



# Enkapsulace pro oděvní aplikace

## Diplomová práce

*Studijní program:*

*Autor práce:*

*Vedoucí práce:*

N0723A270003 Průmyslové inženýrství

**Bc. Markéta Sýkorová**

prof. Ing. Jakub Wiener, Ph.D.

Katedra materiálového inženýrství





## Zadání diplomové práce

# Enkapsulace pro oděvní aplikace

*Jméno a příjmení:* **Bc. Markéta Sýkorová**  
*Osobní číslo:* T19000033  
*Studijní program:* N0723A270003 Průmyslové inženýrství  
*Zadávající katedra:* Katedra hodnocení textilií  
*Akademický rok:* **2019/2020**

### Zásady pro vypracování:

- 1) Rešerše na téma enkapsulace a jejího využití pro oděvní účely, zaměřte se na reálné aplikace
- 2) Analyzujte vlastnosti dostupných kapsulí s obsahem PCM, použijte vhodné instrumentální metody –např. DSC a elektronová mikroskopie
- 3) Analyzujte vlastnosti termocitlivých pigmentů, použijte vhodné instrumentální metody –např. DSC a elektronová mikroskopie
- 4) Na textilní substrát aplikujte současně kapsule s obsahem PCM a termocitlivý pigment, kvantifikujte vlastnosti takto upravené textilie
- 5) Výsledky diskutujte z hlediska praktického uplatnění v oděvních a technických textiliích

*Rozsah grafických prací:*  
*Rozsah pracovní zprávy:*  
*Forma zpracování práce:*  
*Jazyk práce:*

50 – 60 normostran  
tištěná/elektronická  
Čeština



### **Seznam odborné literatury:**

PROKOPOVÁ, I. Makromolekulární chemie. 2. vyd. Praha: VŠCHT Praha, 2007. ISBN 978-80-7080-662-3  
MHADHBI, M. Phase Change Materials and Their Applications. IntechOpen, 2018. ISBN: 978-1-78923-531-9

*Vedoucí práce:* prof. Ing. Jakub Wiener, Ph.D.  
Katedra materiálového inženýrství

*Datum zadání práce:* 28. května 2020  
*Předpokládaný termín odevzdání:* 28. května 2021

doc. Ing. Vladimír Bajzík, Ph.D.  
děkan

L.S.

Ing. Pavla Těšinová, Ph.D.  
vedoucí katedry

V Liberci dne 4. května 2021

## Prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci jsem vypracovala samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Jsem si vědoma toho, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědoma povinnosti informovat o této skutečnosti Technickou univerzitu v Liberci; v tomto případě má Technická univerzita v Liberci právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Současně čestně prohlašuji, že text elektronické podoby práce vložený do IS/STAG se shoduje s textem tištěné podoby práce.

Beru na vědomí, že má diplomová práce bude zveřejněna Technickou univerzitou v Liberci v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů.

Jsem si vědoma následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

19. května 2021

Bc. Markéta Sýkorová

## **Poděkování**

Chtěla bych poděkovat panu prof. Ing. Jakubu Wienerovi, Ph.D. za vedení mé diplomové práce, vstřícnost, trpělivost a cenné rady. Mé poděkování patří také Ing. Miroslavě Pechočiakové, Ph.D. za odbornou pomoc, ochotu a vstřícnost. Zároveň děkuji své rodině za podporu během celého studia.

## **Anotace**

Diplomová práce se zabývá materiály s fázovou přeměnou (PCM) a termochromními pigmenty. Cílem práce je nalezení optimální kombinace materiálu s fázovou přeměnou a termochromního pigmentu, kterou bude následně možné nanést na textilní materiál. Vhodná kombinace má být zvolena na základě teplot tání materiálu s fázovou přeměnou a teploty, kdy dochází k barevnému přechodu u termochromních pigmentů. Po nalezení vhodné kombinace dvou zmíněných materiálů je popsána také oblast využití takto upravených textilních materiálů.

## **Klíčová slova**

PCM, materiály s fázovou přeměnou, termochromní pigmenty, enkapsulace, mikrokapsule

## **Abstract**

The diploma thesis deals with phase change materials (PCM) and thermochromic pigments. The aim of the work is to find the optimal combination of phase change material and thermochromic pigment, which will then be possible to apply on textile material. The appropriate combination should be selected on the basis of the melting points of the phase change material and the temperature at which the color transition occurs for thermochromic pigments. In the experimental part, various ways of examining these parameters were performed. After finding a suitable combination of the two mentioned materials, the field of use of such modified textile materials is also described.

## **Keywords**

PCM, phase change materials, thermochromic pigments, encapsulation, microcapsules

# Obsah

|                                                               |    |
|---------------------------------------------------------------|----|
| Seznam použitých zkratk .....                                 | 9  |
| Úvod.....                                                     | 10 |
| Teoretická část .....                                         | 11 |
| 1 Enkapsulace .....                                           | 11 |
| 1.1 Používané materiály na výrobu kapsulí .....               | 12 |
| 1.1.1 Materiál jádra.....                                     | 12 |
| 1.1.2 Materiál polymerního obalu .....                        | 12 |
| 1.1.3 Další přísady .....                                     | 13 |
| 1.2 Metody enkapsulace.....                                   | 13 |
| 1.2.1 Chemické výrobní metody .....                           | 14 |
| 1.2.2 Fyzikálně-chemické metody.....                          | 16 |
| 2 Materiály s fázovou přeměnou – PCM .....                    | 16 |
| 2.1 PCM a mikrokapsule.....                                   | 18 |
| 2.1.1 Rozměry mikrokapsulí a jejich analýza .....             | 19 |
| 2.1.2 Obsah PCM v mikrokapsulích.....                         | 20 |
| 2.1.3 Mechanická stabilita mikrokapsulí.....                  | 20 |
| 2.1.4 Rovnoměrnost nánosu mikrokapsulí .....                  | 21 |
| 2.2 Druhy PCM materiálů .....                                 | 21 |
| 2.2.1 Organické PCM .....                                     | 22 |
| 2.2.2 Anorganické PCM .....                                   | 22 |
| 2.2.3 Eutektikum .....                                        | 23 |
| 2.3 Druhy polymerních obalů pro enkapsulaci PCM.....          | 23 |
| 2.4 Metody enkapsulace pro PCM .....                          | 23 |
| 3 Termochromní systém .....                                   | 24 |
| 3.1 Reversibilní termochromní organický systém .....          | 24 |
| 3.2 Reversibilní nepřímé termochromní systémy .....           | 24 |
| 3.3 Termochromní pigmenty .....                               | 25 |
| 4 Diferenční kompenzační (skenovací) kalorimetrie – DSC ..... | 26 |
| 5 Elektronová mikroskopie .....                               | 27 |
| 5.1 Transmisní elektronová mikroskopie (TEM).....             | 28 |
| 5.2 Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM).....             | 28 |
| Experimentální část.....                                      | 29 |

