna rychlosti míchání,

ϑ_m (cP) viskozita vodní fáze,

C_s (kg.m⁻³) koncentrace iniciátoru. (Arshady, 1992)

Metodu suspenzní polymerace aplikovali Sánchez a kol. při zapouzdření nepolárních PCM do pláště z polystyrenu. Sánchez a kol. zkoumali jakou mírou ovlivňuje intenzita míchání, reakční teplota a hmotnostní poměr parafínu ke styrenu výsledné tepelné vlastnosti mikrokapslí. (Sánchez, 2007; Sánchez 2008; Sánchez 2010)

Tento proces byl také použit Borreguerem a kol. při mikroenkapsulaci PCM pro aplikaci v sádře. Cílem jejich zkoumání bylo zlepšení tepelné izolace sádky přidáním mikroenkapsulovaného PCM. (Giro-Paloma, 2016)

Skupina vědců kolem Ma, G. H. provedla mikroenkapsulaci hexadekanu do pláště tvořené směsí N,N-dimethylaminoethyl metakrylátu a styrenu suspenzní metodou polymerace. Experimentem bylo zjištěno, že nedochází k úplnému zapouzdření hexadekanu v případě, kdy je použito malé množství monomeru. (Ma, 2003)

2.3 Nanoenkapsulace

Technologický pokrok posunul hranice použitelnosti PCM materiálů a umožňuje zapouzdření PCM o velikosti nanometrů. Výzkumný tým kolem Sukhorukova zjistil, že nanokapsle o velikosti 10 nm jsou méně deformovatelné při použití stejné síly než mikrokapsle o velikosti 10 μm . (Sukhorukov, 2005)

Wang a kol. provedli nanoenkapsulaci kyseliny stearové do PMMA metodou emulzní polymerace iniciované ultrafialovým zářením a následně zkoumali vliv parametrů na distribuci velikosti částic nanokapslí PCM a jejich tepelné vlastnosti. (Wang, 2014)

Mohammadi a kol. testovali tepelné chování nanoenkapsulovaného butylpalmitátu při použití v sádko-kartonáži. (Mohammadi, 2016)

II. PRAKTICKÁ ČÁST

3 PŘÍPRAVA MIKROKAPSLÍ

Pomocí suspenzní polymerace byly připraveny mikrokapsle na bázi polystyrenu a vosku v kombinaci s minerálními plnivy.

U mikrokapslí byly sledovány tyto charakteristiky:

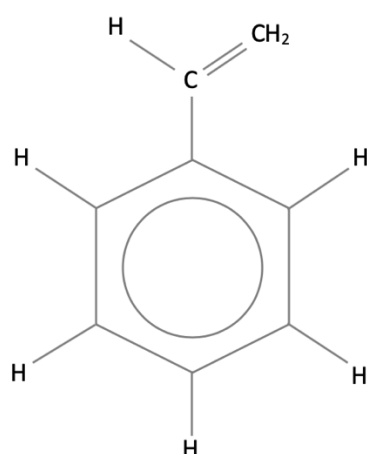
- morfologie mikrokapsle,
- distribuce velikosti částic získaných mikroenkapsulací pomocí SEM analýzy a
- teplota tání materiálu jádra metodou DSC.

3.1 Použité chemikálie, aparatura a přístroje

3.1.1 Chemikálie

3.1.1.1 Styren

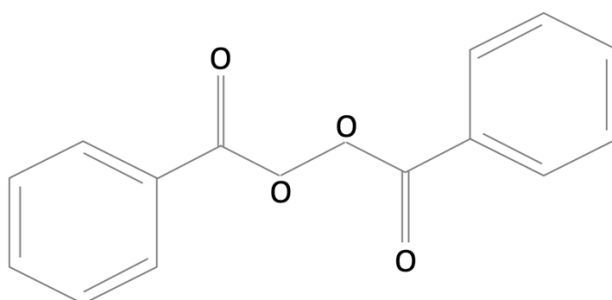
Pro výrobu pláště mikrokapsle byl použit styren (St), C_8H_8 . Styren, jakožto bezbarvá až nažloutlá těkavá kapalina s pronikavě nasládlým zápachem, molární hmotností 104,15 g/mol a hustotou 0,909 g/cm³. Teplota tání styrenu je při $-30\text{ }^\circ\text{C}$ a teploty varu dosahuje při $145\text{ }^\circ\text{C}$. Styren je obtížně rozpustný ve vodě a dobře rozpustný v organických rozpouštědlech (alkoholy, aceton, ethery, sirouhlík). Styren na vzduchu podléhá oxidaci. Během procesu oxidace vznikají peroxidy, které fungují spolu se silnými kyselinami, světlem, teplem a tlakem jako katalyzátor polymerizace. Aby se oxidaci zabránilo, je důležité styren stabilizovat přidáním inhibitorů. (Harte, 1991)



Obrázek 4: Strukturální vzorec styrenu

3.1.1.2 Dibenzoylperoxid

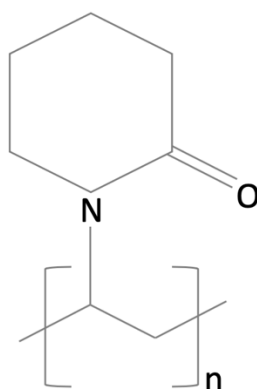
Jako iniciátor polymerace byl v laboratorním měření použit dibenzoylperoxid (PBO), $C_{14}H_{10}O_4$. Dibenzoylperoxid je bílý prášek s molární hmotností 242,23 g/mol, hustotou 1,334 g/cm³ a teplotou tání 103–105 °C. Dibenzoylperoxid se používá jako iniciátor při polymerizaci plastů, k léčbě akné pro svůj keratolytický účinek nebo jako oxidační látka při bělení mouky. Dibenzoylperoxid je ve vodě nerozpustný, naopak rozpustný je v benzenu, acetonu, éteru a chloroformu. (Kratochvíl)



Obrázek 5: Strukturální vzorec dibenzoylperoxidu

3.1.1.3 Polyvinylpyrrolidon

Polyvinylpyrrolidon (PVP), $(C_6H_9NO)_n$, byl použit jako stabilizátor suspenze proti slepování. Molární hmotnost polyvinylpyrrolidonu je 2500–25000000 g/mol. Jeho hustota je $1,2 \text{ g/cm}^3$ a teplota skelného přechodu se nachází mezi 110 a 180 °C. PVP je ve vodě rozpustný a má newtonovskou viskozitu, výborné smáčivé vlastnosti a snadno tvoří film. Z tohoto důvodu se používá jako povlak na materiály, případně se do povlaků přidává jako aditivum. Zaschlý polyvinylpyrrolidon má podobu vločkovitého prášku, který je schopen absorbovat atmosférickou vlhkost až do 40 % své hmotnosti. (www.sigmaaldrich.com)



Obrázek 6: Strukturální vzorec polyvinylpyrrolidonu

3.1.1.4 Parafinový vosk

Pro jádro kapsle PCM byl zvolen parafinový vosk, v textu značen jako WAX. Parafinový vosk je bílá (v surovém stavu nažloutlá) a ve vodě nerozpustná směs pevných alifatických uhlovodíků C_nH_{2n+2} , kde n je počet uhlíků. Když je n mezi 1 a 4 atomy uhlíku, jedná se o plynný materiál, pokud je množství uhlíků v rozmezí 5 až 16, je materiál kapalný a pokud je více jak 17 atomů uhlíku, materiál se stává pevným. V případě, že je počet atomů uhlíků 20 až 40, látka je považována za parafinový vosk. Parafinové uhlovodíky s dlouhými řetězci vznikají při krystalizačním odparafinování hnědouhelného dehtu nebo jako vedlejší produkt při destilaci ropy. Parafin má teplotu varu přibližně 300 °C a teplotu tání v rozmezí 6 °C až 66 °C v závislosti na počtu atomů uhlíku n (mezi počtem atomů uhlíku a teplotou tání existuje lineární vztah; čím více uhlíkových atomů, tím vyšší teplota tání). Parafinové vosky disponují vysokou kapacitou ukládání tepla (mezi 200 kJ/kg a 290 kJ/kg). Jsou tedy

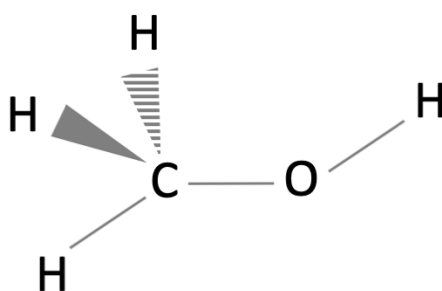
schopny absorbovat, ukládat a uvolňovat velké množství tepla, a to i opakovaně během fázových přeměn mezi pevnou a kapalnou fází. Parafin je snadno dostupný, levný, chemicky stabilní, netoxický, nevykazuje fázovou segregaci, je nekorozivní a pro svůj široký rozsah teploty tání je vhodný pro různé použití. (Gao, 2014; Giro-Paloma, 2016; Ondřejová, 2018; Sarier, 2012)

3.1.1.5 Montmorillonit

Ve vzorcích byl použit montmorillonit jako plnivo, přičemž se testovaly tři druhy jílu (přírodní montmorillonit Na⁺ a dva organicky modifikované montmorillonity 15A a 20A), a to v různých koncentracích. Montmorillonit, (Na,Ca)_{0.33}(Al,Mg)₂(Si₄O₁₀)(OH)₂ * nH₂O, patří do skupiny jílových minerálů, které jsou součástí zvířeného prachu, půd nebo hornin. Částice dosahují velikosti do 2 mikrometrů. Na povrchu mají přebytek záporných nábojů, čímž vytvářejí slabě přitažlivé prostředí, které je schopné zadržet kationty z okolního prostředí. Enkapsulační kapacita jílu se pohybuje mezi 25 a 30 %. (Weiss, 2005)

3.1.1.6 Methanol

Jako prostředek pro očištění mikrokapslí od zbytků materiálu jádra byl použit methanol. Methanol, CH₃OH, je nejjednodušší alifatický alkohol s molární hmotností 32,04 g/mol, hustotou 0,791 g/cm³ (při teplotě 25 °C), teplotou tání -98 °C a teplotou varu 64,7 °C. Methanol je bezbarvý, mísitelný s vodou, hořlavý, těkavý a silně jedovatý.



Obrázek 7: Strukturální vzorec methanolu

3.1.2 Aparatura a přístroje

Aparatura se skládala z tříhrdlé baňky o objemu 500 cm³, chladiče, teploměru s regulací teploty do 100 °C a kontrolního teploměru, míchadla s regulací otáček (dvoulopatkové míchadlo s velikostí 2,5 cm), varné plotýnky, hrnce a přívodu inertního plynu (dusíku). Dále byla použita kádinka, odměrný válec (jako pomocné sklo), váha a filtrační aparatura sestávající z Büchnerovy nálevky, filtračního papíru, odsávací baňky a vodní vývěvy (obrázek 8).



Obrázek 8: Fotka aparatury

3.2 Pracovní postup

Do tříhrdlé 500 ml baňky bylo vysypáno předem stanovené množství vosku a nalito 250 ml destilované vody, byl vložen chladič a následně spuštěno míchadlo. Při teplotě 60 °C se čekalo na rozpuštění parafínu (jádra PCM). Ke směsi se bočním hrdlem baňky přidal v kádince předem připravený roztok monomeru (22 ml styrenu) a 0,5 g dibenzoylperoxidu (PBO). Poté

se spustil průtok inertního plynu N₂. Technický dusík byl zpočátku vpuštěn rychleji, aby došlo k vytěsnění vzdušného kyslíku nad reakční směsí. Zhruba po 10 minutách se průtok snížil tak, aby zůstala zachována inertní atmosféra. Přebytečný inertní plyn odcházel přes chladič, který byl uzavřený vatou. Samotná polymerace začala probíhat po postupném vyhřátí při 95 °C, a to za stálého přívodu dusíku a stálého míchání o rychlosti 1250 ot/min. Celková doba reakce byla 3 hodiny. Po ukončení reakce bylo vypojeno topení, zastaveno míchání, přívod plynu a aparatura byla rozebrána. Baňka se vzorkem se nechala vychladit na pokojovou teplotu a poté byl vzorek filtrován přes filtrační aparaturu a promyt methanolem za účelem odstranění zbytků nezapouzdřeného vosku. Míra koncentrace plniva ovlivňovala filtraci po ukončení syntézy, a to přímo úměrně. Čím byl větší podíl jílu, tím déle filtrace trvala, promývání methanolem bylo složitější. (Hanáčková, 2016)

3.3 Chemismus a receptura

3.3.1 Chemismus

Radikálovým iniciátorem byl dibenzoylperoxid, C₁₄H₁₀O₄. Za zvýšené teploty došlo k homolytickému rozpadu peroxidické vazby na dva radikály, které reagovaly s monomerem a tak zahájily růst řetězce. (Hanáčková, 2016)

3.3.2 Receptura

Celkem bylo připraveno 18 vzorků. V tabulce 1 jsou uvedeny jednotlivé směsi a jejich značení. Receptura je uvedena v tabulce 2, rychlost míchání byla 1250 otáček/minutu, reaktivní teplota 95 °C a čas reakce 3 hodiny.

Tabulka 1: Značení vzorků

Číslo vzorku	Koncentrace vosku	Plnivo	Značení vzorku
1	WAX 35 % = 6,9 g	1 % Na+	35 WAX 1-Na
2		0,5 % Na+	35 WAX 0,5-Na
3		0,25 % Na+	35 WAX 0,25-Na
4		1 % 15A	35 WAX 1-15A
5		0,5 % 15A	35 WAX 0,5-15A
6		0,25 % 15A	35 WAX 0,25-15A
7		1 % 20A	35 WAX 1-20A
8		0,5 % 20A	35 WAX 0,5-20A
9		0,25 % 20A	35 WAX 0,25-20A
10	WAX 70 % = 14 g	1 % Na+	70 WAX 1-Na
11		0,5 % Na+	70 WAX 0,5-Na
12		0,25 % Na+	70 WAX 0,25-Na
13		1 % 15A	70 WAX 1-15A
14		0,5 % 15A	70 WAX 0,5-15A
15		0,25 % 15A	70 WAX 0,25-15A
16		1 % 20A	70 WAX 1-20A
17		0,5 % 20A	70 WAX 0,5-20A
18		0,25 % 20A	70 WAX 0,25-20A

Výsledky vzorku č. 1 a č. 10 byly převzaty z diplomové práce Ing. Moniky Rudecké. (Rudecká, 2018)

Tabulka 2: Příklad receptury 35 WAX 0,5-Na

Materiál	Množství
Parafin	6,9 g
Voda	250 ml
0,5 % Na ⁺ ²	0,0345 g
Styren	20 g
PBO	0,5 g
PVP	1 g

3.4 Charakterizační metody

Připravené mikrokapsle byly hodnoceny optickou metodou, a to skenovací elektronovou mikroskopií (SEM). Poté byla provedena diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC), která zkoumala tepelné vlastnosti materiálů a správnost jejich zapouzdření.

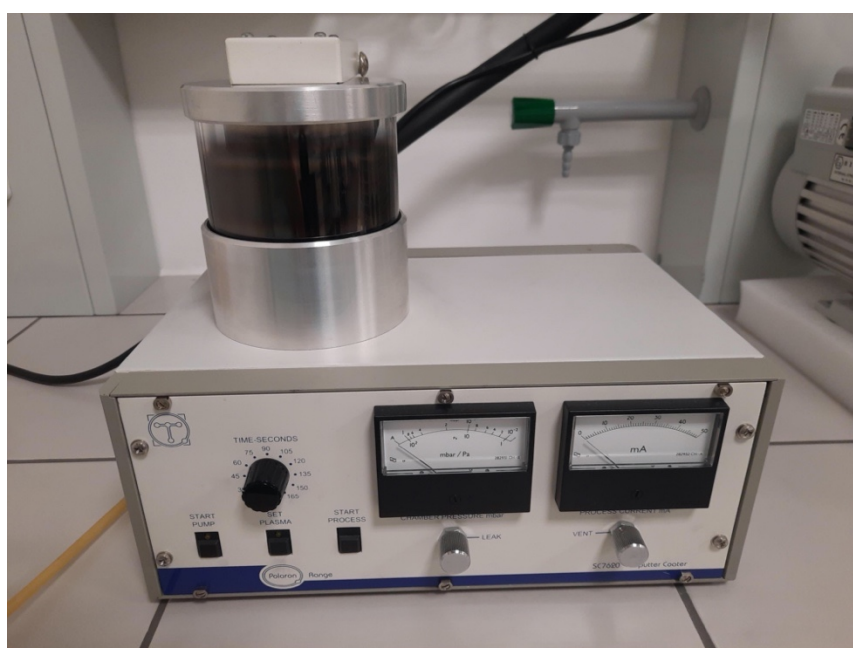
3.4.1 Skenovací elektronová mikroskopie

V oblasti polymerů se skenovací elektronová mikroskopie využívá pro studium struktury materiálů. Poskytuje informace o topografii a morfologii materiálů. Oproti optické mikroskopii využívá místo světla proud elektronů a dosahuje mnohem většího zvětšení a větší hloubky ostrosti. Protože proud elektronů procházející elektromagnetickou čočkou podléhá stejným zákonům jako světelný paprsek procházející optickou čočkou, jsou v elektronovém mikroskopu nahrazeny optické čočky čočkami elektromagnetickými. Emitované elektrony dopadají na plochu vzorku, která je potažena tenkou vrstvou kovu, aby se zabránilo vytvo-

² Jedná se o 0,5% koncentraci jílu Na⁺ ve vztahu k PCM.