|                                                                                  |    |
|----------------------------------------------------------------------------------|----|
| 6 Analýza termochromních pigmentů.....                                           | 29 |
| 6.1 Použité termochromní pigmenty .....                                          | 29 |
| 6.2 Použité přístroje .....                                                      | 30 |
| 6.3 Experiment .....                                                             | 30 |
| 6.4 Dílčí výsledky .....                                                         | 31 |
| 7 Analýza velikosti částic termochromních pigmentů.....                          | 33 |
| 7.1 Dílčí závěr .....                                                            | 37 |
| 8 Kombinace PCM a termochromních pigmentů .....                                  | 38 |
| 8.1 Použité PCM materiály, termochromní pigmenty a textilní substrát.....        | 38 |
| 8.2 Experiment .....                                                             | 38 |
| 8.3 Dílčí výsledky .....                                                         | 41 |
| 9 Analýza termochromních pigmentů na DSC .....                                   | 41 |
| 9.1 Výsledky termické analýzy DSC .....                                          | 43 |
| 9.2 Porovnání teplot tání a tuhnutí .....                                        | 45 |
| 9.3 Dílčí výsledky .....                                                         | 46 |
| 10 Barevný přechod u termochromních pigmentů .....                               | 47 |
| 10.1 Experiment .....                                                            | 48 |
| 10.2 Dílčí výsledky .....                                                        | 52 |
| 11 Analýza intenzit barev během barevného přechodu u termochromních pigmentů ... | 53 |
| 11.1 Experiment .....                                                            | 53 |
| 11.2 Dílčí výsledky .....                                                        | 56 |
| 12 Analýza materiálů s fázovou přeměnou PCM na DSC.....                          | 57 |
| 12.1 Výsledky termické analýzy DSC .....                                         | 57 |
| 12.2 Dílčí výsledky .....                                                        | 60 |
| 13 Optimální kombinace termochromního pigmentu a PCM.....                        | 60 |
| 13.1 Porovnání teplot tání/tuhnutí u termochromních pigmentů a PCM .....         | 61 |
| 13.2 Dílčí výsledky .....                                                        | 62 |
| 14 Praktické uplatnění v oděvních a technických textiliích .....                 | 64 |
| 15 Závěr .....                                                                   | 65 |
| Seznam použitých zdrojů.....                                                     | 67 |
| Seznam obrázků.....                                                              | 71 |
| Seznam tabulek.....                                                              | 72 |

## Seznam použitých zkratk

|            |                                                     |
|------------|-----------------------------------------------------|
| apod.      | a podobně                                           |
| atd.       | a tak dále                                          |
| DSC        | Diferenční skenovací kalorimetrie                   |
| IŠ         | intenzita šedi                                      |
| IR         | intenzita červené                                   |
| IG         | intenzita zelené                                    |
| IB         | intenzita modré                                     |
| IK         | infrakamera                                         |
| např.      | například                                           |
| PCM        | Phase Change Material – materiál s fázovou přeměnou |
| PEG        | polyethylenglykol                                   |
| RGB        | červená-zelená-modrá                                |
| SEM        | Rastrovací elektronová mikroskopie                  |
| sm. odch.  | směrodatná odchylka                                 |
| TEM        | Transmisní elektronová mikroskopie                  |
| tzn.       | to znamená                                          |
| UV záření  | ultrafialové záření                                 |
| var. koef. | variační koeficient                                 |

## Úvod

Výroba kapsulí a jejich následné použití ovlivnilo velkou část vědních oborů. S používáním kapsulí je dnes možné se setkat v chemickém průmyslu, potravinářství, farmaceutickém průmyslu, medicíně a v neposlední řadě také v textilním průmyslu.

Do kapsulí je možné zakomponovat velké množství látek s různými vlastnostmi, proto je jejich využití velmi široké. Z tohoto důvodu není snadné je klasifikovat a rozdělovat do kategorií. Každá kapsule může vzniknout jiným způsobem, což závisí na vlastnosti, kterou nese a použitým materiálu, který ji tvoří.

Kapsule jsou tvořené jádrem s aktivní komponentou a polymerním obalem, který celou kapsuli uzavírá a chrání ji proti poškození. Materiálů, z kterých mohou být kapsule vyrobeny, je spousta. Výběr závisí hlavně na následném účelu použití. Při volbě je důležité sledovat afinitu jádra a obalu.

Obsah kapsulí může například tvořit PCM neboli materiál s fázovou přeměnou. Jsou to materiály, u nichž dochází k uvolnění, ukládání a absorbování tepla v průběhu změn mezi jejich pevnou a kapalnou formou. V současné době se tento typ mikrokapsulí používá v různých odvětvích od stavebnictví až po textilní průmysl.

Na textilní materiály lze nanést mikrokapsule s PCM a současně také termochromní pigmenty, čímž se u takto upravených textilií dosáhne vzniku nových vlastností. Termochromní pigmenty mění svou barvu při změně teploty a mohou výrobek ozvláštnit, ale zároveň mohou sloužit také jako teplotní ukazatelé v nebezpečných podmínkách.

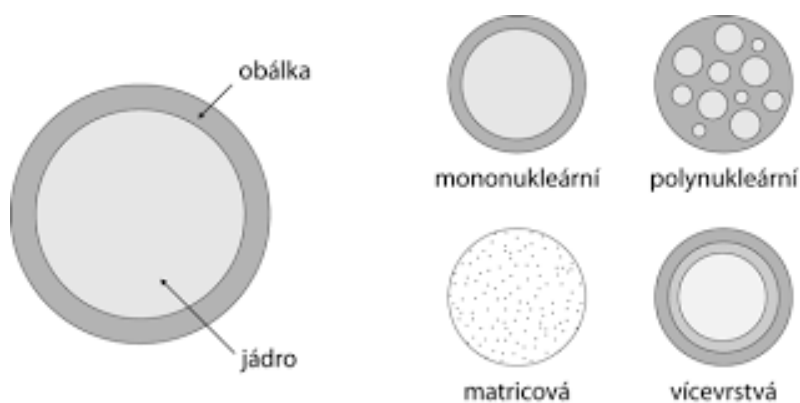
Cílem diplomové práce je nalezení vhodné kombinace zmíněných mikrokapsulí s PCM materiálem a termochromních pigmentů.

# Teoretická část

## 1 Enkapsulace

Enkapsulace je proces, jehož princip spočívá v nanášení tenkého filmu na kapky nebo částice za účelem získání kapsulí o velmi malé velikosti. Tato velikost se pohybuje v rozmezí od nanometrů po mikrometry. Vzniklá kapsule se skládá ze dvou částí, a to z jádra tvořeného aktivní komponentou a z polymerního obalu, který má za úkol uzavřít kapsuli. [1] Polymerní obal kapsule slouží také k ochraně proti různým vlivům, které mohou kapsuli poškodit.

Tvar kapsule je nejčastěji pravidelný kruhovitý, ale mohou být i kapsule nepravidelného tvaru. [2] Morfologie neboli forma a struktura kapsule se odvíjí od zvolených materiálů pro tvorbu jádra i polymerního obalu. Záleží také na procesu formování právě zmíněného obalu. Druhy morfologie kapsulí mohou být *mononukleární*, kdy obsahují pouze jádro a polymerní obal; *polynukleární*, kdy je více jader obsažených v jedné obálce; *monolitická (matricová)*, kde je jádro rozloženo do bodů v polymerní matici nebo *vícevrstvá*, kdy je jádro chráněno vícevrstvným obalem. [3] Jednotlivé morfologické druhy kapsulí je možné vidět na Obrázku 1.