ření náboje na povrchu. Elektrony odrážené od vzorku mají nižší energii než paprsek dopadající na vzorek. Tyto pak mohou být shromážděny a použity pro vytvoření obrazu povrchu vzorku. (Stirling, 2000)

SEM byla použita pro pozorování morfologie (struktury povrchu a kulovitosti částic) a následně k určení velikosti mikrokapslí. Připravené mikrokapsle byly pokoveny Au/Pd na pokovovacím zařízení Polaron SC7620 (obrázek 9) a pozorovány na přístroji VEGA II LMU od firmy TESCAN (obrázek 10).



Obrázek 9: Pokovovací zařízení



Obrázek 10: Skenovací elektronový mikroskop

3.4.2 Diferenciální skenovací kalorimetrie

Diferenciální skenovací kalorimetrie patří mezi nejvěrohodnější metody laboratorní tepelné analýzy, která zkoumá tepelné vlastnosti materiálu, jako je teplota tání, teplota skelného přechodu, podíl krystalizace ve vzorku, tepelná kapacita a teplota degradace. Principem jsou dva lineárně vyhřívané termostaty, kdy jeden z nich obsahuje hliníkový kelímek s analyzovaným vzorkem a druhý prázdnou misku, kdy tato slouží jako referenční vzorek. Sledovaný i referenční vzorek jsou ohřívány nebo chlazeny definovanou konstantní rychlostí. Rychlost ohřevu (chlazení) vzorků je zajišťována řídicí jednotkou (počítačem). Výraz diferenciální znamená, že měrná teplota analyzovaného vzorku je porovnávána s teplotou referenčního vzorku. Pokud nedojde u analyzovaného vzorku k žádným změnám, misky disponují stejnou teplotou. Jakmile dojde u sledovaného vzorku ke změně, v případě endotermické změny

(tání) vzorek teplo spotřebovává a v případě exotermické změny (krystalizace) vzorek teplo uvolňuje. Teplota tání (T_m) je dána vrcholem píku a energie spotřebovaná na tání (teplo tání, ΔH_m) se získá integrací píku. Teplota krystalizace (T_c) je určena lokálním minimem píku a teplo krystalizace (ΔH_f) lze získat integrací píku. Entalpii fázového přechodu určuje plocha pod píkem. (Běhálek, 2015)

Tepelné vlastnosti související s fázovou změnou ve vzorku jsou rozpoznány a vyhodnoceny momentální rozdílnou teplotou vzorku a reference, kterou se zařízení snaží kompenzovat. DSC měří změny tepla absorbovaného nebo uvolněného vzorkem při daném teplotním programu v závislosti na teplotě nebo čase. Měření se provádí při současném promývání měřicí komory inertním plynem, aby nedošlo k degradaci vzorku. Výstupem měření je množství energie, které musí být do systému dodáno, což graficky znázorňuje kalorimetrická křivka. Měření pomocí DSC se dá použít i v případě degradačních přechodů, kdy je experimentem zjišťováno, jak dlouho materiál vydrží. V případě čistého granulátu se dělá jeden cyklus (ohřev, chlazení), z něhož se vyhodnocuje. Většinou se ale dělají dva cykly, přičemž se vyhodnocuje z druhého z nich. (Běhálek, 2015)

K vyhodnocení tepelných vlastností a správnosti mikroenkapsulace vzorků mikrosfér byl použit přístroj DSC 1/700 od firmy METTLER Toledo (obrázek 11).



Obrázek 11: Diferenciální skenovací kalorimetr

4 VÝSLEDKY A DISKUZE

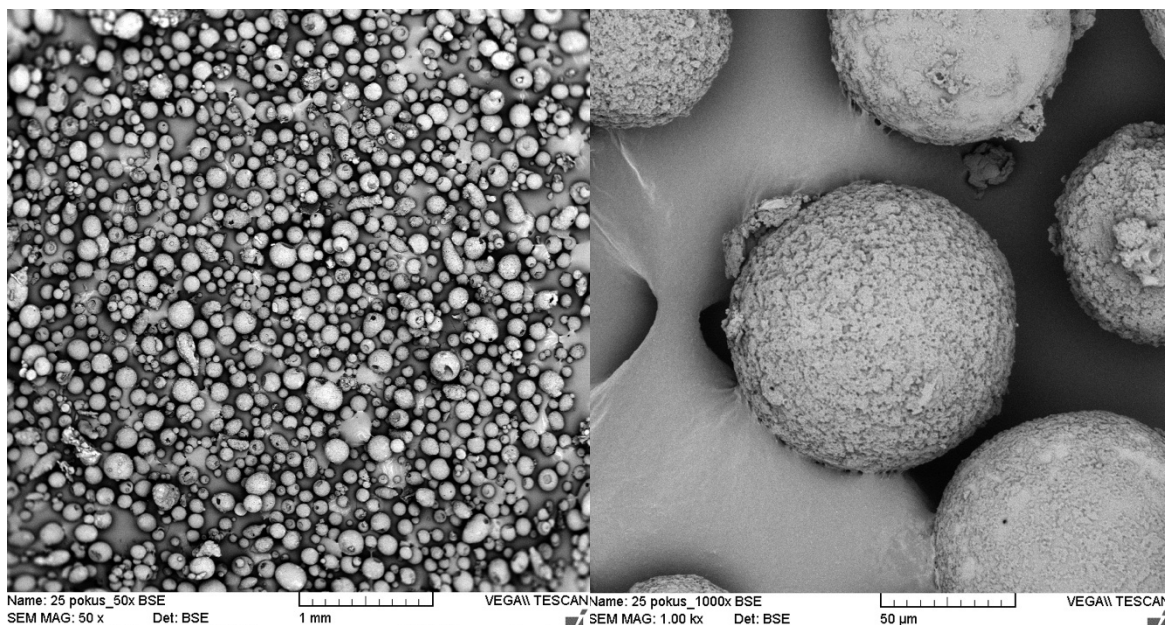
Cílem experimentu bylo získat co nejmenší částice, nejpodobnější distribuci částic a kulatý tvar.

4.1 Charakterizace vzorků s koncentrací vosku 35 %

Pomocí skenovací elektronové mikroskopie byla na následujících mikroskopických snímcích určena morfologie a velikost částic vzorků s koncentrací vosku 35 %.

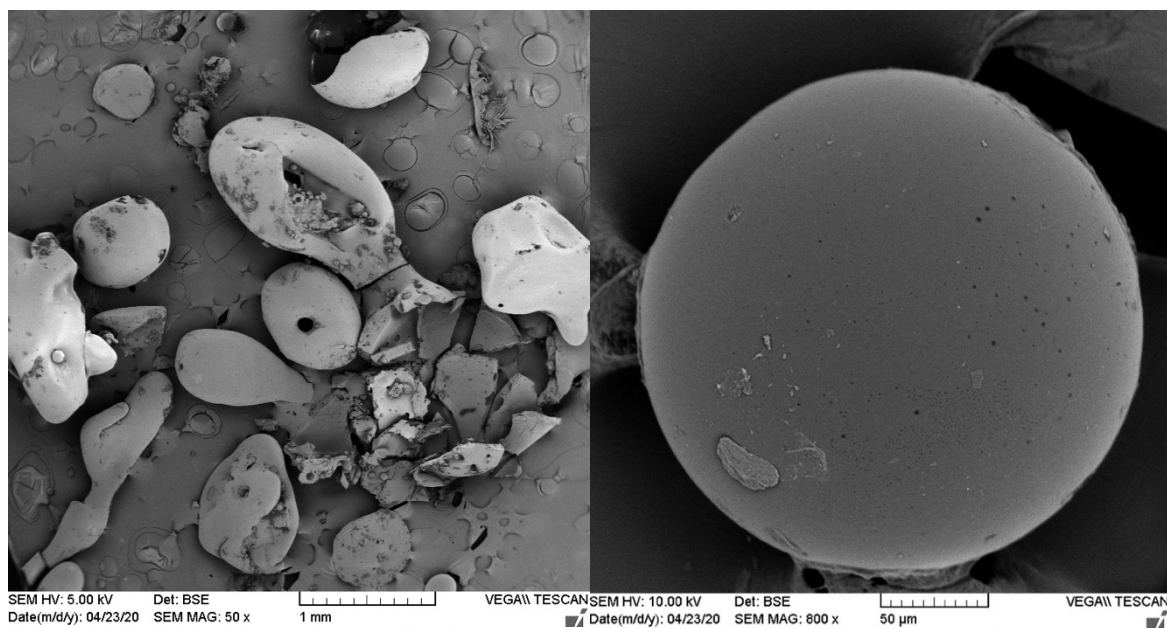
4.1.1 SEM analýzy vzorků s koncentrací vosku 35 %

Jednotlivé vzorky byly snímány při různých zvětšeních a v různých měřítcích. Níže jsou zobrazeny snímky v měřítku 1 mm a 50 μm , v jiném měřítku jsou použity snímky pouze v případě, že pro měřítko 50 μm nebyly v požadovaném měřítku k dispozici. SEM snímky v malém zvětšení byly použity k určení distribuce velikosti částic.



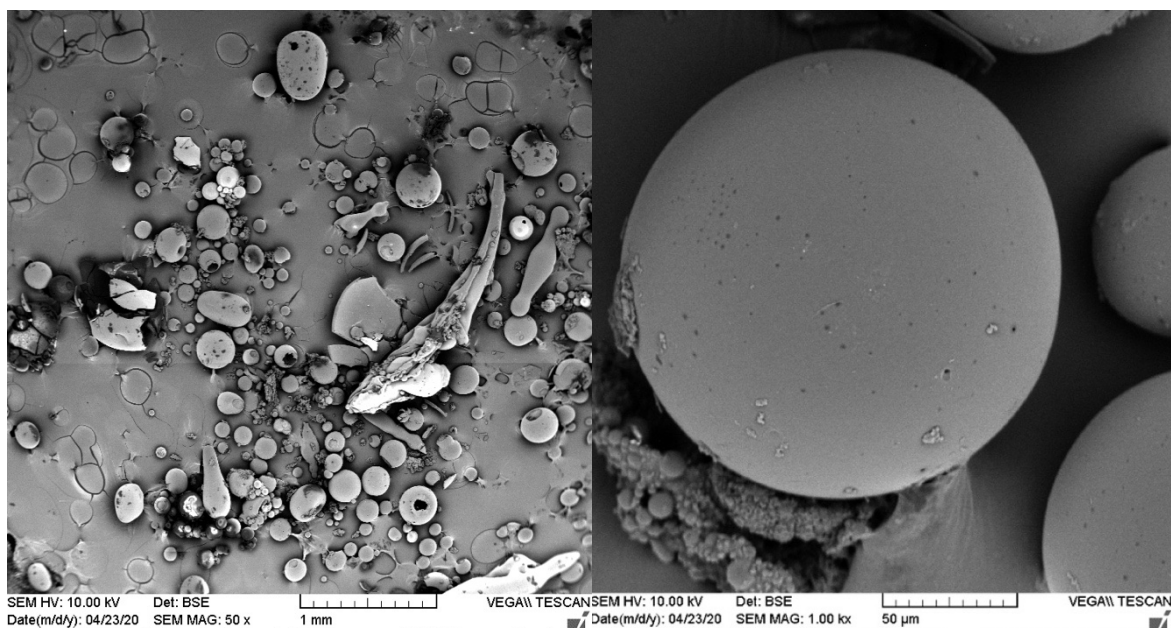
Obrázek 12: 35 WAX I-Na (Rudecká, 2018)

Na snímku (obrázek 12) lze pozorovat poměrně kulovité částice, jejichž povrch je zvrásněný. Zvrásnění povrchu může být způsobeno jílem, jenž vede ke změně viskozity roztoku.



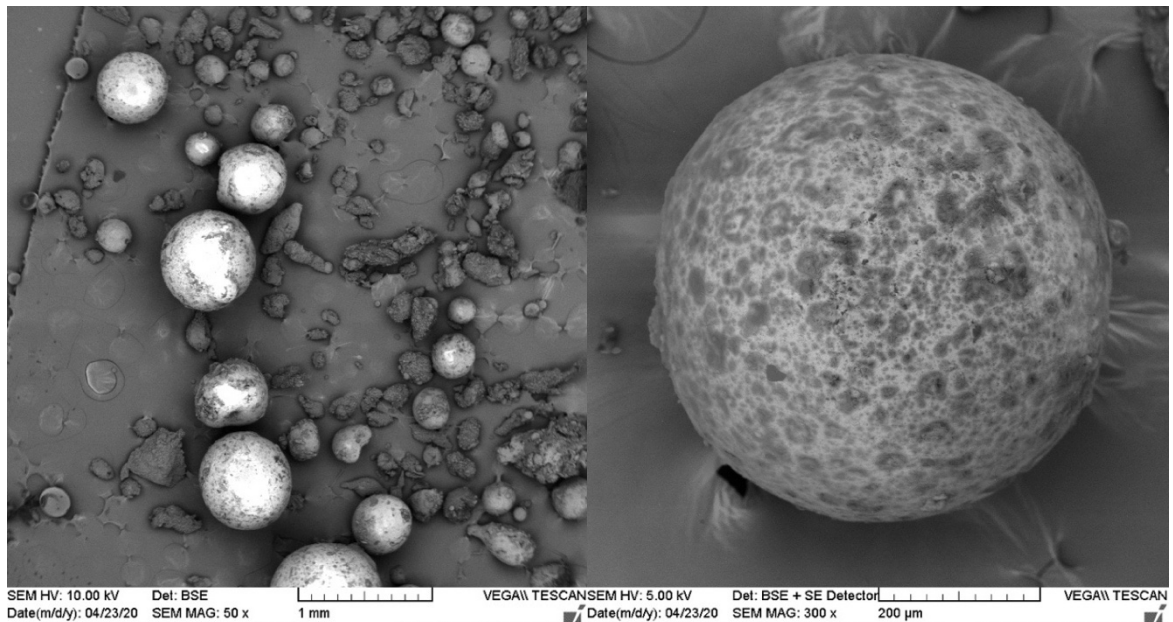
Obrázek 13: 35 WAX 0,5-Na

U vzorku 35 WAX 0,5-Na (obrázek 13) došlo k výrazné proměně struktury, která přešla z vrásčité struktury na strukturu s hladkým povrchem. Částice jsou nesouměrné, částečně rozbité. Na povrchu pláště lze pozorovat poruchy v podobě malých černých teček, dutinek. Připravené mikrokapsle dosahují větších velikostí ve srovnání s přísadkou 1% Na+.



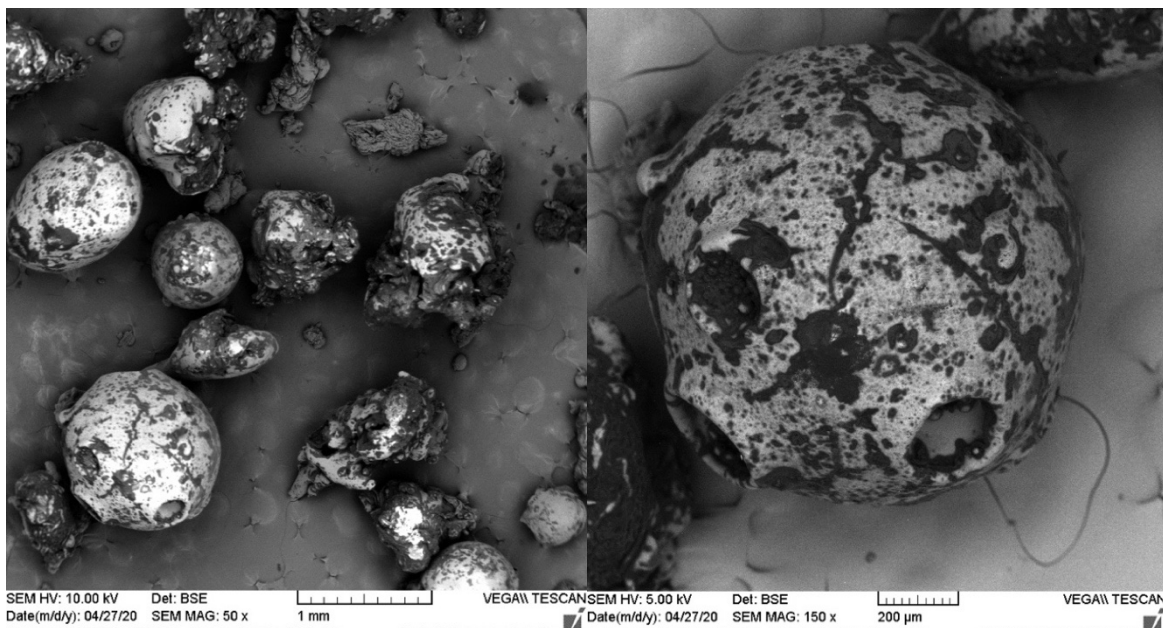
Obrázek 14: 35 WAX 0,25-Na

Na prezentovaných snímcích vzorku 35 WAX 0,25-Na (obrázek 14) je vidět příhodnější tvary částic než u vzorku přechozího, ale i zde se vyskytují nedokonalé struktury PS. Povrch je hladký. Na povrchu je možné opět vidět poruchy v podobě malých černých teček.



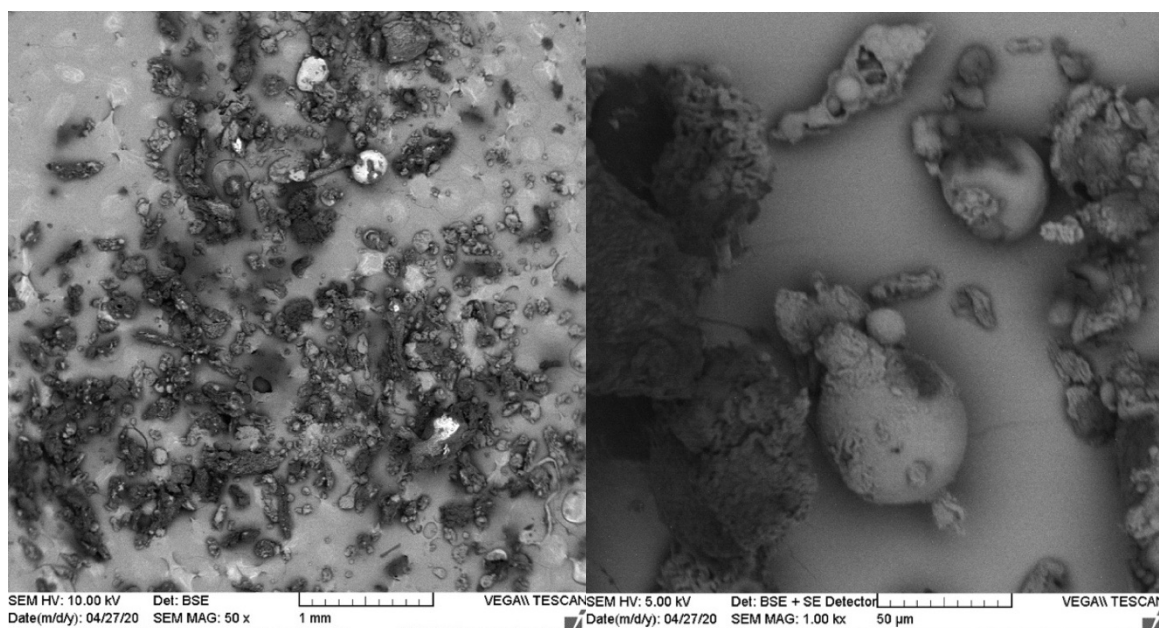
Obrázek 15: 35 WAX 1-15A

U vzorku 35 WAX 1-15A (obrázek 15) je vidět nová struktura, která se výrazně liší od struktury předešlých vzorků. Větší mikrokapsle vykazují kulový tvar. Částice o menších rozměrech mají protáhlý tvar, což by mohlo souviset se změnou viskozity prostředí suspenzní polymerace za přítomnosti jílu. Povrch mikrokapslí je šedě mramorovaný. Tento jev by mohl být způsoben nerovnoměrnou tloušťkou stěny či jílovým plnivem.



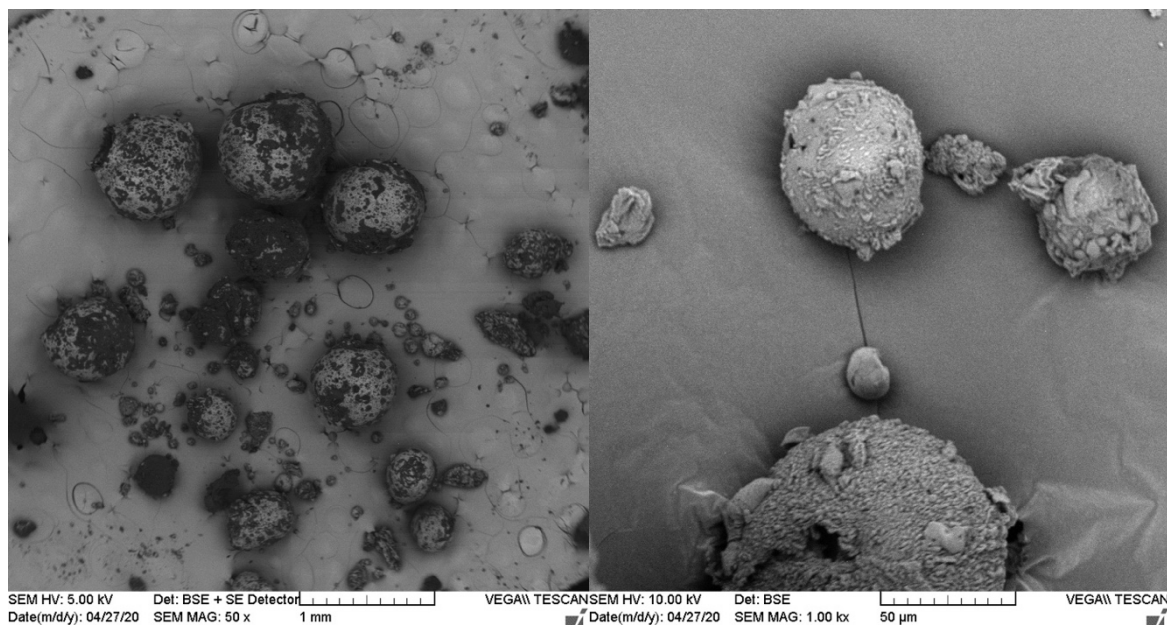
Obrázek 16: 35 WAX 0,5-15A

U vzorku 35 WAX 0,5-15A (obrázek 16) je na povrchu patrná dendritická struktura. Částice jsou nepravidelné s propadlinami či dírami v obalu mikrokapsle, jejichž příčinou může být nedostatečná enkapsulace.



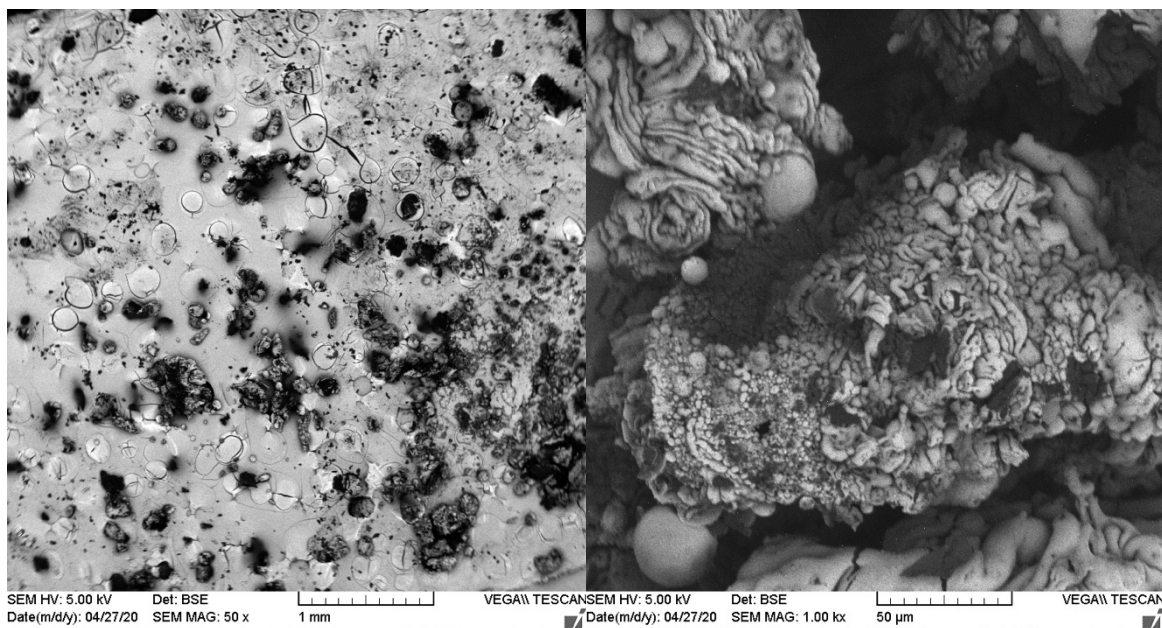
Obrázek 17: 35 WAX 0,25-15A

Obrázek 17 (vzorek 35 WAX 0,25-15A) zachycuje částice nepravidelného tvaru, se zvrásněným povrchem. Některé drobné mikrokapsle jsou slepené, či ukryté v jakémsi pouzdře z PS.



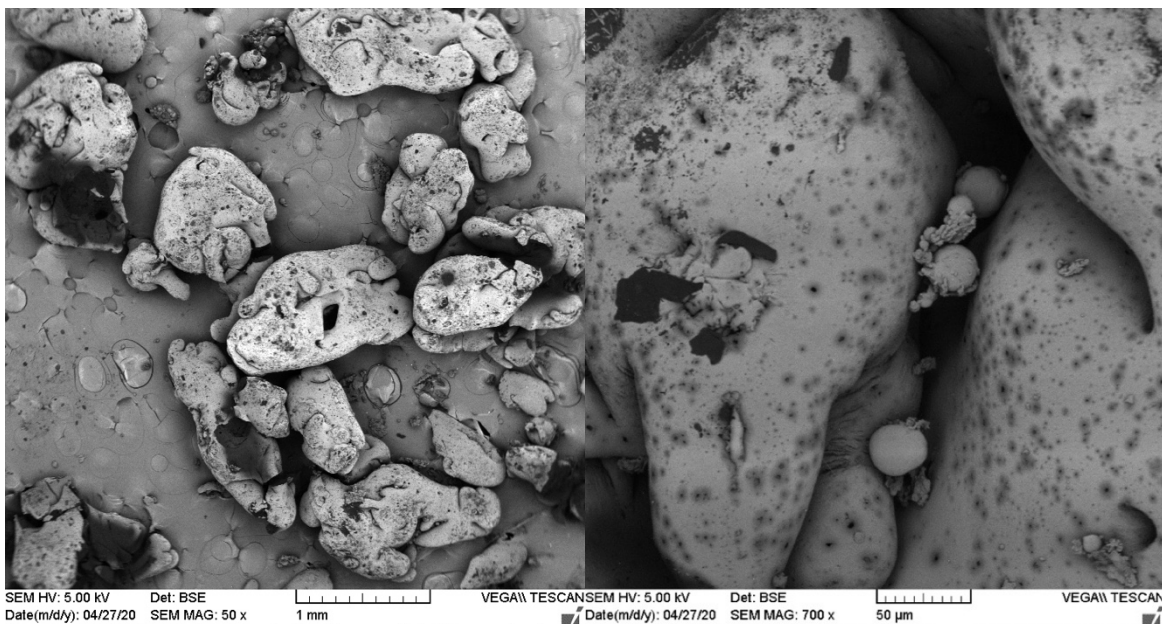
Obrázek 18: 35 WAX 1-20A

Na obrázku 18 (vzorek 35 WAX 1-20A) je vidět vrásčitá struktura mikrokapslí. Částice jsou nehomogenní od velmi malých až po poměrně velké částice.



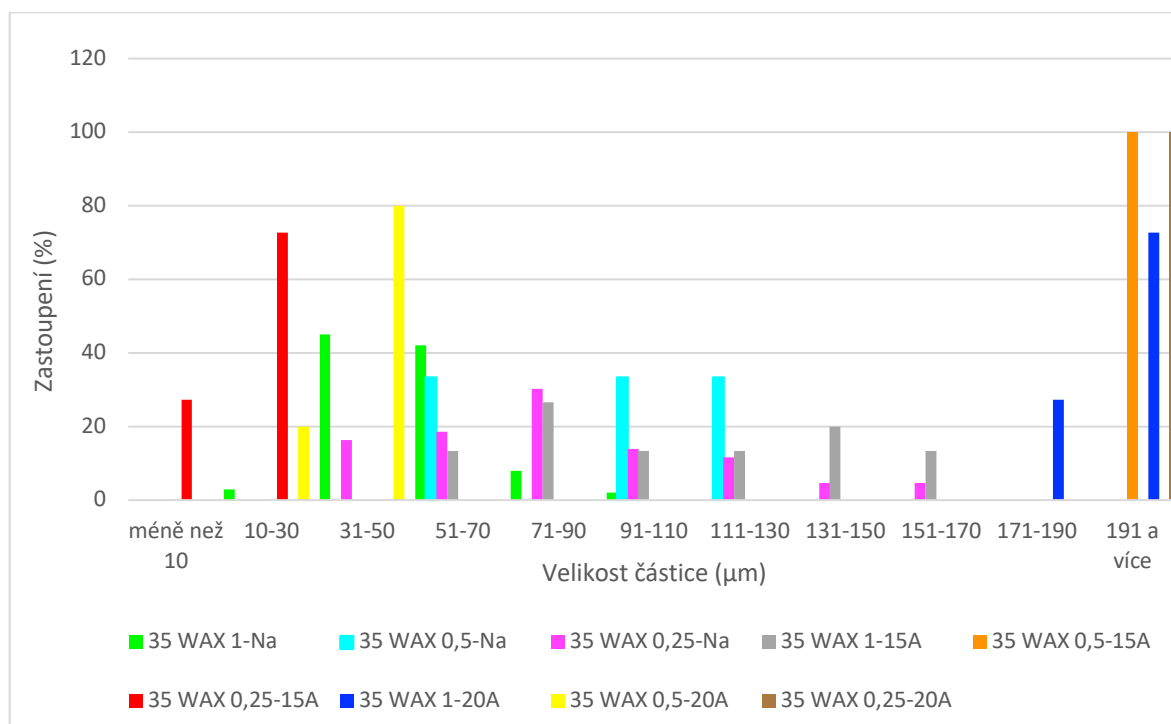
Obrázek 19: 35 WAX 0,5-20A

Vzorek 35 WAX 0,5-20A (obrázek 19) je složen z velmi malých částic potažených polymerem, které dohromady tvoří jakousi houbovitou strukturu.



Obrázek 20: 35 WAX 0,25-20A

Následující graf (obrázek 22) zachycuje distribuci mikrokapslí s koncentrací vosku 35 %.