Obrázek 1 - Morfologické druhy kapsulí [2]

Proces mikroenkapsulace má spoustu výhod. Hlavními z nich jsou:

- ochrana materiálů, které jsou nestabilní nebo příliš citlivé, před jejich následným použitím
- zlepšení zpracovatelských vlastností jako jsou rozpustnost, tekutost, dispergace
- zamaskování zápachu
- možnost manipulovat s kapalinami jako s pevnými látkami [4, 5]

## **1.1 Používané materiály na výrobu kapsulí**

Mezi parametry, které ovlivňují, jak rychle dojde k uvolnění aktivní částice uložené v jádru, je možné zařadit chemickou strukturu a molární hmotnost polymeru, velikost částic, poměr mezi tloušťkou vrstev jádra a obalu anebo materiál, z kterého jsou obě komponenty vyrobeny. Dostatečná tloušťka polymerního obalu je mimo jiné důležitá také z hlediska skladování kapsulí. [6]

### **1.1.1 Materiál jádra**

Jádrem kapsule se může stát víceméně jakákoli látka. Enkapsulace je totiž možná pro všechna skupenství, i když podmínky pro jejich vytvoření jsou rozdílné. Materiál, ze kterého je jádro tvořeno, je často enkapsulován ve formě emulze, suspenze či roztoku. [7] Aby mohla kapsule vzniknout, je důležité volit materiály jádra a obalu tak, aby byly vůči sobě snášlivé. Výběr materiálu pro tvorbu jádra závisí také na oboru, ve kterém bude výsledný produkt používán. [6] V této diplomové práci budu pracovat s kapsulemi s obsahem PCM (Phase Change Material) v překladu tedy materiál s fázovou změnou, které budou použity v textilním průmyslu. Kapsule proto budou obsahovat materiály, které jsou žádoucí pro toto použití. PCM použitý v kapsulích je materiál, který se schopen uchovávat a uvolňovat velké množství energie [8], dále následuje podrobnější popis.

Příklady, ve kterých odvětvích je možné enkapsulované látky použít:

- chemikálie používané pro potisk (barviva a pigmenty)
- léčiva, vakcíny
- přípravky pro zemědělský průmysl (hnojiva, insekticidy, herbicidy)
- adheziva (polymery a rozpouštědla)
- přípravky pro potravinářský průmysl (ochucovadla, stabilizátory) [1]

### **1.1.2 Materiál polymerního obalu**

Při výrobě polymerního obalu už záleží na výběru použité látky, jelikož některé jsou vhodné více jiné méně. Materiál se vybírá z přírodních i syntetických polymerů. Nejdůležitějším faktorem je schopnost polymeru udržet se na povrchu aktivní látky, ze které je tvořeno jádro. [6] Vzájemná snášlivost těchto dvou komponent je důležitá nejen pro vznik samotné kapsule, ale i pro následné používání. Při výběru polymeru záleží, zda vyhovuje podmínkám, ve kterých budeme hotovou kapsuli užívat. Budeme-li například používat kapsule v lékařském průmyslu, je důležité, aby byly komponenty

zdravotně nezávadné, netoxické a splňovaly spoustu dalších důležitých kritérií. V každém odvětví budou tyto specifikace odlišné, proto je důležité je znát již na začátku.

Na polymerní obal můžeme klást požadavek i na chemické a mechanické vlastnosti. [6] Je nutné, aby byl stabilní, pevný, schopný odolat porušení se ve výrobě, elastický a splňoval i další vlastnosti, které souvisejí s praktickým užíváním.

Příklady polymerů vhodných k enkapsulaci je možné vidět v Tabulce 1.

Tabulka 1 - Příklady polymerů [9]

| Typ polymeru               | Příklady                                                    |
|----------------------------|-------------------------------------------------------------|
| <b>přírodní polymery</b>   |                                                             |
| polysacharidy              | algináty, celulóza, arabská guma, pektin, škrob             |
| deriváty celulózy          | etyl-, metyl-, acetáty celulózy                             |
| proteiny                   | želatina, kasein, glutin, fibrinogen                        |
| polyhydroxykyseliny        | polyhydroxyalkanoáty (PHA)                                  |
| <b>syntetické polymery</b> |                                                             |
| polykondenzáty             | polyuretany, polymočoviny, fenolové pryskyřice, silikony    |
| polyestery                 | PET                                                         |
| polyhydroxidové kyseliny   | polylaktáty, polyglykoláty, polykaprolaktany                |
| polyanhydridy              | polyanhydridy lineárních, cyklických a aromatických kyselin |
| polyamidy                  | nylon 6-10, polylysin                                       |
| vinylové polymery          | polystyren, polyarylamidy                                   |

### 1.1.3 Další přísady

Do polymerního obalu je při výrobě kapsulí možné zařadit také velké množství přísad, které mohou ovlivňovat chování vzniklých kapsulí. Do polymerního obalu mohou být začleněny pigmenty nebo různé urychlovače procesů, ať už to jsou aktivátory či katalyzátory. Další používanou přísadou jsou látky přispívající ke snížení krystalinity polymeru, nazývají se aditiva. [6]

V procesu enkapsulace lze použít také látky, které neovlivňují konečné vlastnosti produktu, ale jsou nápomocné při samotné tvorbě kapsulí.

## 1.2 Metody enkapsulace

Enkapsulace (někdy také mikroenkapsulace) je zjednodušeně řečeno obalování aktivní komponenty, která tvoří jádro, do polymerního obalu. Jejím cílem je zvýšení stability, účinnosti a dalších vlastností potřebných pro použití v různých oborech (chemický

průmysl, potravinářský průmysl atd.) Vše se odvíjí od zvolené metody pro výrobu kapsulí. Zvolená metoda výroby má také vliv na následnou chemickou reakci.

Mezi hlavní důvody enkapsulace je možné zařadit separaci reaktivních složek ve směsích, ochrana okolního prostředí, kontrolovatelné a časované uvolňování látek, maskování zápachu, transport aktivních látek do specifického místa atd. [10]

Metody, které lze pro výrobu použít, lze rozdělit do tří hlavních kategorií, a to na metody chemické, fyzikálně-chemické a mechanické, z toho má každá kategorie ještě několik podkategorií. Vzniká-li polymer přímo na místě výroby, jsou to metody polymerace a polykondenzace, které patří do chemických metod. Během fyzikálně-chemické metody se pracuje s formulací již vzniklého polymeru, což je hlavní rozdíl oproti chemickým metodám. K těmto postupům patří síťování, vyloučení rozpouštědla apod. Existují i postupy, které patří do obou těchto popsaných metod, jedná se např. o zesíťování. Mezi mechanické metody lze zařadit rozprašování, srážení par nebo mletí na mikročástice. [6] Všechny metody spolu mohou velmi blízce souviset a ležet tedy na rozhraní těchto rozdělení.

Zvolení správné metody se odvíjí od druhu použitého materiálu, každá metoda totiž vyžaduje specifické vlastnosti od zvolených polymerů, aby mohla být správně použita.

### **1.2.1 Chemické výrobní metody**

#### **Polymerizace**

Proces polymerizace lze rozdělit na emulzní, suspenzní a disperzní polymeraci. Metodou emulzní se vyrábějí např. kapsule s obsahem pigmentů, plnidel, kontrastních látek nebo absorbentů (aktivní uhlí). V procesu se zabaluje jádro do vznikajícího polymeru. Je velmi důležité, aby byla mezi jádrem a polymerem afinita. Pokud k afinitě nedochází je možné povrch jádra modifikovat. [7] Během procesu je důležité dbát, aby nedocházelo ke slepování nebo jinému spojování jednotlivých kapsulí.

Celý proces polymerace je řetězová chemická reakce, při níž dochází ke vzniku makromolekuly polymeru. Výsledkem polymerace je makromolekulární řetězec, který narůstá za velmi krátkou dobu. Při polymeraci nevznikají žádné vedlejší chemické produkty. Rychlost polymerizace stejně jako velikost vznikajících makromolekul je ovlivněna rychlostí jednotlivých dějů polymerace. [11] Proces polymerace začíná jejím zahájením, kterému se říká iniciace, kdy dojde k aktivaci monomeru. Následuje

propagace, což je doba, kdy dochází k růstu řetězce a k uvolňování reakčního tepla, které musí být odváděno. Konečnou fází je terminace, což je ukončení růstu řetězce. [12]

### **Emulzní polymerace**

Emulzní polymerace je polymerace prováděna ve vodném prostředí, ve kterém jsou přítomny povrchově aktivní látky, kterým se říká tenzidy. Polymerace je spouštěna iniciátory rozpustnými ve vodě. Polymeraci lze provádět i s monomery, které jsou nerozpustné ve vodě. [13, 14] Monomer je obsažen částečně ve formě micel a částečně ve formě kapiček. Částice mají průměr v desítkách až stovkách nanometrů. [3] Při emulzní polymeraci vznikají disperze polymeru ve vodě.