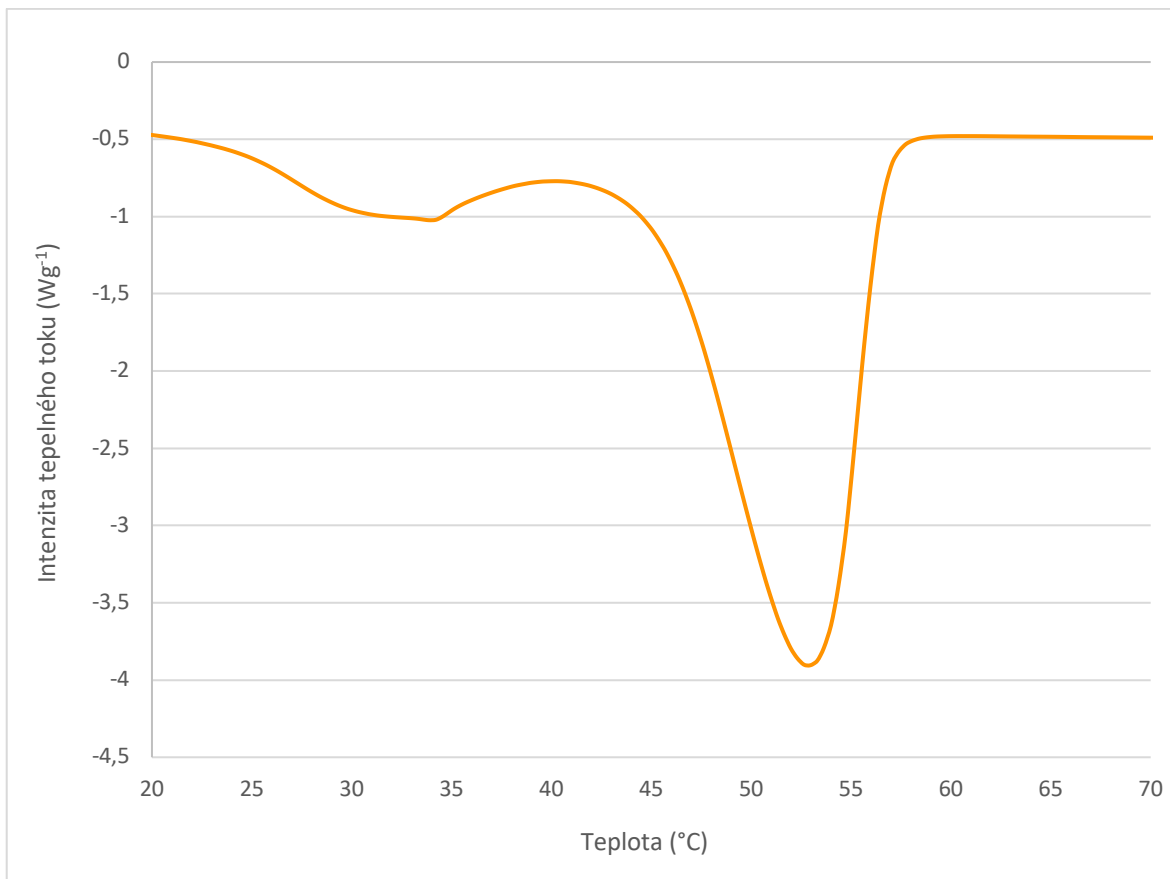


Obrázek 22: Graf distribuce mikrokapslí s koncentrací vosku 35 %

Nejlepší distribuci částic s koncentrací vosku 35 % (obrázek 22) vykazuje vzorek 35 WAX 0,25-15A. Z hlediska morfologie však nejsou vhodné pro další aplikaci. Byl upřednostněn vzorek 35 WAX 1-Na s kulovitými částicemi. Nejčtenější velikost mikrokapslí 35 WAX 1-Na je 31–50 µm.

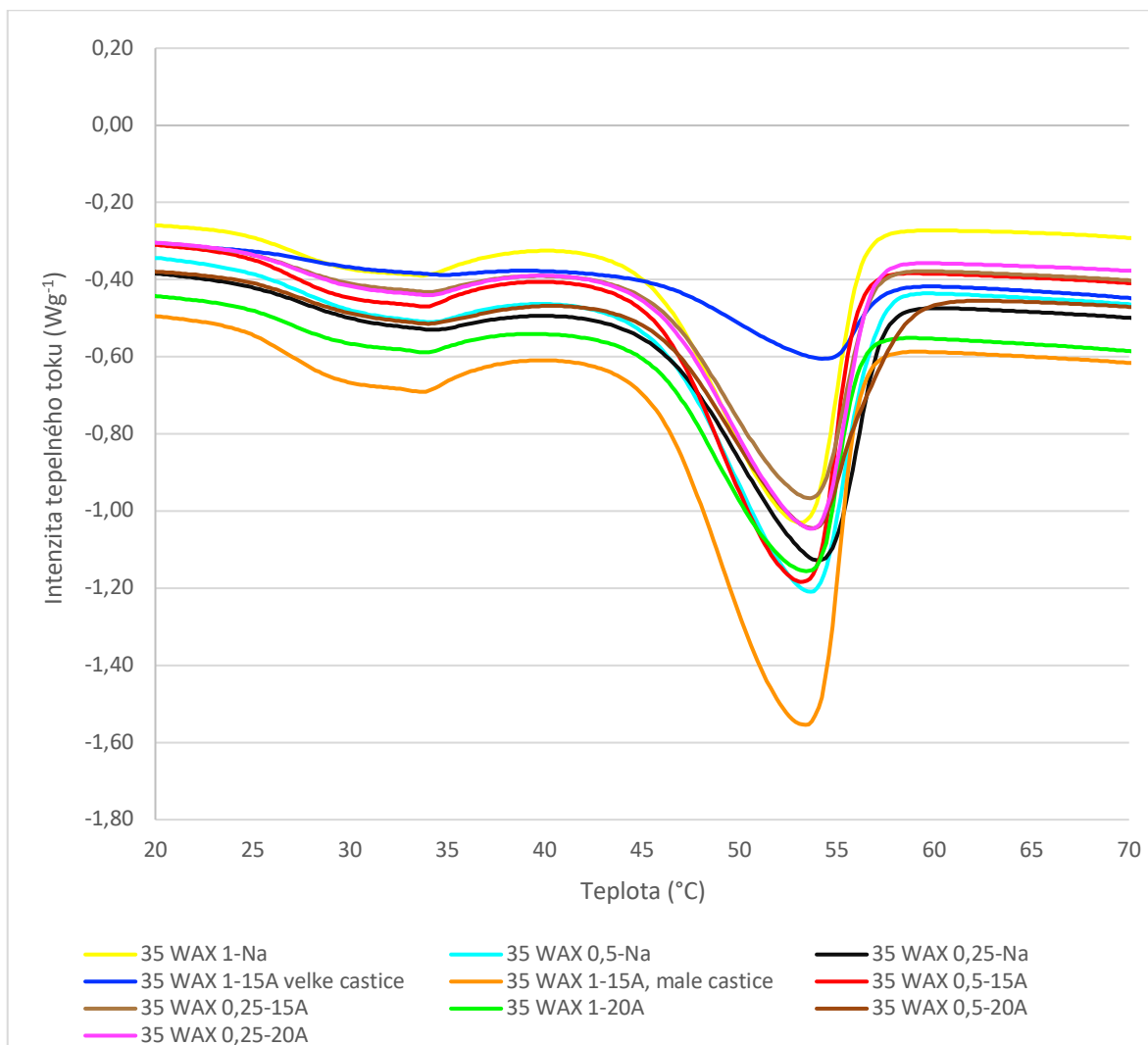
4.1.3 DSC analýza vzorků s koncentrací vosku 35 %

Měřící cyklus byl v rozmezí teplot od 0 do 90 °C při rychlosti ohřevu 10 °C/min. Chlazení pak probíhalo stejnou rychlostí, tedy 10 °C/min z 90 °C na 0 °C. Měření bylo nastaveno na dva cykly ohřevu a dva cykly chlazení. Pro účely vyhodnocení pak sloužil druhý ohřev. Jako referenční materiál pro hodnocení vzniklých mikrokapslí sloužil čistý vosk (obrázek 23).



Obrázek 23: DSC graf čistého vosku, 2. ohřev (referenční materiál)

Na následujícím obrázku 24 je vidět DSC záznam mikrokapslí s koncentrací vosku 35 %.



Obrázek 24: DSC záznam mikrokapslí s koncentrací vosku 35 %

První a druhý ohřev byly identické. Vyhodnocováno bylo z druhého ohřevu. Kapsle vydržely dva procesy beze změny. Čím vyšší intenzita maxima, tím více vosku uvnitř mikrokapsle.

Tabulka 3: Vyhodnocení DSC záznamu mikrokapslí s koncentrací vosku 35 %

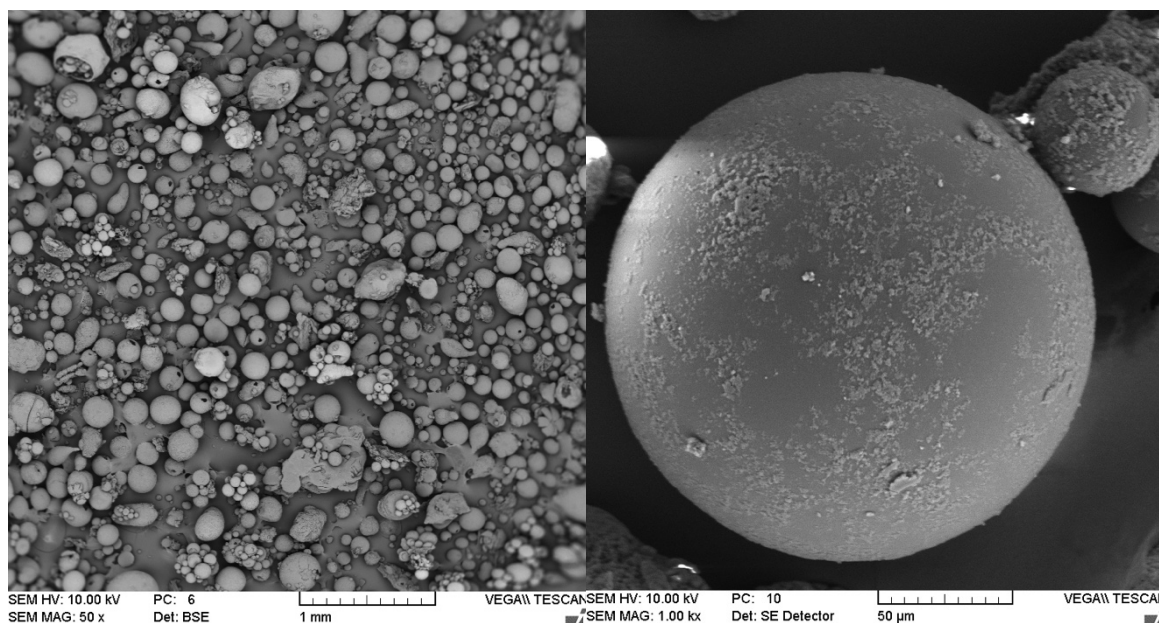
Vzorek	T _{m1} (°C)	T _{m2} (°C)	ΔH _m (J/g)
Čistý vosk	34,11	52,96	136,39
35 WAX 1-Na	33,76	53,13	34,25
35 WAX 0,5-Na	33,59	53,65	32,04
35 WAX 0,25-Na	33,73	54,09	27,69
35 WAX 1-15A malé částice	33,55	53,38	39,17
35 WAX 1-15A velké částice	32,44	54,23	8,61
35 WAX 0,5-15A	33,75	53,28	31,81
35 WAX 0,25-15A	33,75	53,63	24,19
35 WAX 1-20A	33,72	53,42	24,60
35 WAX 0,5-20A	33,67	53,80	26,54
35 WAX 0,25-20A	33,75	53,62	27,85

Teplota tání čistého vosku je 53 °C. Při teplotě kolem 53 °C se na DSC grafech zobrazily píky znázorňující teplotu tání parafínu, což značí přítomnost parafínu v materiálu a můžeme hovořit o jeho zapouzdření. Byl zaznamenán nepatrný růst T_{m1} a T_{m2}. Na základě získaných dat, lze říci, že zapouzdření bylo ve většině případů úspěšné, kromě vzorku 35 WAX 1-15A s velkými částicemi, u něhož došlo pravděpodobně pouze k částečnému zapouzdření. Teplota tání ΔH_m je dáno plochou pod maximem. Čím je větší plocha pod píkem, tím více vosku se dostalo do mikrokapsle.

4.2 Charakterizace vzorků s koncentrací vosku 70 %

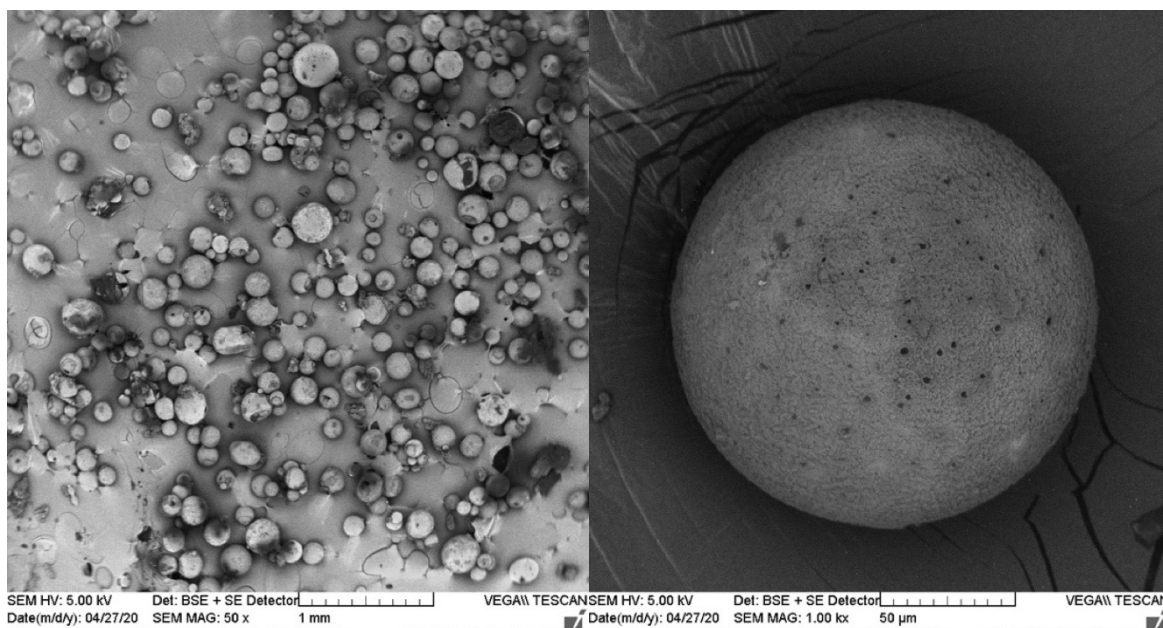
4.2.1 SEM analýzy vzorků s koncentrací vosku 70 %

V dalším kroku diplomové práce byla provedena syntéza a analýza mikrokapslí s obsahem vosku 70 %.



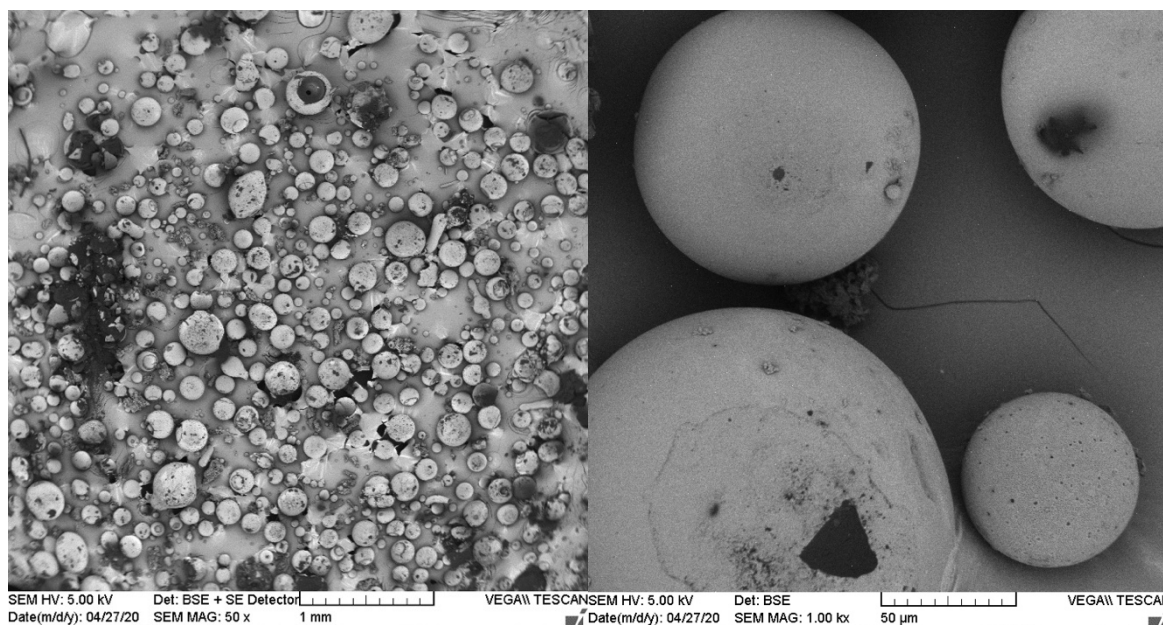
Obrázek 25: 70 WAX 1-Na (Rudecká, 2018)

Vzorek 70 WAX 1-Na (obrázek 25) vykazuje převahu kulovitých částic. Útvary na mikrokapsli pravděpodobně souvisí s jílovým minerálem, jehož částice mohly ulpět na povrchu mikrosféry či z ní částečně vystupovat



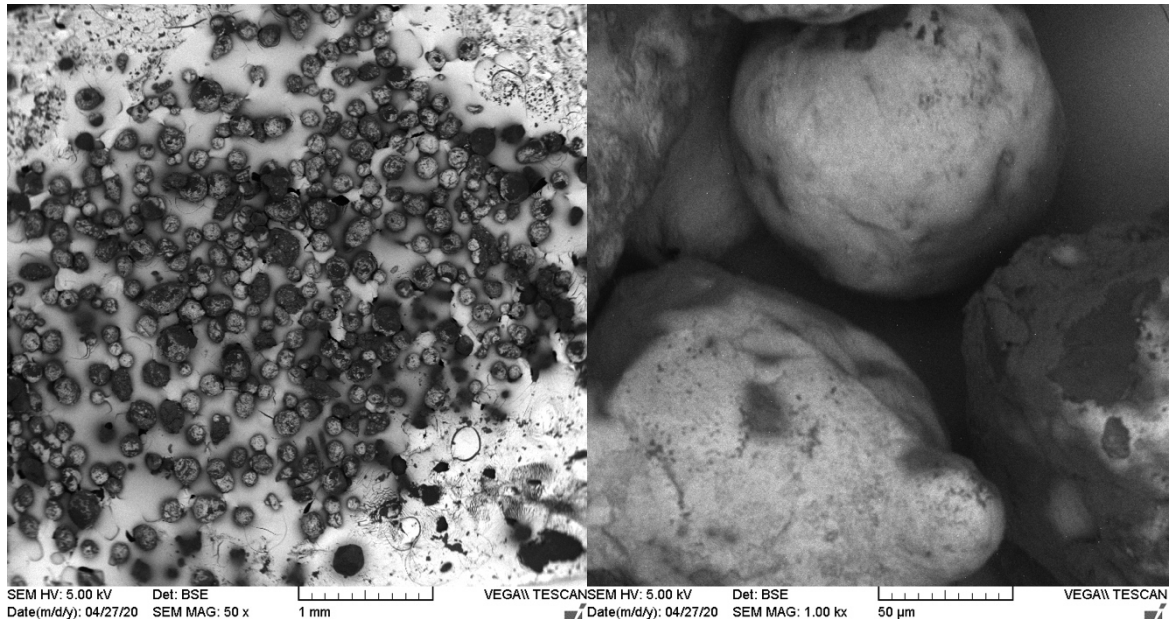
Obrázek 26: 70 WAX 0,5-Na

Vzorek 70 WAX 0,5-Na dle SEM snímků (obrázek 26) poskytuje kulovité tvary částic. Mikrokapsle však nemá hladký povrch a jsou přítomné defekty v podobě malých dírek.



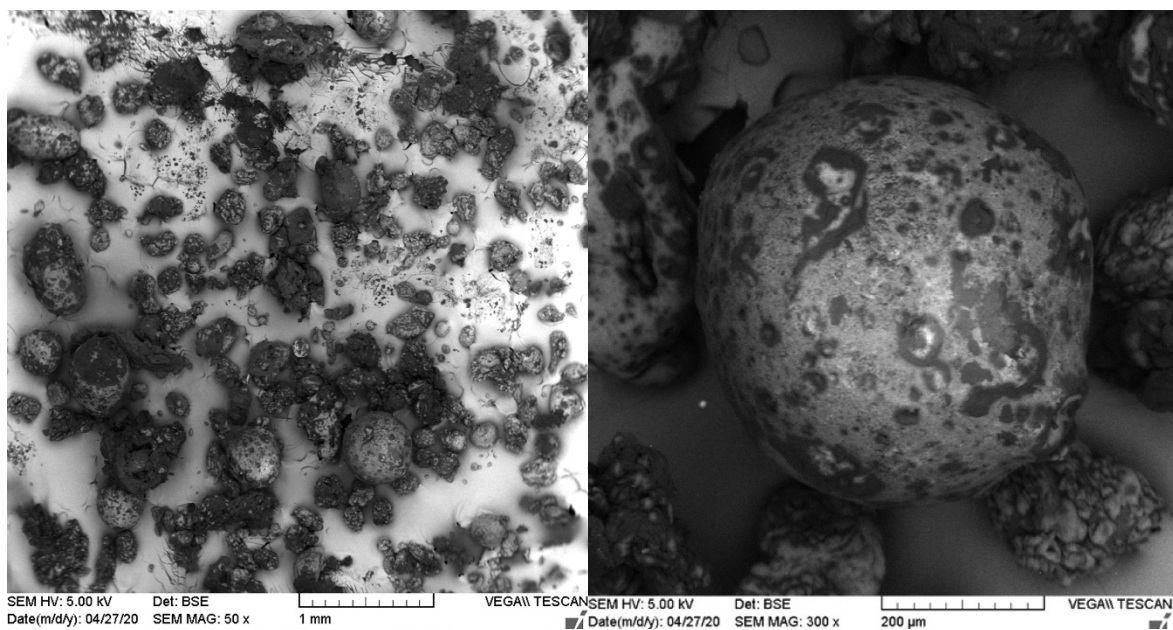
Obrázek 27: 70 WAX 0,25-Na

Obrázek 27 zaznamenává u většiny částic vzorku 70 WAX 0,25-Na sférický tvar. Povrch těchto mikrokapslí je nejhladší ve srovnání s 1 % a 0,5 % plniva Na⁺. Bohužel je viditelné poškození. Opět byly zaznamenány malé otvory na povrchu mikrokapslí.



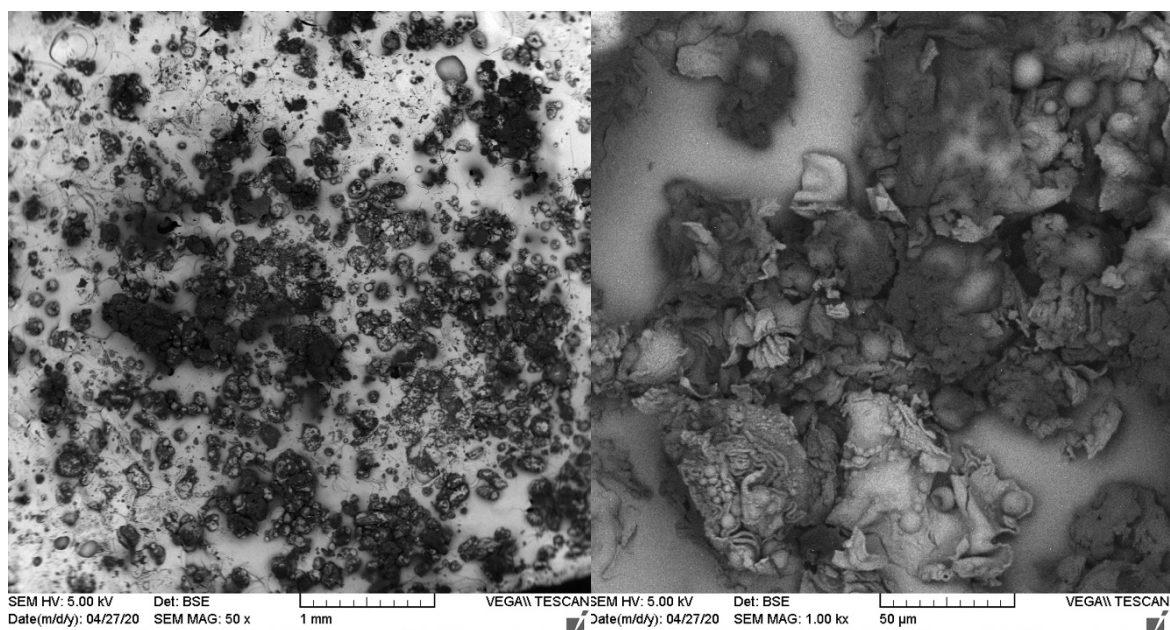
Obrázek 28: 70 WAX 1-15A

Téměř homogenní velikost částic je vidět u vzorku 70 WAX 1-15A na obrázku 28. Tvar však není přesně kulový, ale mírně deformovaný. Při zvětšení jsou viditelné propadliny na povrchu mikrokapslí. Tento jev bude opět pravděpodobně souviset s viskozitou reakční směsi.



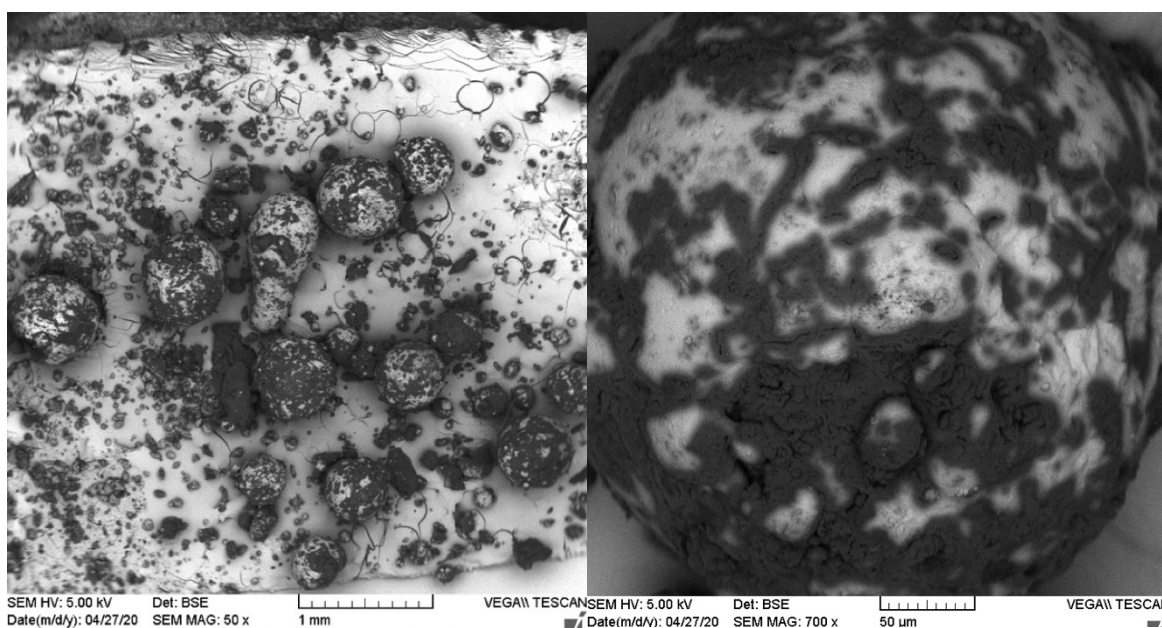
Obrázek 29: 70 WAX 0,5-15A

Další připravený vzorek 70 WAX 0,5-15A (obrázek 29) vykazuje velmi nepravidelnou strukturu od kulovitých až po deformované tvary. Na povrchu pláště je znatelná dendritická struktura, jako byla pozorována u 35 WAX 0,5-15A (obrázku 16).



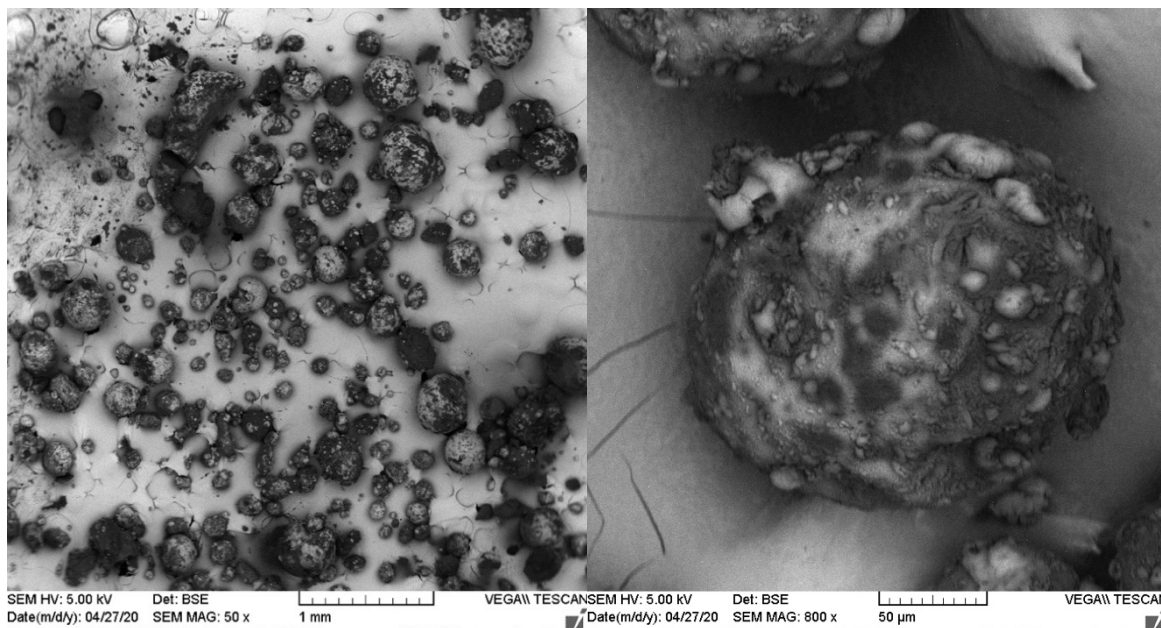
Obrázek 30: 70 WAX 0,25-15A

Částice na obrázku 30 (vzorek 70 WAX 0,25-15A) jsou nepravidelné, deformované, slepené s houbovitou strukturou. Lze zde však nalézt i drobné kruhové struktury. Z pohledu morfologie je tento vzorek nevhodný pro další aplikaci.



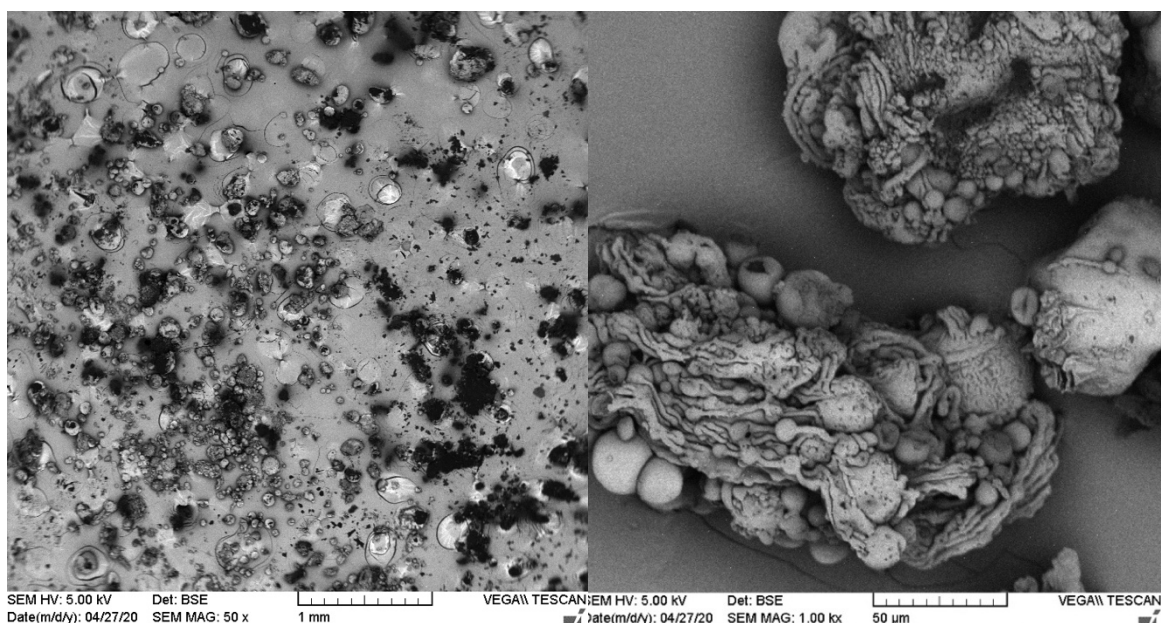
Obrázek 31: 70 WAX 1-20A

Vzorek 70 WAX 1-20A má opět jakoby dendritickou strukturu (obrázek 31). Kapsle jsou víceméně kulovitých tvarů, na povrchu deformované. Podobně jako u 70 WAX 1-15A jsou viditelné prohlubně.