### **Disperzní polymerace**

Monomer, který obsahuje iniciátor, se za pomoci míchání rozptýlí ve vodě na malé částičky. Mícháním je určena distribuce jejich velikosti, dochází k překonávání povrchového napětí, které směřuje ke spojení všech částiček k sobě. Jak dochází k přeměně monomeru na polymer, tak stoupá viskozita a také lepkavost částiček, což by mohlo znamenat jejich slepení do velkých shluků, což je nežádoucí. [6]

### **Suspenzní polymerace**

Jak uvádí Prokopová: „Suspenzní polymerace, které se někdy říká také perličková, probíhá od samého počátku v heterogenním prostředí. Monomer, který obsahuje rozpuštěný iniciátor, je dispergován v kapalině, s níž se nemísí, nejčastěji ve vodě.“ [15] Velikost kapiček je určena teplotou, poměrem vodné a monomerní fáze a rychlostí míchání. U každé z kapiček dojde k polymeraci v monomerní fázi. [16]

### **In situ mikroenkapsulace**

Při této metodě dochází k chemické reakci mezi dvěma nesmíselnými kapalinami v kontinuální fázi. Monomer je rozpustný v kontinuální fázi, ovšem polymer, který vzniká, již nikoli. Proces In situ je tvořen těmito kroky: tvorba emulze, následné přidání prepolymeru do kontinuální fáze, aby došlo k vytvoření obalu mikrokapsule (zde může předcházet příprava tohoto prepolymeru), dalším krokem je polymerace. [3] Po těchto krocích následuje ještě mytí a sušení.

### **1.2.2 Fyzikálně-chemické metody**

#### **Koacervace**

Jedná se o proces, kdy dochází k rozdělení polymerního roztoku na dvě navzájem nemísitelné kapalně fáze, které se označují jako koacervát, což je fáze bohatá na polymer a koacervační médium, což je fáze chudá na polymer.

Koacervaci lze rozdělit na dvě kategorie – jednoduchá a komplexní koacervace. U obou metod je proces tvorby mikrokapsule stejný, rozdíl nastává ve způsobu, jakým dojde k fázovému rozdělení. Během jednoduché koacervace dochází k interakci mezi rozpuštěným polymerem s nízkomolekulární látkou. Během komplexní koacervace dojde ke smíchání dvou opačně nabitých polymerů v rozpouštědle, kterým je nejčastěji voda. Tato zmíněná metoda se používá nejčastěji pro mikrokapsule, které obsahují vonné oleje, barviva nebo pigmenty. U jednoduché i komplexní koacervace dochází k usazování malých kapek nebo k jejich spojování, což má za následek vytvoření oddělené koacervační fáze. [4, 17]

#### **Sol-gel enkapsulace**

Jedná se o polykondenzační reakci, během níž dochází k transformaci kapalného systému (koloidní sol) na pevnou fázi (gel). [18]

## **2 Materiály s fázovou přeměnou – PCM**

Zkratka PCM vychází z anglického spojení Phase Change Materials. Škrabalová ve své práci uvádí: „Jedná se o materiály využívající skrytého tepla, které může být uloženo v materiálu, anebo z něj může být uvolněno v úzkém rozmezí teplot. PCM mají tu vlastnost, že dokáží změnit svůj stav v určitém teplotním rozsahu.“ [19]

Technologie je založena na tom, že na základě teplotních změn organismu nebo okolí dojde ke změně skupenství PCM materiálu. Materiály pohlcují v průběhu ohřevu teplo a jejich teplota se tedy zvyšuje. Dojde-li k obrácenému ději, tedy k ochlazení, akumulovaná energie uvnitř materiálů se začne uvolňovat do prostoru a materiál chladne a jeho teplota tedy klesá. [20] Princip fázové přeměny je založen na tom, že materiál přechází z jednoho fyzikálního stavu do druhého. Jedná se například o přechod z pevného skupenství do kapalného a naopak.

Technologie, kdy se začaly PCM v podobě mikrokapsulí přidávat do struktury textilií pro zlepšení jejich tepelného výkonu, vznikla v 80. letech 20. století během výzkumu NASA. Textilie byly vyvíjeny pro tvorbu obleků pro astronauty, kdy mělo dojít ke zlepšení ochrany proti extrémním výkyvům teplot, kterým jsou astronauti v kosmickém prostoru vystavováni. [21] V dnešní době jsou tyto materiály využívány i na výrobcích určených pro běžné spotřebitele.

Běžný textilní materiál je schopen absorbovat teplo přibližně 1 J/g při růstu teploty o 1 °C. Dojde-li k porovnání absorpce tepla procesu tání PCM s hodnotou pro normální proces zahřívání, tak se absorbuje větší teplo, pokud PCM taje. Použije-li se například parafinový PCM, který absorbuje teplo kolem 200 J/g během procesu tání, je toto množství tepla, které parafin přijal během tání, uvolňováno do okolí v procesu chlazení, které začíná na teplotě krystalizace této látky. Porovná-li se kapacita úložiště tepla u textilie a PCM, dojde se ke zjištění, že po aplikaci parafinového PCM na textilií je zásadně zvýšena tato kapacita. [22] PCM lze tedy považovat za slibný zdroj uložení tepla.

Parafiny se v textiliích nacházejí v kapalném nebo pevném stavu. Ovšem, aby nedocházelo k jejich rozpouštění, jsou-li v kapalném stavu, používá se pro jejich aplikaci metoda enkapsulace. Tedy uzavření do malých kulovitých útvarů, které měří jen několik mikrometrů. [22] Jedná se o mikrokapsule obsahující PCM.

V současné době se zlepšují vlastnosti textilií právě díky použití mikrokapsulí s PCM. Od textilií se očekává, že zajistí tepelnou rovnováhu mezi teplem, které produkuje tělo během námahy a teplem, které se uvolňuje do okolí. Tohoto požadavku se dá dosáhnout, pokud se použijí PCM materiály, které zajistí termoregulační vlastnosti textilie. Před aplikací se provede enkapsulace PCM. Velikost mikrokapsulí je v takových případech v rozpětí mezi 1  $\mu\text{m}$  až 40  $\mu\text{m}$ . PCM se v této podobě aplikuje do struktury textilie. [23] Enkapsulované PCM je odolné vůči teplu, mechanickému poškození a většině chemikálií.

PCM se objevuje v textilních materiálech pro různá použití, především ale v outdoorovém oblečení anebo u domácího textilu jako jsou deky nebo matrace. Hojně jsou využívány také ve zdravotnictví, průmyslu anebo pro armádní účely. Materiály mají za úkol chránit nejen proti chladu, ale také proti přehřátí. Mají tedy zajistit správnou termoregulaci.