Obrázek 32: 70 WAX 0,5-20A

U vzorku 70 WAX 0,5-20A (obrázek 32) jsou zřejmé deformované kulové tvary mikrokapslí. Při detailnějším pohledu jsou na povrchu pláště kromě propadlin také drobné výstupky a přisedlé menší mikrosféry.

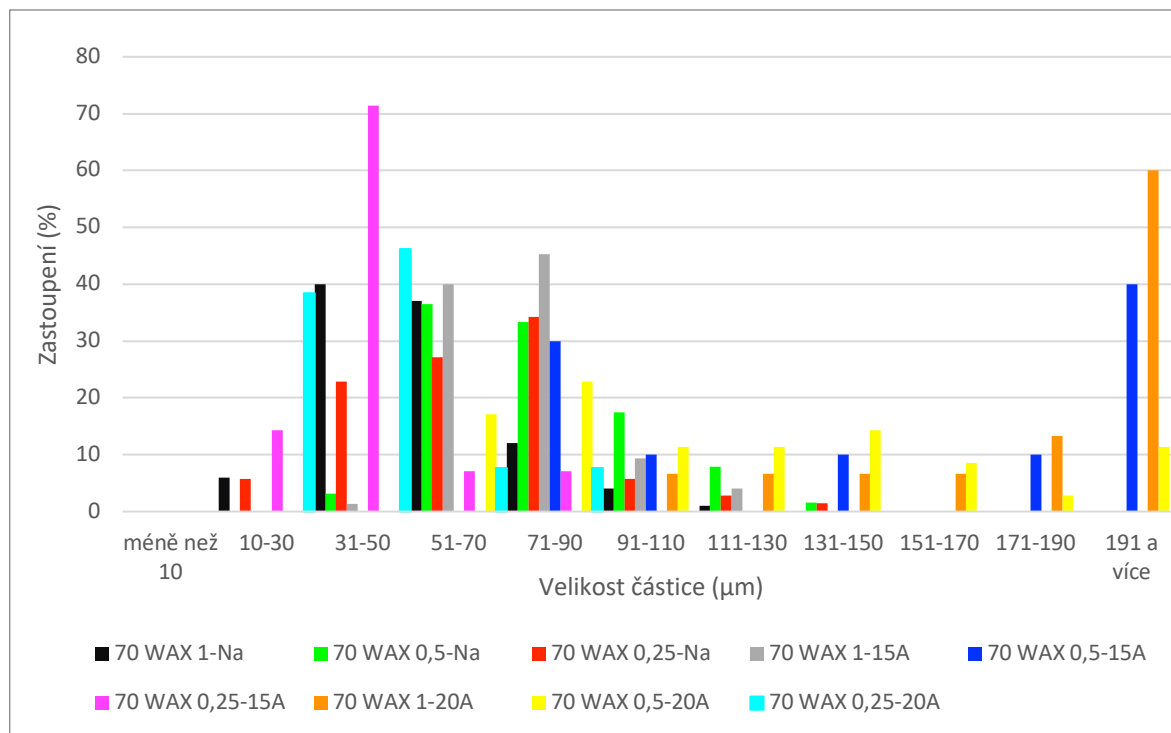


Obrázek 33: 70 WAX 0,25-20A

Agregaci mikrosfér zachycuje obrázek 33. Vzorek 70 WAX 0,25-20A má houbovitou strukturu. Jsou však viditelné i kulovité částice mikrosfér zachycené v této struktuře.

4.2.2 Distribuce velikosti částic u vzorků s koncentrací vosku 70 %

Obrázek 34 zobrazuje distribuci mikrokapslí s koncentrací vosku 70 %.

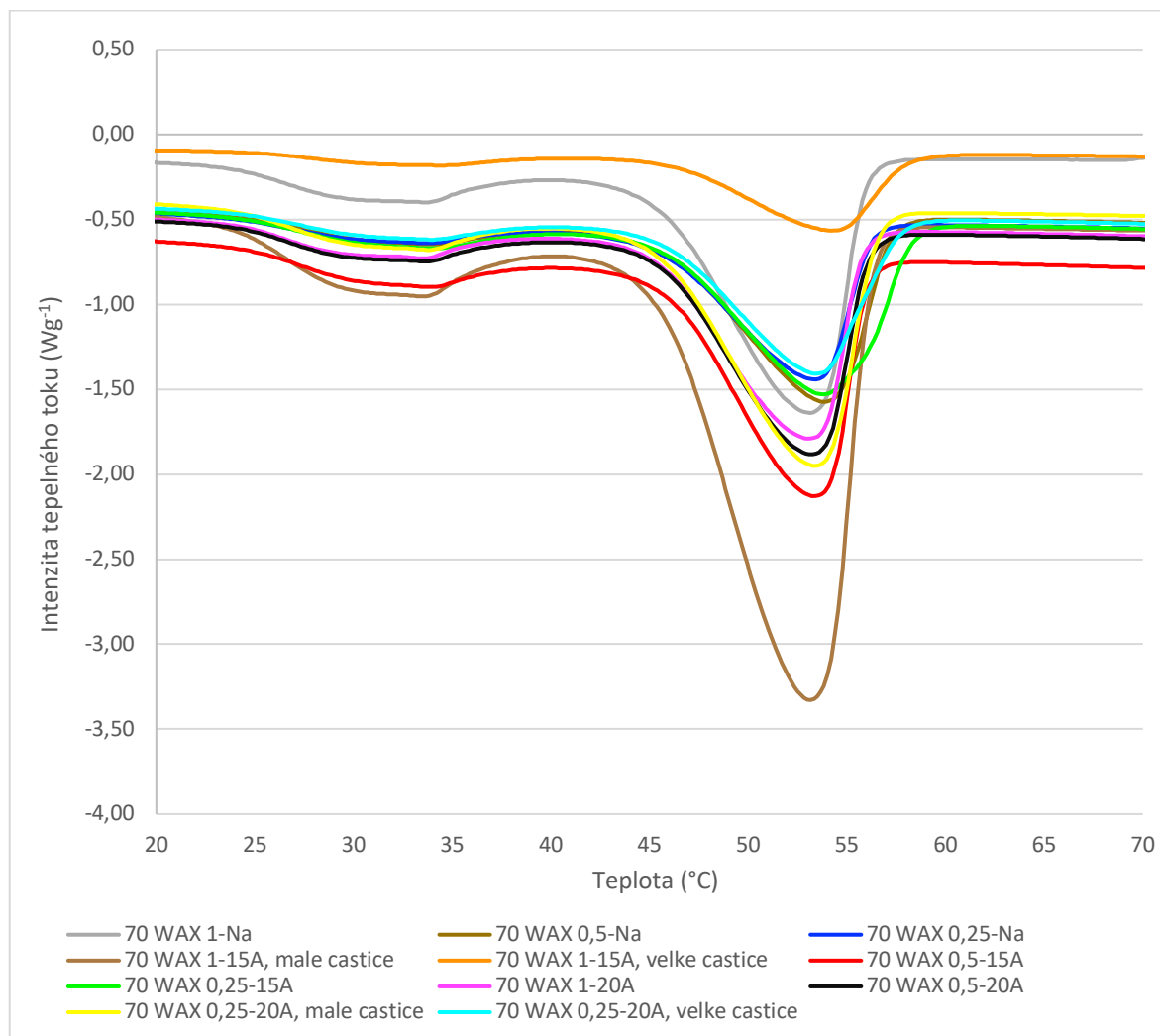


Obrázek 34: Graf distribuce mikrokapslí s koncentrací vosku 70 %

Distribuce částic vykazuje největší počet podobných částic u vzorku 70 WAX 1-Na, kdy více než 70 % vzorku má velikost částic v rozmezí 31–70 mikrometrů. Další vhodnou distribuci poskytuje vzorek 70 WAX 0,25-20A, ale zde jsou však drobné mikrosféry spojeny v jakési vrstvené struktuře.

4.2.3 DSC analýza vzorků s koncentrací vosku 70 %

Na obrázku 35 je zaznamenáno teplotní chování mikrokapslí s koncentrací vosku 70 %.



Obrázek 35: DSC záznam mikrokapslí s koncentrací vosku 70 %

Z obrázku 35 je patrné, že vyšší koncentrace vosku přináší větší podíl zapouzdřeného vosku do mikrokapsle z PS. Jsou zde dosaženy vyšší intenzity maxima při 53 $^{\circ}\text{C}$ oproti 35% koncentraci vosku (obrázek 24).

Tabulka 4: Vyhodnocení DSC záznamu mikrokapslí s koncentrací vosku 70 %

Vzorek	T _{m1} (°C)	T _{m2} (°C)	ΔH _m (J/g)
Čistý vosk	34,11	52,96	136,39
70 WAX 1-Na	33,62	53,13	47,16
70 WAX 0,5-Na	32,04	53,82	44,59
70 WAX 0,25-Na	31,74	53,27	36,39
70 WAX 1-15A malé částice	30,87	53,15	107,94
70 WAX 1-15A velké částice	32,96	54,36	19,10
70 WAX 0,5-15A	33,56	53,39	51,71
70 WAX 0,25-15A	32,68	53,78	42,84
70 WAX 1-20A	33,38	53,18	46,99
70 WAX 0,5-20A	33,52	53,26	50,95
70 WAX 0,25-20A malé částice	33,55	53,30	55,82
70 WAX 0,25-20A velké částice	31,70	53,50	37,87

5 SROVNÁNÍ 35 A 70% KONCENTRACE VOSKU

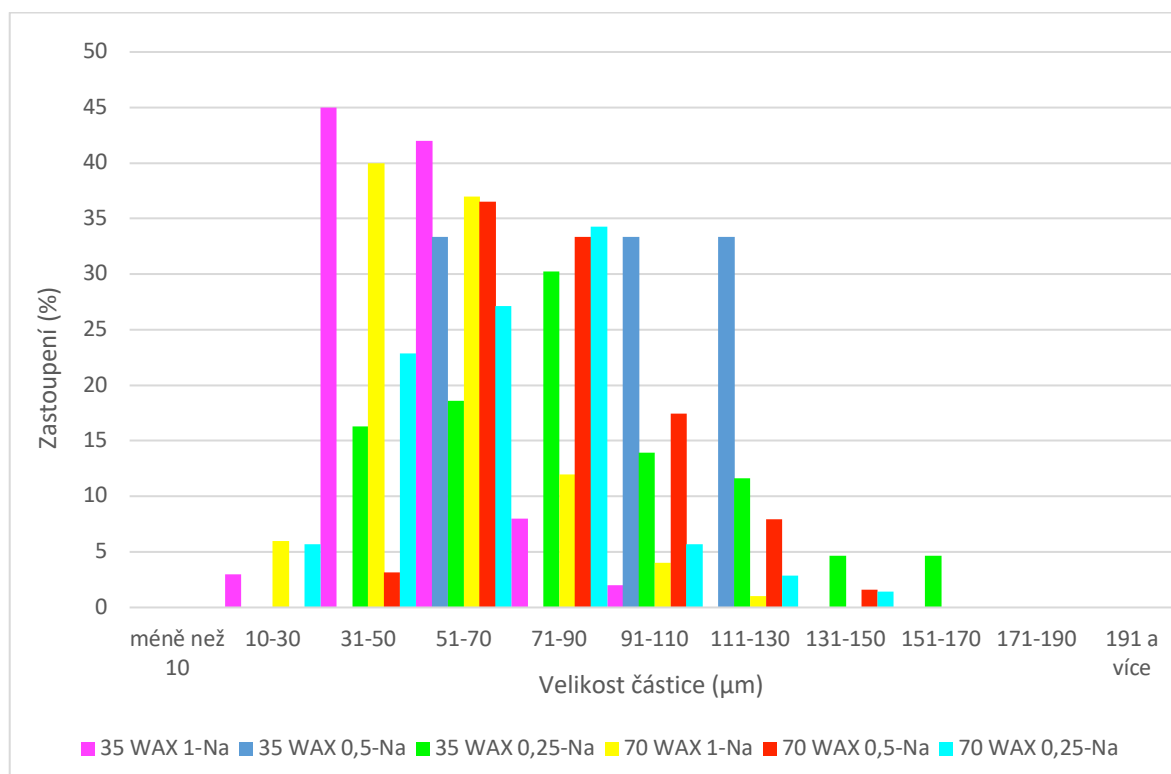
Následující kapitola se soustředí na srovnání mikrokapslí připravených za přítomnosti 35 a 70 % vosku.

5.1 Mikrokapsle s plnivem Na⁺

V této kapitole jsou srovnány vzorky obsahující plnivo Na⁺.

5.1.1 Distribuce velikosti částic u vzorků s plnivem Na⁺

Nejprve se pozornost zaměřuje na srovnání distribuce velikosti částic u koncentrací vosku 35 a 70 % pro jílový materiál Na⁺.

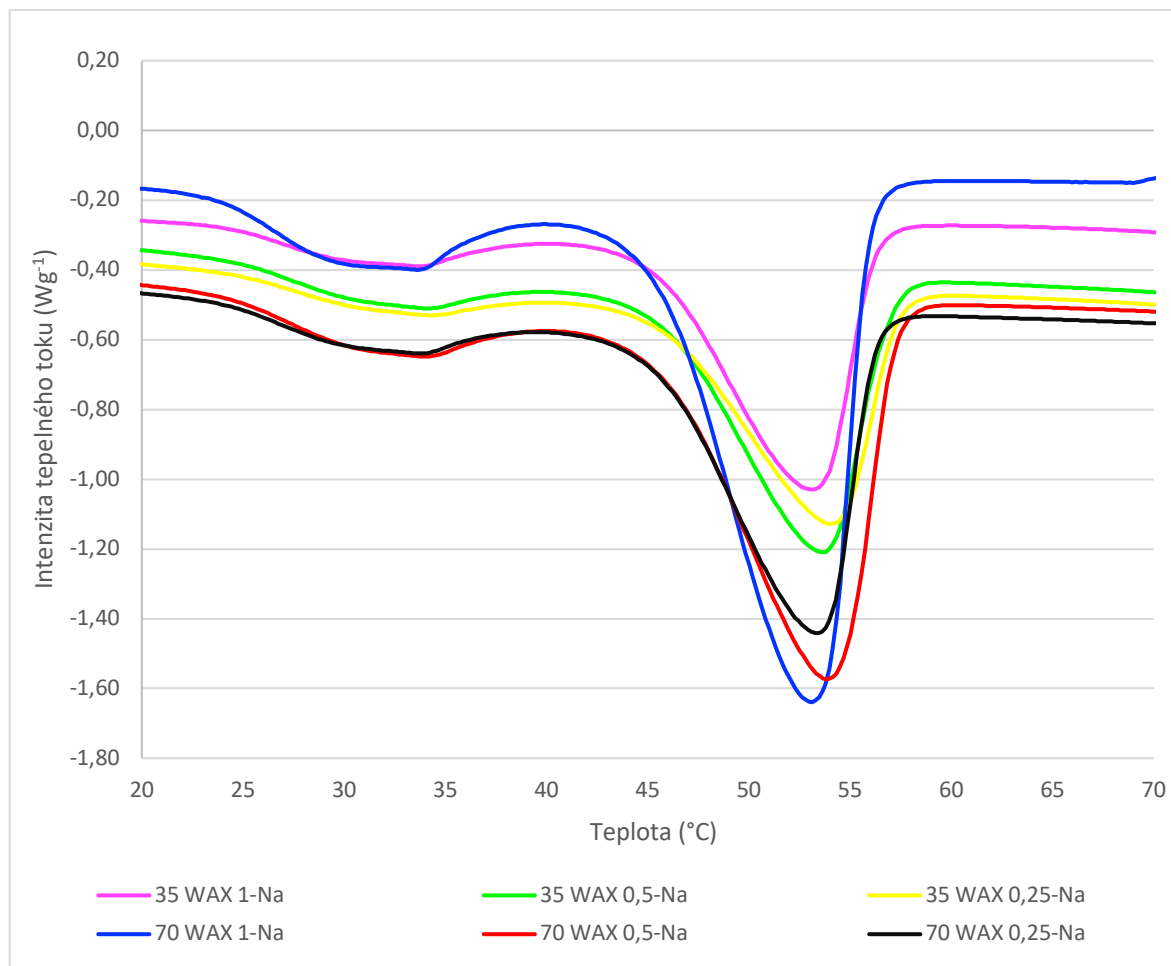


Obrázek 36: Graf distribuce mikrokapslí s plnivem Na⁺

Nejllepší distribuce částic je vidět na obrázku 36 u vzorku 35 WAX 1-Na a poté u vzorku 70 WAX 1-Na. Z hlediska morfologie jsou vzorky vhodné pro použití.