Mikrokapsule reagují na teplotní výkyvy dvěma způsoby:

- a) Roste-li teplota z důvodu vyšší okolní teploty, dochází k tomu, že mikrokapsule absorbují teplo, které odtahují ze svého okolí a ukládají nadbytečnou energii. Dochází k tání PCM materiálu.
- b) Snižuje-li se teplota z důvodu nižší okolní teploty, mikrokapsule s PCM uvolňují předchozí uložené teplo. [23]

K uvolnění, ukládání a absorbování tepla dochází u těchto materiálů v průběhu změn mezi jejich pevnou a kapalnou formou. Během přechodu do pevného stavu dochází k odevzdávání tepla a naopak, pokud se vracejí do stavu kapalného, tak teplo absorbují. Mikrokapsule s obsahem PCM mohou být začleněny přímo do textilních struktur a vláken nebo jimi může být pokrytý povrch vláken.

Kapsule jsou PCM plněny z 80-85 % a jejich velikost se nejčastěji pohybuje v rozmezí od 20 do 40  $\mu\text{m}$ . Způsob, kdy se kapsule umísťují přímo do vlákna, nijak neovlivňuje následné zpracování jako je pletení, barvení atd. Vlákná se plní kapsulemi z 5-10 %. [24] A v takovém případě je PCM permanentně spojeno s vláknem.

## 2.1 PCM a mikrokapsule

V mikrokapsulích se může nacházet jakýkoli typ PCM, jeho chemický základ není při testování podstatný. Materiály PCM musí být enkapsulovány, aby mohly být použity pro další zpracování a neunikaly v kapalném stavu. [2] Na textiliích se aplikují nejčastěji v podobě (vodné) suspenze. Z technologického i uživatelského hlediska mají význam tyto vlastnosti mikrokapsulí:

- Rozměry mikrokapsulí
- Obsah PCM v mikrokapsulích
- Obsah sušiny v suspenzi
- Mechanická stabilita mikrokapsulí
- Tepelná stabilita mikrokapsulí
- Rovnoměrnost nánosu mikrokapsulí

Existují další vlastnosti, které souvisí pouze zprostředkovaně přes povrchové vlastnosti a použitý pojivový systém. Je to například odolnost v oděru, stabilita v zátěrové pastě atd. Vliv na vlastnosti má také metoda nánosu mikrokapsulí a vlastnosti použité textilie. U enkapsulace PCM je nutné dbát na to, aby byl polymerní obal, ve kterém bude PCM

zapouzdřeno, dostatečně silný a vydržel napětí vznikající v důsledku objemových změn během procesu fázové změny PCM. [2] Na enkapsulaci PCM existují tyto požadavky:

- polymerní obal uloženého PCM musí zamezit jeho úniku
- v jádru se nesmí nacházet žádné nečistoty (nepropustnost obalu)
- tloušťka potahového materiálu, zvolena tak, aby nedošlo k poškození během mechanického nebo tepelného namáhání

### **2.1.1 Rozměry mikrokapsulí a jejich analýza**

Důležitým popisným kritériem u mikrokapsulí je jejich rozměr. Pozitivní vlastnosti u mikrokapsulí jsou: snadná aplikovatelnost, stabilita suspenzí, kombinovatelnost s vláknými materiály. Naopak nevýhodou velmi malých mikrokapsulí je obvykle vysoký obsah polymerního obalu a relativně nízký obsah PCM.

Metody analýzy pro mikrokapsule běžné velikosti, které se používají pro aplikaci PCM do textilií, jsou založené především na fyzikální interakci mikrokapsulí se zářením. Například to mohou být metody založené na rozptylu světla, optická mikroskopie nebo elektronová mikroskopie.

V návaznosti na rozmezí velikostí mikrokapsulí není vhodnou metodou mechanické oddělování mikrokapsulí pomocí filtrace. Jelikož mají mikrokapsule odchylky tvaru od ideální koule a také dochází k rozdílnému indexu lomu PCM a polymerního obalu, není vhodné zkoumat ani rozdíl světla. Obě metody způsobují zkreslení výsledků měření.

Pro orientační analýzu velikosti mikrokapsulí je vhodná optická mikroskopie. Pouze orientační je z důvodu měření malého množství mikrokapsulí, malé hloubky ostrosti snímků a obtížnosti přípravy preparátů, které chceme analyzovat. Další metody, které by pro analýzu připadaly v úvahu jsou počítačová tomografie nebo konfokální mikroskopie, ovšem s ohledem na dostupnost metod a dobu měření je není možné zcela doporučit. [22]

Nejvhodnější metodou pro analýzu velikosti mikrokapsulí je elektronová mikroskopie, která umožňuje měření v celé škále velikostí běžně užívaných mikrokapsulí. Na základě získaných snímků je možné zjišťovat nejen velikost, ale také tvar analyzovaných mikrokapsulí.

### **2.1.2 Obsah PCM v mikrokapsulích**

Ke stanovení obsahu PCM v mikrokapsulích se dá využít řada metod, které využívají různé vlastnosti PCM a polymerního obalu mikrokapsule.

Známe-li vlastnosti použitého polymeru a PCM, je možné zjistit obsah PCM v mikrokapsulích na základě zjištění hustoty mikrokapsulí. Touto metodou lze snadno určit průměrný obsah PCM za pomoci pyknometrické metody. Je možné použít kolonu s gradientem místo pyknometru, pak nedochází k hodnocení mikrokapsulí jednotlivě. Během této metody dochází k tomu, že se mikrokapsule v gradientové koloně samy třídí podle obsahu PCM. Dále je možné ověřit také rovnoměrnost vlastností u testovaných kapsulí. Použití této metody je vhodné u kapsulí větších rozměru, které je možné detekovat v gradientové koloně. Před měřením hustoty je doporučeno zbavit kapsule případných dispergátorů, aby kvůli elektrickému náboji v mikrokapsulích nedošlo k umělému zvyšování rozptylu naměřených hodnot. [22]

Vhodnou a nejčastěji používanou metodou při zjišťování obsahu PCM v mikrokapsulích je měření termických charakteristik pomocí diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC). Princip DSC spočívá v kvantifikaci termických charakteristik sledované látky v podobě tepla potřebného pro ohřev či chlazení při zvoleném teplotním gradientu. [22] Během fázových změn PCM nedochází ke změnám polymeru mikrokapsulí, ale přechody souvisí pouze s obsaženým PCM. Pokud je k dispozici vzorek v čisté podobě, pak je možné stanovit obsah PCM v mikrokapsulích s přesností na jednotky procent.

Je nutné nezanedbat obsah vlhkosti, kterou absorbují především hydrofilní PCM jako je například polyethylenglykol (PEG).

### **2.1.3 Mechanická stabilita mikrokapsulí**

Mikrokapsule s obsahem PCM mají zásadní výhodu oproti použití volného PCM a tou je jejich trvanlivost na textilií. Při použití volného PCM dochází k jeho odstraňování v průběhu praní, dochází také ke změně barevnosti textilie způsobené změnami rozptylu světla. Dále může volné PCM způsobovat zápach textilie, anebo může být nepříjemné z hlediska toxikologického.

Při prokazování, zda se jedná o PCM volné anebo v mikrokapsulích, je nutné znát vlastnosti polymeru, který tvoří stěnu kapsule. Hlavní je znát jeho propustnost, protože pokud by byl polymer nepropustný, je možné použít rozpouštědlo vhodné k rozpuštění

PCM, následně oddělit z roztoku tuhý podíl (mikrokapsule) a za pomoci DSC stanovit obsah PCM v odparku.