5.1.2 DSC analýza vzorků s plnivem Na⁺

Na následujícím snímku (obrázek 37) je zobrazeno teplotní chování mikrokapslí s plnivem Na⁺.



Obrázek 37: DSC záznam mikrokapslí s plnivem Na⁺

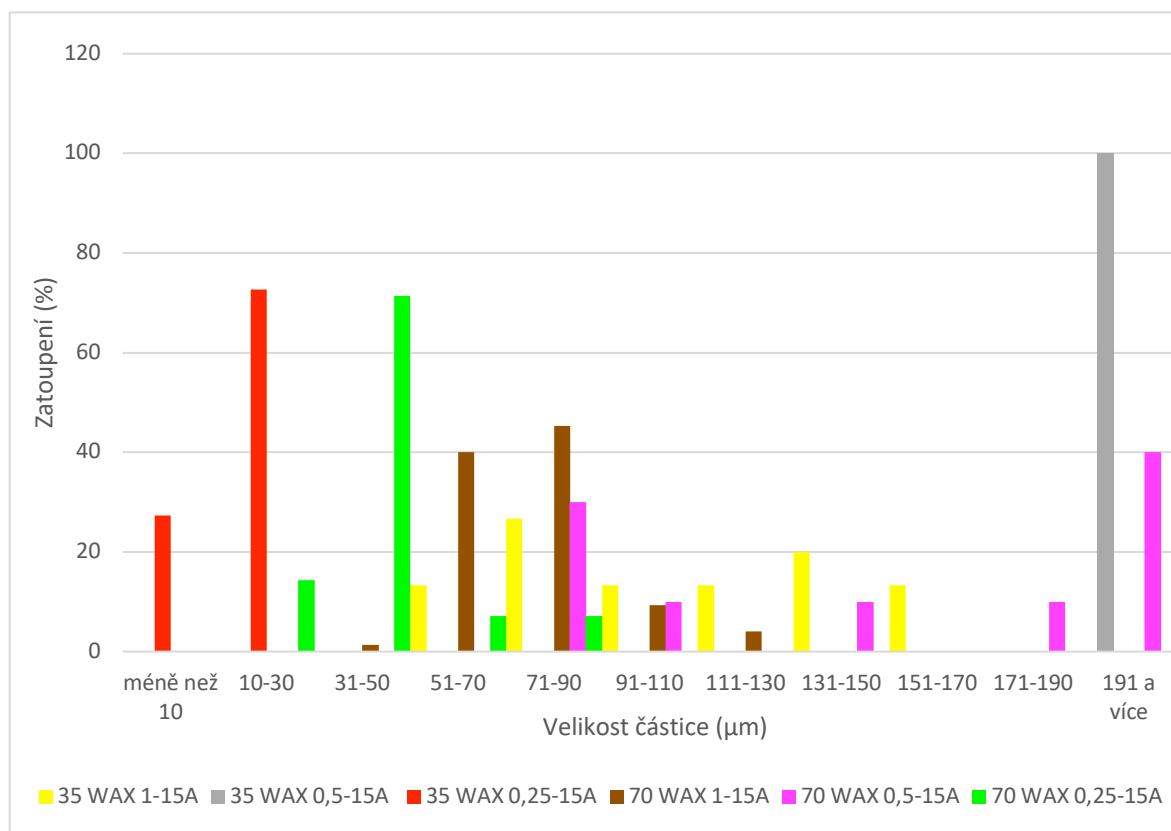
Na základě měření DSC lze vidět, že všechny připravené mikrokapsle s plnivem Na⁺ vykazují maximum odpovídající čistému vosku. Na základě těchto pozorování můžeme říci, že došlo k enkapsulaci v rámci všech testovaných materiálů. Vzorek 70 WAX 1-Na pak vykazuje nejvyšší intenzitu píku a tedy i nejvyšší podíl enkapsulovaného vosku.

5.2 Mikrokapsle s plnivem 15A

Tato kapitola srovnává vzorky s obsahem plniva 15A.

5.2.1 Distribuce velikosti částic u vzorků s plnivem 15A

Na obrázku 38 je zobrazena distribuce velikosti částic u koncentrací vosku 35 a 70 % pro jílový materiál 15A.

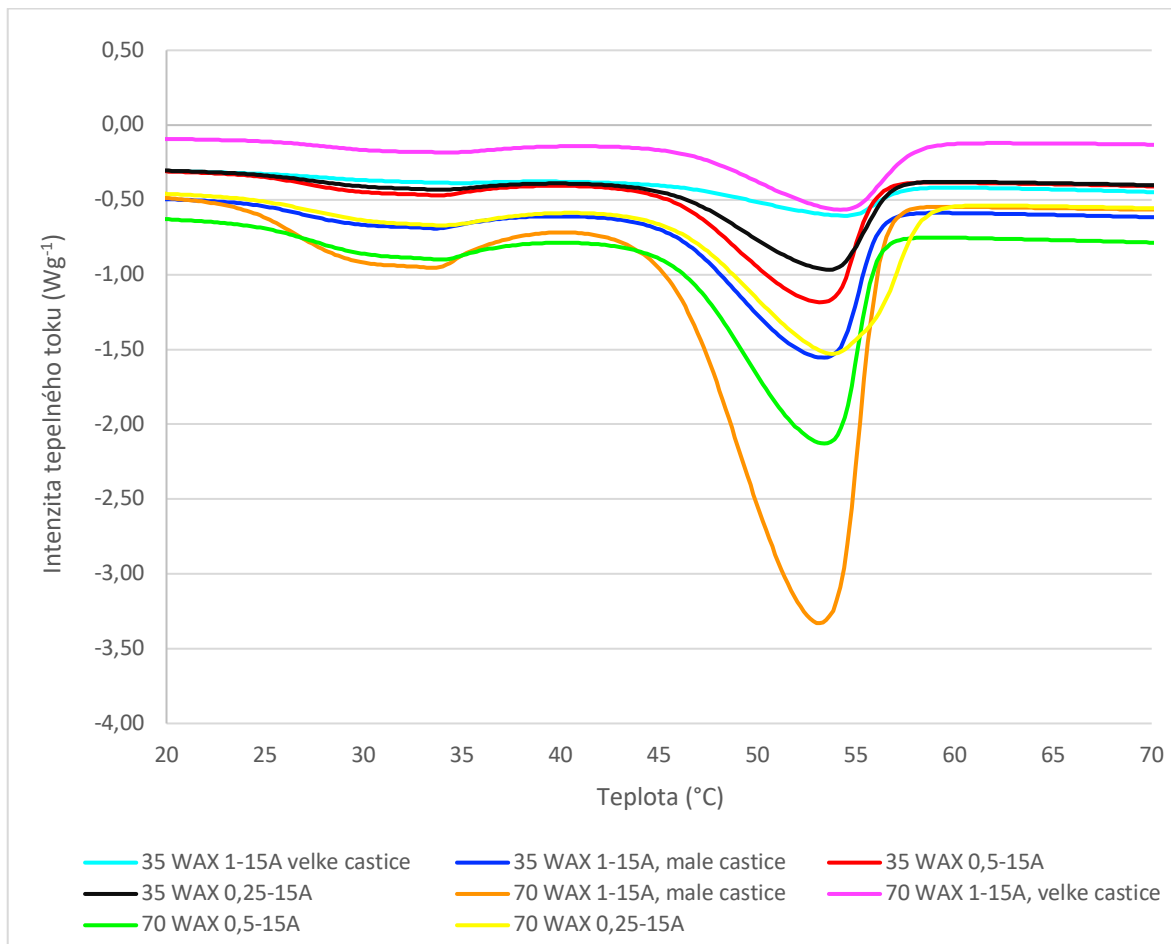


Obrázek 38: Graf distribuce mikrokapslí s plnivem 15A

Největší počet stejných částic přinesl vzorek 35 WAX 0,25-15A (nejčtenější velikost 10–30 µm) a poté vzorek 70 WAX 0,25-15A (nejčtenější velikost 31–50 µm). Mikrokapsle jsou však nepravidelné a slepené. Z pohledu morfologie jsou tedy tyto mikrokapsle nevhodné pro další použití. Na základě distribuční charakteristiky a s ohledem na morfologii mikrosféry se zdá být nejvhodnějším vzorek 70 WAX 1-15A s téměř homogenní velikostí částic mezi 51–90 µm (obrázek 28).

5.2.2 DSC analýza vzorků s plnivem 15A

Na obrázku 39 je vyhodnocen DSC záznam mikrokapslí s plnivem 15A.



Obrázek 39: DSC záznam mikrokapslí s plnivem 15A

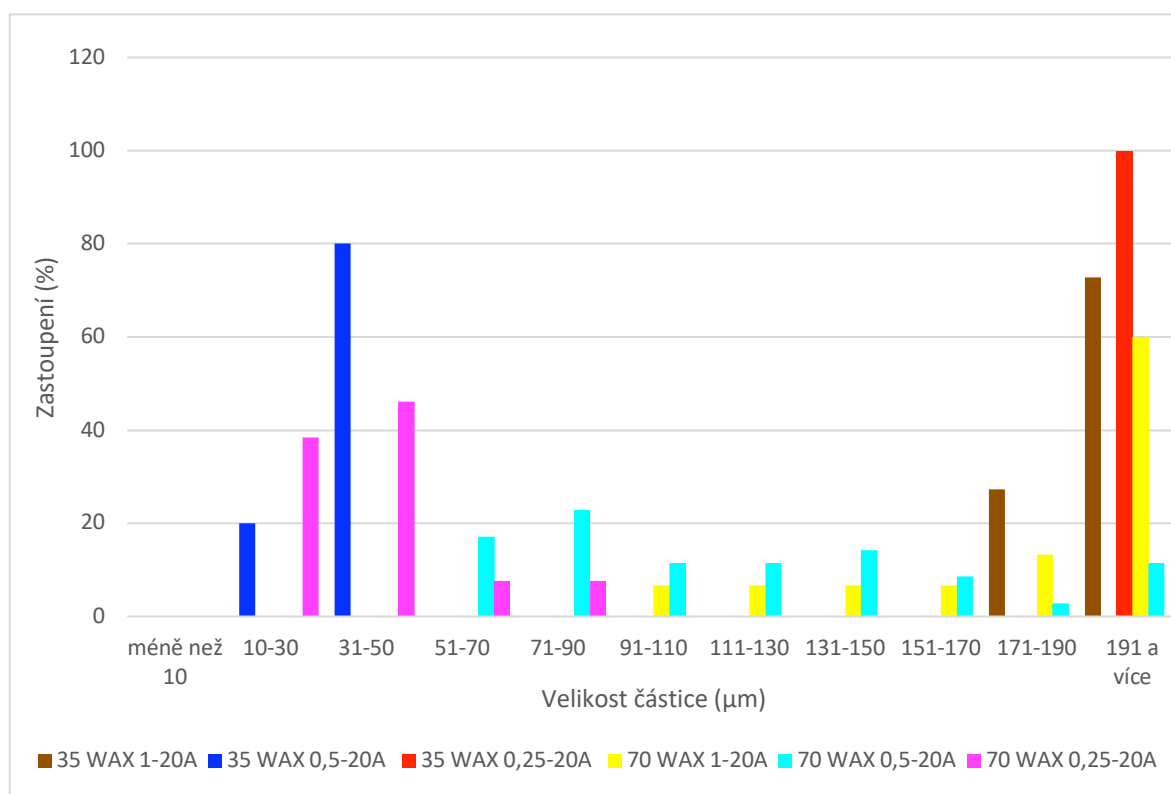
V případě velkých částic (vzorek 35 WAX 1-15A velke castice a 70 WAX 1-15A velke castice) je vidět pouze částečné zapouzdření (intenzita maxima je malá) ve srovnání s malými částicemi stejných vzorků (obrázek 39). Čím nižší je teplota tání, tím lepšího zapouzdření je dosaženo.

5.3 Mikrokapsle s plnivem 20A

Na tomto místě budou srovnány materiály s jílovým minerálem 20A a koncentrací vosku 35 a 70 %.

5.3.1 Distribuce velikosti částic u vzorků s plnivem 20A

V prvním kroku je provedeno srovnání distribuce velikosti částic (obrázek 42).

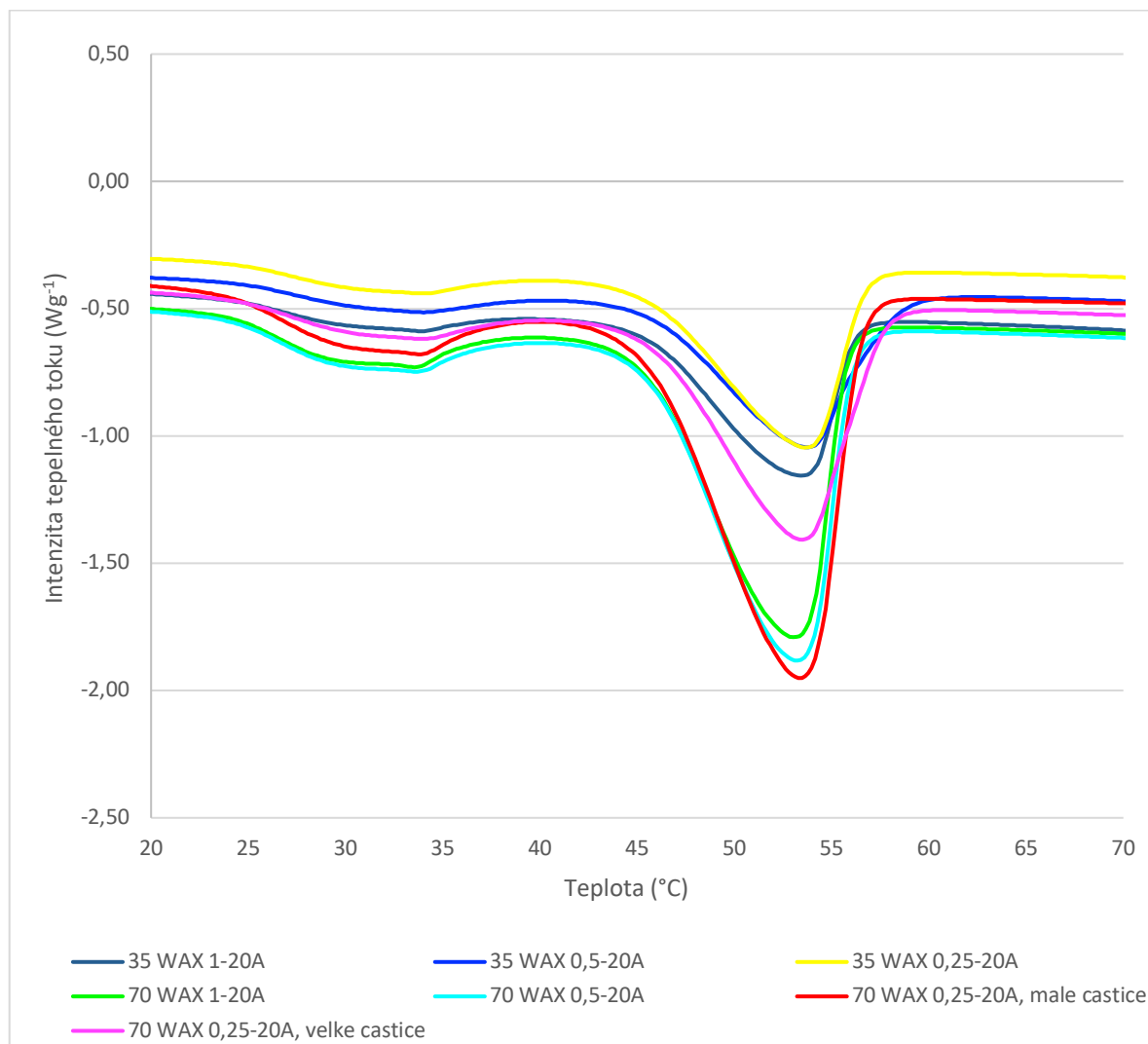


Obrázek 40: Graf distribuce mikrokapslí s plnivem 20A

V případě použití plniva 20A je dosaženo největšího zastoupení nejmenších částic u mikrokapslí 35 WAX 0,5-20A s 80% podílem v rozmezí 31-50 μm. Mikrokapsle však dosahují neuspokojivé kvality co se morfologie týče. Vzhledem k tomu, že ani vzorek 70 WAX 0,25-20A svojí strukturou a kvalitou povrchu není ideální, dalo by se říct, že plnivo 20A z hlediska distribuce velikosti částic a morfologie nepřineslo uspokojujivé výsledky.