Lze použít také obecnější metodu, kterou je detekce prasklých mikrokapsulí pomocí elektronové mikroskopie, díky níž lze kontrolovat stav jednotlivých mikrokapsulí. Pokud je zjištěno značné poškození kapsulí, je možné odsát roztavené PCM do vhodného absorbéru a v něm následně detekovat PCM pomocí DSC. Jako absorbér je vhodné použít kompaktní nanovláknennou vrstvu, která díky malým pórům nezadrží velké mikrokapsule, ale pohltí PCM. [22]

Pro využívání v textilních aplikacích by mikrokapsule měly být odolné proti mechanickému poškození, ke kterému dochází během přípravy zátěru vlivem míchání a také při samotném užívání textilie, kdy je textilie vystavována tlaku nebo může docházet k oděru. Kontrola celistvosti mikrokapsulí může probíhat pomocí elektronové mikroskopie nebo po odsátí roztaveného PCM do nanovláknenného absorbéru metodou DSC. Důležité je dbát také na tepelnou stabilitu mikrokapsulí, které jsou vystavovány například při žehlení textilie.

#### **2.1.4 Rovnoměrnost nánosu mikrokapsulí**

Nános mikrokapsulí na textilií je prováděn plošně s konstantní plošnou koncentrací, která souvisí s použitou technologií nánosu. Pokud nebude koncentrace mikrokapsulí konstantní, nebudou splněny funkce textilie.

Pro měření rovnoměrnosti nánosu je možné použít analýzu plošné hmotnosti, je nutné ovšem akceptovat větší chybu měření. Další možností je využití termokamery ke sledování termického chování textilie s PCM při ohřevu a chlazení. Zde nastávají ovšem problémy s rovnoměrným ohřevem textilie, jelikož dochází k nerovnoměrnému kontaktu mezi vzorkem a vyhřívanou deskou.

K rovnoměrnému ohřevu textilie s obsahem PCM je možné použít odporový drát. Pokud se testovaná textilie položí na odporový drát a zakryje se sklem, může se pomocí infrakamery získat spolehlivější výsledek než jakého lze dosáhnout bez odporového drátu.

### **2.2 Druhy PCM materiálů**

Materiál, který je potažen polymerním obalem, a tedy tvoří jádro po enkapsulaci materiálu, může být kapalném nebo pevném stavu, což závisí na teplotě. Pevné jádro

může tvořit buď jeden materiál anebo směs se stabilizátory, ředidly, pomocnými látkami nebo zpomalovači rychlosti uvolňování. Hlavní vlastností, kterou je důležité brát v úvahu, je schopnost PCM mít vysokou kapacitu akumulace tepelné energie. [2] Obecně lze materiály PCM rozdělit na organické a anorganické. Anorganické PCM, mají vyšší kapacitu akumulace tepelné energie než organické PCM.

### **2.2.1 Organické PCM**

Do této skupiny patří především PCM parafin nebo mastné kyseliny. Hlavními výhodami jsou chemická stabilita, fakt, že jsou recyklovatelné a nedochází u nich k podchlazení a pokud se využívají například ve stavebnictví, tak u nich nedochází ke korozi. Naopak nevýhody organických PCM jsou hořlavost, nízká tepelná vodivost a entalpie fázové změny je u nich nižší než u jiných typů PCM.

#### **Parafin**

Chemická látka, která se vyrábí jako vedlejší produkt z rafinace ropy. Skládá se z atomů uhlíku a vodíku spojených jednoduchými vazbami.

#### **Mastné kyseliny**

Jedná se o karboxylovou kyselinu dlouhým uhlovodíkovým řetězcem uhlíku a atomy vodíku. PCM mastných kyselin jsou chemicky a tepelně stabilní. Mastné kyseliny mohou být nasycené nebo nenasycené. Nenasycené mastné kyseliny mají nižší teplotu tání, kvůli molekulární struktuře, která umožňuje užší molekulární interakce. Prostřednictvím smíchání několika různých mastných kyselin je možné vytvořit PCM s různými teplotami tání. [2]

### **2.2.2 Anorganické PCM**

Anorganické PCM má více nevýhod než organické PCM. Mezi hlavní nevýhody patří vyšší podchlazení, fázová segregace nebo nedostatečná tepelná stabilita. Naopak oproti organickým PCM má vyšší entalpii fázových změn. Mezi anorganické PCM patří solné hydráty, soli a kovy.

#### **Solné hydráty**

Jsou to anorganické soli, které zůstávají pevné při pokojové teplotě. Ovšem po dosažení teploty tání se začnou rozpouštět.

## **Soli**

Jedná se o anorganické soli, které se používají, pokud je zapotřebí většího teplotního rozmezí. Mají nižší entalpii než solné hydráty.

## **Kovy**

Další podkategorií anorganických PCM jsou kovy. Tento typ PCM má vysokou tepelnou vodivost, nízké měrné teplo a nízký tlak par. [2]

### **2.2.3 Eutektikum**

Eutektikum je struktura vytvořena krystaly, které vznikají při současném tuhnutí dvou látek. Ke vzniku čistého eutektika je potřeba, aby byl poměr mísících se složek takový, aby teplota tuhnutí směsi byla, co nejnižší. [25] Kombinace mohou být organické – organické, anorganické – anorganické nebo anorganické – organické. [2] Eutektické směsi jsou také vhodné k použití jako PCM.

## **2.3 Druhy polymerních obalů pro enkapsulaci PCM**

Jako polymerní obal pro enkapsulaci PCM je možné použít více než 50 různých polymerů. Materiály určené pro zapouzdření PCM musí splňovat určité požadavky. Polymer musí být schopen vytvořit tenký film, který musí být soudržný s materiálem jádra, poddajný a stabilní. Měl by být chemicky kompatibilní a nereaktivní. Měl by splňovat požadavky na pevnost, pružnost, nepropustnost, odolnost proti mechanickému poškození a stabilitu. [2] Tloušťka nanášeného filmu závisí na druhu potahovaného materiálu a může se lišit v závislosti na jeho povrchu.

## **2.4 Metody enkapsulace pro PCM**

Systém jádro – obal je klíčovým pro výrobu mikrokapsulí. Obal chrání jádro, které obsahuje aktivní materiál, v tomto případě PCM. Volba vhodné metody enkapsulace závisí na způsobu použití, druhu materiálu, který tvoří jádro a procesu, kterým bude polymerní obal nanášen.

Rozlišujeme tyto druhy:

- Monomolekulární (jádro – plášť): jedno jádro zapouzdřené v souvislém polymerním obalu
- Polynukleární: mnoho jader potažených souvislým polymerním obalem
- Maticové zapouzdření: materiál jádra je homogenně distribuován do materiálu obalu
- Vícevrstvá folie: jádro potažené vícevrstevným souvislým obalem [2]

Následně dochází k metodám enkapsulace, které jsou popsány výše.

### **3 Termochromní systém**

Termochromní barvy mohou u produktů zlepšit estetickou funkci, kdy výrobek ozvláštní efektem se změnou barevnosti, ale také mohou plnit funkčnost, a to například jako teplotní ukazatelé. Za termochromní materiály je možné označit takové, které při změně teploty změní svou barvu.