5.3.2 DSC analýza vzorků s plnivem 20A

Na obrázku 41 je vyobrazen graf s DSC záznamem mikrokapsle obsahující plnivo 20A.



Obrázek 41: DSC záznam mikrokapsle s plnivem 20A

Na obrázku 41 je opět vidět, že v případě menších mikrosfér je dosaženo lepšího zapouzdření než u velkých částic.

ZÁVĚR

Materiály s fázovým přechodem (PCM) jsou důležité pro svoji schopnost absorbovat a v případě potřeby uvolňovat obrovské množství energie při fázovém přechodu. Nejvíce používaný fázový přechod je pevná látka–kapalina. Při změně fáze může dojít k úniku materiálu PCM v kapalně fázi, čemuž lze zabránit zapouzdřením materiálu s fázovým přechodem do pevného pláště, tzv. mikroenkapsulace. Jedná se o vytvoření polymerní schránky kolem kapek nebo částic materiálu jádra, přičemž vznikají mikrokapsle různých velikostí a tvarů.

Cílem diplomové práce bylo jednak vypracovat rešerši týkající se problematiky přípravy mikrokapslí, posléze připravit samotné mikrokapsle typu polystyren/vosk-jíl. U syntetizovaných mikrokapslí byla sledována morfologie mikrokapsle pomocí SEM, distribuce velikosti částic získaných mikroenkapsulací také pomocí SEM a teplota tání materiálu jádra metodou DSC.

Na základě získaných dat můžeme konstatovat, že téměř u všech materiálů došlo k nějaké úrovni enkapsulace. Ze získaných dat lze také vypožorovat, že druh a množství plniva má vliv na kvalitu mikrokapslí. Z pohledu kvality povrchu mikrokapsle, nejkvalitnější povrchy (hladké a s malým množstvím defektů) poskytovaly mikrosféry s plnivem Na⁺, které také vykazovaly poměrně dobrou distribuci částic. Největší částice byly naopak zaznamenány u materiálu 35 WAX 0,25-20A. Tyto výsledky potvrzuje i distribuce velikosti částic. Materiály na bázi plniva 20A vykazovaly deformovaný kulovitý tvar s množstvím propadlin na povrchu pláště. Což mohlo být zapříčiněno nedostatečným množstvím vosku v mikrosférách a následným zborcením stěny pláště. Eventuálně by tyto jevy mohly souviset s viskozitou prostředí, kde reakce probíhala a mohly být způsobeny srážkami s ostatními mikrosférami.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- Alva, G. a kol. 2017. *“Synthesis, characterization and applications of microencapsulated phase change materials in thermal energy storage: A review”*, in *Energy and Buildings*. Vol. 144. Pages 276-294.
- Arshady, R. 1992. *„Suspension, emulsion and dispersion polymerization: A methodological survey“*, in *Colloid and Polymer Science*. Vol. 270. Pages 717-732.
- Arshady, R. 1999. *„Microspheres, Microcapsules & Liposomes*. Citus Books. London.
- Běhálek, L. 2015. *DSC jako nástroj pro ověřování kvality plastů*. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/dsc-jako-nastroj-pro-overovani-kvality-plastu.html?fbclid=IwAR3gUSvt0BluW-Yez%20xbC9x8VKn41diN-SAd34HLOiQfKHKIfc0dLvO9XDB0>, citováno dne 7. 5. 2020.
- Brožek, J. a kol. 2009. *Laboratorní úlohy*. VŠCHT Praha.
- Das, S. K., David a kol. 2011. *„Microencapsulation techniques and its practice“*. Vol. 6. Dostupné z: https://www.researchgate.net/profile/Sanjoy_Das10/publication/279498086_Microencapsulation_techniques_and_its_practices/links/5667086f08ae8905db8b89d0.pdf, citováno dne 7. 5. 2020.
- Erlbeck, L. a kol. 2018. *„Adjustment of thermal behavior by changing the shape of PCM inclusions in concrete blocks“*, in *Energy Conversion and Management*. Vol. 158. Pages 256-265.
- Farid, M. M. a kol. 2004. *„A review on phase change energy storage: materials and applications“*, in *Energy Conversion and Management*. Vol. 45. Pages 1597-1615.
- Fashandi, M., Leung, S. N. 2017. *„Preparation and characterization of 100% bio-based polylactic acid/palmitic acid microcapsules for thermal energy storage“*, in *Materials for Renewable and Sustainable Energy*.
- Felcmanová, J. 2006. *„Aplikace mikrokapsulí na textilie“*. Diplomová práce. Technická univerzita v Liberci.
- Fonseca, A. a kol. 2018. *„Guidelines for the specification of a PCM layer in firefighting protective clothing ensembles“*, in *Applied Thermal Engineering*. Vol. 133, Pages 81-96.

- Gao, C. 2014. “Phase-change materials (PCMs) for warming or cooling in protective clothing”, in *Protective Clothing*. Pages 227-249.
- Ghosh, S. K. 2006. „Functional coatings and microencapsulation: a general perspective“, in *Functional coatings*. Pages 1-28.
- Giro-Paloma, J. a kol. 2016. “Types, methods, techniques, and applications for microencapsulated phase change materials (MPCM): A review”, in *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Vol. 53. Pages 1059-1075.
- Hanáčková, P. a kol. 2016. „Cvičení z chemie polymerů, Návodů k laboratorním úlohám“. Masarykova univerzita.
- Harte, J. a kol. 1991. *Toxics A to Z: A Guide to Everyday Pollution Hazards*, University of California Press. ISBN 9780520072237.
- Heinz, A., Streicher, W. 2006. “APPLICATION OF PHASE CHANGE MATERIALS AND PCM-SLURRIES FOR THERMAL ENERGY STORAGE”. Institute of Thermal Engineering. Graz University of Technology.
- Jamekhorshid, A. a kol. 2014. “A review of microencapsulation methods of phase change materials (PCMs) as a thermal energy storage (TES) medium” in *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Vol. 31, Pages 531-542.
- Jurkowska, M., Szczygiel, I. 2016. “Review on properties of microencapsulated phase change materials slurries (mPCMS)”, in *Applied Thermal Engineering*. Vol. 98. Pages 365-373.
- Khan, M. M. A. a kol. 2017. “A review for phase change materials (PCMs) in solar absorption refrigeration systems”, in *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Vol. 76. Pages 105-137.
- Kratochvíl, F. *Benzoylperoxide*. Dostupné z: <http://www.epitesty.cz/pasports/B%20007.pdf>, citováno dne 7. 5. 2020.
- Lin, Y. a kol. 2018. “Review on thermal conductivity enhancement, thermal properties and applications of phase change materials in thermal energy storage” in *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Vol. 82. Pages 2730-2742.

- Liu, B. a kol. 2018. „*A phase change microactuator based on paraffin wax/expanded graphite/nickel particle composite with induction heating*“, in *Sensors and Actuators A Physical*. Vol. 275. Pages 129-136.
- Ma, G. H. a kol. 2003. „*Microencapsulation of oil with poly(styrene-*N,N*-dimethylaminoethyl methacrylate) by SPG emulsification technique: Effects of conversion and composition of oil phase*“, in *Journal of Colloid and Interface Science*. Vol. 266. Pages 282- 294.
- Milián, Y. E. a kol. 2017. „*A review on encapsulation techniques for inorganic phase change materials and the influence on their thermophysical properties*“ in *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Vol. 73. Pages 983-999.
- Mohammadi, B. a kol. 2016. „*Nanoencapsulation of butyl palmitate in polystyrene-co-methyl methacrylate shell for thermal energy storage application*“, in *Energy and Buildings*. Vol. 118, Pages 99-105.
- Ondřejová, K. 2018. *Materiály s fázovým přechodem*. Bakalářská práce. UTB.
- Pan, N., Sun, G. 2011. *Functional textiles for improved performance, protection and health*. Woodhead Publishing. Page 173. ISBN 978-1- 84569-723-5.
- Paulo, B. B. a kol. 2019. „*Coating approach for a Phase Change Material (PCM)*“, in *Powder Technology*. Vol. 341. Pages 147-156.
- Peanparkdee, M. a kol. 2016. „*Microencapsulation: A review of applications in the food and pharmaceutical industries*“, in *Reviews in Agricultural Science*. Vol. 4. Pages 56-65. Dostupné z: https://www.jstage.jst.go.jp/article/ras/4/0/4_56/_article/-char/ja/, citováno dne 7. 5. 2020.
- Polyvinylpyrrolidone*. <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/substance/polyvinylpyrrolidone12345900339811?lang=en®ion=CZ>, citováno dne 7. 5. 2020.
- Prokopová, I. 2007. *Makromolekulární chemie*. VŠ Chemicko-technologická v Praze. ISBN 978-80-7080-662-3.
- Rockwood additives. *Cloisite 15A*. Dostupné z: <http://www.cmib.org:8080/cmib/info.jsp?lang=ko&did=29809>, citováno dne 11. 5. 2020.

- Rockwood additives. *Cloisite 20A*. Dostupné z: <http://www.cmib.org:8080/cmib/info.jsp?lang=ko&did=29810>, citováno dne 11. 5. 2020.
- Rudecká, M. 2018. „*Mikroenkapsulace materiálů s fázovým přechodem*“. Diplomová práce. UTB.
- Salunkhe, P. B., Shembekar, P. 2012. „*A review on effect of phase change material encapsulation on the thermal performance of a system*“, in *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Vol. 16. Pages 5603-5616.
- Sánchez, L. a kol. 2007. „*Microencapsulation of PCMs with a polystyrene shell*“, in *Colloid and Polymer Science*. Vol. 285. Pages 1377-1385.
- Sánchez, L. a kol. 2008. „*Influence of operation conditions on the microencapsulation of PCMs by means of suspension-like polymerization*“, in *Colloid and Polymer Science*. Vol. 286. Pages 1019-1027.
- Sánchez, L. a kol. 2010. „*Scale-up of a suspension-like polymerization process for the microencapsulation of phase change materials*“, in *J Microencapsul*, Vol. 27. Pages 583-593.
- Sánchez, L. a kol. 2008. „*Applying and Experimental Design to Improve the Characteristics of Microcapsules Containing phase Change Materials for Fabric Uses*“, in *Industrial & Engineering Chemistry Research*. Vol. 47. Pages 9783-9790.
- Sarier, N., Onder, E. 2012. „*Organic phase change materials and their textile applications: An overview*“, in *Thermochimica Acta*. Vol. 540. Pages 7-60.
- Socaciu, L. G. 2012. „*Thermal Energy Storage with Phase Change Material*“. Department of Mechanical Engineering. Technical University of Cluj-Napoca.
- Stirling, D. 2000. *The Sulfur Problem: Cleaning Up Industrial Feedstocks*. 978-0-85404-541-9.
- Sukhorukov, G. a kol. 2005. „*Intelligent micro- and nanocapsules*“, in *Progress in Polymer Science*. Vol. 30. Pages 885-897.
- Vadhera, J. a kol. 2018. „*Study of Phase Change materials and its domestic application*“, in *Materials Today Proceedings*. Vol. 5. Pages 3411-3417.

Wang, Y. a kol. 2014. „*Effects of fabricated technology on particle size distribution and thermal properties of stearic-eicosanoic acid/polymethylmethacrylate nanocapsules*“, in *Solar Energy Materials and Solar Cells*. Vol. 120. Pages 481-490.

Weiss, Z. 2005. *Jílové minerály*. Jejich struktura a využití. ISBN 80-246-0868-5.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

%	Procento
°C	Stupeň Celsia
Å	Angstrom
a kol.	A kolektiv
Au	zlato
cm	Centimetr
cm ³	Centimetr krychlový
DSC	Diferenciální skenovací kalorimetrie
g	Gram
g/mol	Gram na mol
ΔH_f	Teplo krystalizace
ΔH_m	Teplo tání
Hmot.%	Hmotnostní procento
J/g	Joule na gram
kg	Kilogram
m	Metr
např.	Například
nm	Nanometr
PBO	Dibenzoylperoxid
PCM	Phase Change Materials, materiály s fázovým přechodem
Pd	Palladium
PMMA	Polymethylmethakrylát
PS	polystyren
PVP	Polyvinylpyrrolidon

s	Sekunda
SEM	Skenovací elektronová mikroskopie
St	Styren
str.	Stránka
T _c	Teplota krystalizace
T _g	Teplota skelného přechodu
T _m	Teplota tání
WAX	Parafin
μm	Mikrometr

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obrázek 1: Schéma mikrokapsle</i>	18
<i>Obrázek 2: SEM fotografie mikrokapslí</i>	18
<i>Obrázek 3: Morfologie mikrokapslí</i>	19
<i>Obrázek 4: Strukturní vzorec styrenu</i>	25
<i>Obrázek 5: Strukturní vzorec dibenzoylperoxidu</i>	25
<i>Obrázek 6: Strukturní vzorec polyvinylpyrrolidonu</i>	26
<i>Obrázek 7: Strukturní vzorec methanolu</i>	27
<i>Obrázek 8: Fotka aparatury</i>	28
<i>Obrázek 9: Pokovovací zařízení</i>	32
<i>Obrázek 10: Skenovací elektronový mikroskop</i>	33
<i>Obrázek 11: Diferenciální skenovací kalorimetr</i>	34
<i>Obrázek 12: 35 WAX 1-Na (Rudecká, 2018)</i>	35
<i>Obrázek 13: 35 WAX 0,5-Na</i>	36
<i>Obrázek 14: 35 WAX 0,25-Na</i>	36
<i>Obrázek 15: 35 WAX 1-15A</i>	37
<i>Obrázek 16: 35 WAX 0,5-15A</i>	38
<i>Obrázek 17: 35 WAX 0,25-15A</i>	38
<i>Obrázek 18: 35 WAX 1-20A</i>	39
<i>Obrázek 19: 35 WAX 0,5-20A</i>	40
<i>Obrázek 20: 35 WAX 0,25-20A</i>	40
<i>Obrázek 21: Měření poloměrů částic</i>	41
<i>Obrázek 22: Graf distribuce mikrokapslí s koncentrací vosku 35 %</i>	42
<i>Obrázek 23: DSC graf čistého vosku, 2. ohřev (referenční materiál)</i>	43
<i>Obrázek 24: DSC záznam mikrokapslí s koncentrací vosku 35 %</i>	44
<i>Obrázek 25: 70 WAX 1-Na (Rudecká, 2018)</i>	46
<i>Obrázek 26: 70 WAX 0,5-Na</i>	47
<i>Obrázek 27: 70 WAX 0,25-Na</i>	47
<i>Obrázek 28: 70 WAX 1-15A</i>	48
<i>Obrázek 29: 70 WAX 0,5-15A</i>	49
<i>Obrázek 30: 70 WAX 0,25-15A</i>	49
<i>Obrázek 31: 70 WAX 1-20A</i>	50
<i>Obrázek 32: 70 WAX 0,5-20A</i>	51

<i>Obrázek 33: 70 WAX 0,25-20A.....</i>	<i>51</i>
<i>Obrázek 34: Graf distribuce mikrokapslí s koncentrací vosku 70 %</i>	<i>52</i>
<i>Obrázek 35: DSC záznam mikrokapslí s koncentrací vosku 70 %</i>	<i>53</i>
<i>Obrázek 36: Graf distribuce mikrokapslí s plnivem Na+.....</i>	<i>55</i>
<i>Obrázek 37: DSC záznam mikrokapslí s plnivem Na+.....</i>	<i>56</i>
<i>Obrázek 38: Graf distribuce mikrokapslí s plnivem 15A</i>	<i>57</i>
<i>Obrázek 39: DSC záznam mikrokapslí s plnivem 15A</i>	<i>58</i>
<i>Obrázek 40: Graf distribuce mikrokapslí s plnivem 20A</i>	<i>59</i>
<i>Obrázek 41: DSC záznam mikrokapsle s plnivem 20A.....</i>	<i>60</i>

SEZNAM TABULEK

<i>Tabulka 1: Značení vzorků</i>	<i>30</i>
<i>Tabulka 2: Příklad receptury 35 WAX 0,5-Na</i>	<i>31</i>
<i>Tabulka 3: Vyhodnocení DSC záznamu mikrokapslí s koncentrací vosku 35 %.....</i>	<i>45</i>
<i>Tabulka 4: Vyhodnocení DSC záznamu mikrokapslí s koncentrací vosku 70 %.....</i>	<i>54</i>