Termochromismus definoval ve své práci J. H. Day jako reversibilní barevnou změnu, která je způsobena bodem varu tekutiny, v případě roztoku bodem varu rozpouštědla nebo bodem tání v případě pevných látek. Zmíněná definice se dá aplikovat na většinu organických nebo anorganických látek, označení termochromní se dá ovšem aplikovat i v technických oblastech, kde je potřeba i jiného externího podnětu spolu s teplotou sledované barevné změny, jsou to například termochromní pigmenty. [26]

#### **3.1 Reversibilní termochromní organický systém**

U tohoto systému způsobuje změnu barvy v chromoforu samotný ohřev. Není potřeba přidávat jiné činidlo. Jakmile dojde k odstranění zdroje tepla, začne se barva vracet do tepelně stabilního stavu a původního zabarvení. [26]

#### **3.2 Reversibilní nepřímé termochromní systémy**

Použití termochromních sloučenin je limitováno tím, že pro dosažení barevného efektu je zapotřebí dosažení vysoké teploty (většinou okolo 400 °C). V těchto systémech nejsou barviva sama o sobě termochromní, ale ke změně barvy u nich dochází během přechodu z různých fyzikálních stavů za zvyšování nebo snižování teploty okolí. [26]

### 3.3 Termochromní pigmenty

Termochromní pigmenty jsou kompozitní materiály a skládají se ze tří následujících složek:

- pH citlivé barvivo
- protonový donor, který působí jako barevná vývojka
- hydrofobní netěkavé pomocné rozpouštědlo

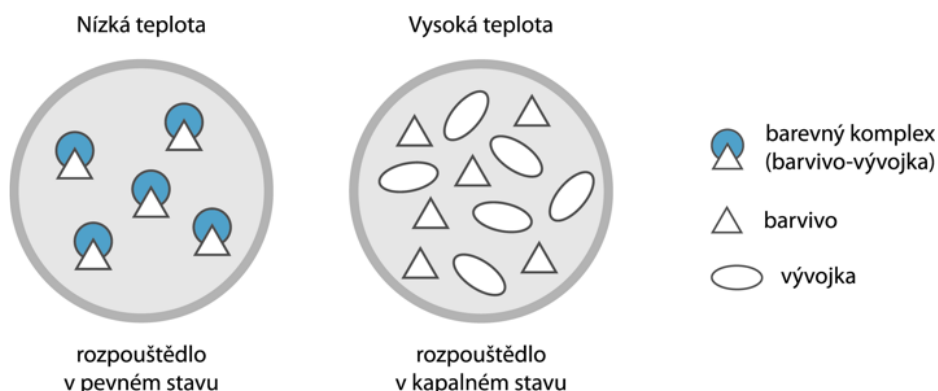
Pro dosažení požadovaného efektu jsou výše zmíněné složky smíchány ve specifickém poměru a následně enkapsulovány, aby byl systém chráněný během následných aplikací. Typicky využívaná barviva jsou tzv. leuko barviva, která patří do skupiny spirolaktonů nebo fluoranů. Stabilita pigmentu proti vnějším vlivům je zajištěna pomocí enkapsulace, kdy se vrství tenký polymerní film z dispergovaných částic, které jsou v kapalně či pevné fázi. [26] Tato nanosená vrstva je neprodyšná.

K barevné reakci u pH citlivých barviv dochází vlivem působení slabé kyseliny, která způsobí otevření kruhu bezbarvé formy laktonu. Tyto látky je možné použít jako barevné vývojky, mezi nejvýznamnější patří Bisphenol A, který způsobuje vysoce kontrastní barevnou změnu a vyvíjí brilantní barvy. Jako pomocná rozpouštědla se často používají mastné kyseliny s nízkým bodem tání, estery nebo alkoholy. U termochromních systémů složí rozpouštědlo jako prostředí, ve kterém dochází k interakci mezi vývojkou a barvivem. Během výroby pigmentů dojde k roztavení a následnému ochlazení barevné báze, vývojky a pomocného rozpouštědla, čímž dojde ke vzniku barevného pigmentu. U výsledného pigmentu je možné sledovat tyto vlastnosti:

- změna barvy v krátkém intervalu teplot
- různé teploty barevné změny ovlivněné pomocným rozpouštědlem
- široký výběr barev [26]

K reverzibilní barevné změně dochází během dvou současně probíhajících reakcí. První reakce je mezi barvivem a vývojkou. Druhá reakce nastává mezi rozpouštědlem a vývojkou. K první reakci dochází při nižších teplotách, kdy je rozpouštědlo v pevné formě a může tak dojít k formování barevných komplexů. Při dosažení vyšších teplot dojde k narušení interakce, která nastává mezi barvivem a vývojkou, což způsobí rozpuštění barevného komplexu a následně dojde k reakci mezi rozpouštědlem a vývojkou. Jsou-li barevné komplexy narušeny, stává se systém bezbarvým. [27]

Teplota, při které dojde k zabarvení či odbarvení systému se kontroluje teplotou tání rozpouštědla. Na Obrázku 2 je možné vidět schéma termochromního systému.



Obrázek 2 - Schéma termochromního systému [28]

V oděvnictví jsou termochromní materiály využívány ve formě nášivek, loga textilních výrobců, ochranné známky nebo na přenosový papír pro následné provedení přenosového tisku na různé druhy textilních materiálů.

Je nutné si uvědomit, že používání výrobků, které obsahují termochromní pigmenty v jakékoli formě, v prostředí, kde dochází k teplotním výkyvům, může snížit jejich trvanlivost. Zároveň jsou tyto výrobky často citlivé na UV záření, což snižuje světlostálost termochromních pigmentů.

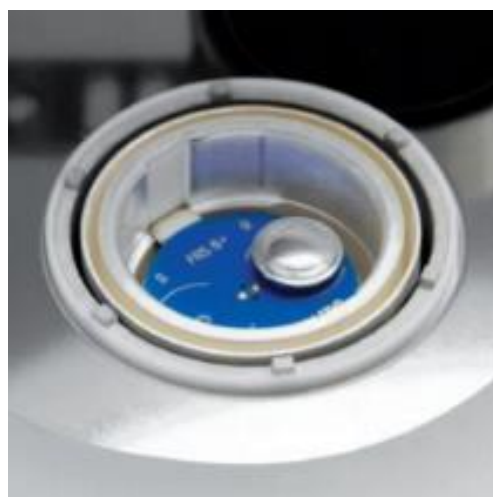
## 4 Diferenční kompenzační (skenovací) kalorimetrie – DSC

Diferenční skenovací kalorimetrie je součástí termické analýzy a jedná se o metodu, během níž se zkoumají tepelné vlastnosti materiálů. Metoda měření DSC spočívá v konstantní rychlosti ohřívání anebo chlazení dvou nádob, kdy je jedna nádoba prázdná a druhá obsahuje vzorek. Pomocí počítače (řídící jednotky) je neustále zajišťována konstantní rychlost ohřevu obou nádob po celou dobu, kdy probíhá experiment. Většinou se jedná o rychlost ohřevu 10 °C za minutu, ale podle potřeby je možné rychlost měnit. Protože jedna z nádob obsahuje vzorek a druhá je prázdná, bude se lišit tepelný tok do jednotlivých nádob, důvodem je složení vzorku a fázových změn, které ve vzorku probíhají. Měření tedy spočívá v měření rozdílů tepelných toků do jednotlivých nádob. Příklad, kdy se využívá DSC, je pro měření teplot přechodů (skelný přechod, teplota tání, krystalizace), stupeň krystalinity, tepelné zabarvení, reakční kinetika, oxidační stabilita, analýza kopolymerů a směsí polymerů. [29, 30]

Faktory, které mohou ovlivňovat měření u metody DSC jsou například vlastnosti zpracovávaných látek, a to fyzikální a chemické vlastnosti inertního (chemicky nereagujícího) vzorku. Během metody DSC se vyhodnocuje nejen teplota, ale i entalpie (tepelný obsah) pro obě tyto veličiny je nutné provádět kalibraci. Přesnost měření metody DSC ovlivňují také vlastnosti srovnávacího vzorku. Předpokládá se, že by teplotní vodivost standardního vzorku měla odpovídat teplotní vodivosti analyzovaného vzorku v celé sledované teplotní oblasti. To ovlivňují tři vlastnosti, které má srovnávací vzorek: měrné teplo, hustota a tepelná vodivost.

U metody DSC je důležité, aby během sledování teplotního intervalu nedocházelo u srovnávacího vzorku k žádným změnám jako jsou fázové přechody prvního a druhého druhu. Jako srovnávací vzorek je u DSC často používána prázdná měřicí cela (např. nádobka, kapsle). Během metody DSC je důležité, jakou povrchovou úpravu vzorek má. Je doporučeno odstranit povrchovou aviváž, někdy je výhodné odstranit také vlhkost ze vzorku. [30]

K analýze pro diplomovou práci byl použit přístroj Mettler Toledo DSC 3+, který je možné vidět na Obrázku 3. Na Obrázku 4 je možné vidět součást přístroje, kam se vkládají kapsle naplněné materiálem, na kterých následně probíhá analýza.



Obrázek 3 – Přístroj Mettler Toledo DSC 3+ [31] Obrázek 4 – Vkládání kapslí do přístroje [31]

## 5 Elektronová mikroskopie

Pro analýzu velmi malých objektů je zapotřebí využití odpovídající metody. V případě, kdy jsou objekty, tak malé, že je nelze zpozorovat prostřednictvím klasických světelných mikroskopů, je potřeba využít elektronovou mikroskopii. Elektronová mikroskopie

umožňuje velmi detailní analýzu u velice malých objektů, a to díky mnohonásobně větší rozlišovací schopnosti elektronových mikroskopů oproti těm světelným. Elektronovou mikroskopii lze rozdělit podle způsobu zobrazení na transmisní (TEM) a rastrovací (SEM). V současné době se pro zobrazování využívá konfokální laserová mikroskopie, která pro zobrazování využívá rastrovacího procesu. Tato technika kombinuje rastrovací elektronovou a optickou mikroskopii. [32] Hlavní výhodou této techniky je zobrazování povrchů ve 3D rozměru.

### **5.1 Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)**

Jako zdroj elektronů je zde kovová katoda, která po rozžhavení vysílá elektrony, které jsou urychlovány elektrickým polem o napětí 50–200 kV. Proud elektronů je vedený vakuem, zároveň prochází elektronovou čočkou, která tyto procházející elektrony soustřeďuje na pozorovaný objekt (preparát). Vrstva preparátu musí být dostatečně tenká (přibližně 1  $\mu\text{m}$ ), aby nedocházelo k pohlcení elektronů. Proud elektronů následně pojde další elektronovou čočkou a objektivem. Následně vzniká pozorovaný obraz. U metody je důležité udržovat vakuum, aby nedošlo k zeslabování proudu elektronů. [33]

### **5.2 Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)**

I zde je zdrojem elektronů katoda, která je nejčastěji vyrobena z wolframu. Wolfram je pro emisi elektronů využíván pro nejvyšší bod tavení a zároveň nejnižší tlak par ze všech materiálů. Katoda po rozžhavení vysílá elektrony směrem k anodě. Katoda urychluje elektronový paprsek, díky čemuž získá energii od stovek do statisíce elektronvoltů podle potřeby. Paprsek je následně upravován jednou nebo dvěma kondenzovanými čočkami, které mají bod ohniska od 1 nm do 5 nm. Následně paprsek projde vychylovacími cívkami umístěnými v projekční čočce, které paprsek vychylují vertikálně a horizontálně, díky čemuž dochází k rastrování po povrchu daného preparátu. Obraz tvoří odražené elektrony nebo případně ty, které jsou emitovány z povrchu preparátu po dopadu svazku elektronů, který má vysokou energii. [32]

## Experimentální část

Spousta odborných prací se zabývá experimenty s PCM materiály a zároveň také experimenty s termochromními pigmenty. V žádném experimentu se ovšem ještě neobjevila tato dvě odvětví propojena.

Cílem experimentální části této diplomové práce je zvolení vhodné kombinace termochromních pigmentů a PCM materiálů, analýza jejich vlastností a následné navržení způsobu užití na textilních materiálech.

## 6 Analýza termochromních pigmentů

Experiment spočíval v analýze termochromních pigmentů, které předcházela samotná příprava pigmentů, což znamenalo jejich navážení a uložení do vhodných nádob.

### 6.1 Použité termochromní pigmenty

K dispozici byly pigmenty od firmy MATSUI. Jedná se o termochromní pigmenty dispergované ve vodném prostředí, které vytvářejí teplotně citlivé barvivo měnící svou barvu podle teploty. Při nízké teplotě se barva objeví a při vysoké teplotě zmizí. Produkt neobsahuje Bisphenol A.

Jedná se o kapsulované produkty s kolorantem citlivým na pH, který je umístěn v kapsuli s organickou sloučeninou měnící pH vlivem tání, resp. tuhnutí obsahu.

Jednotlivá barviva jsou:

- a) „Magenta“ – CHROMICOLOR AQ INK LF GRADE MAGENTA TYPE 15, MATSUI; teplota barevného přechodu: 15 °C; obsah sušiny: 47 % (experimentálně stanoveno sušení do konstantní hmotnosti)
- b) „Žlutá“ – CHROMICOLOR AQ INK LF GRADE FAST YELLOW TYPE 25, MATSUI; teplota barevného přechodu: 25 °C; obsah sušiny: 47 % (experimentálně stanoveno sušení do konstantní hmotnosti)
- c) „Oranžová“ – CHROMICOLOR AQ INK LF GRADE GOLD ORANGE TYPE 27, MATSUI; teplota barevného přechodu: 27 °C; obsah sušiny: 47 % (experimentálně stanoveno sušení do konstantní hmotnosti)
- d) „Modrá“ – CHROMICOLOR AQ INK LF GRADE BLUE TYPE 37, MATSUI; teplota barevného přechodu: 37 °C; obsah sušiny: 47 % (experimentálně stanoveno sušení do konstantní hmotnosti)

## 6.2 Použité přístroje

Pro získání odstředěných pigmentů z vodní disperze byl použit přístroj Centrifuge MPW-251 od značky MPW. Přístroj je možné vidět na Obrázku 5. Pro analýzu samotných termochromních pigmentů byl použit elektronový mikroskop.



Obrázek 5 - Centrifuge MPW-251

## 6.3 Experiment

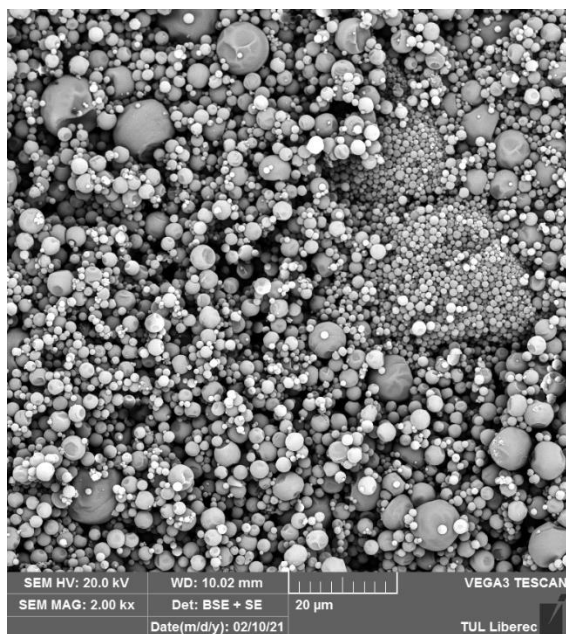
Do nádobek, které jsou součástí přístroje Centrifuge MPW-251, bylo naváženo 0,7 gramů od každého termochromního pigmentu. Následně byly tyto nádobky postupně doplněny destilovanou vodou do celkové hmotnosti 70 gramů na jednu nádobku. Došlo k preciznímu protřepání potřebnému pro rozmíchání pigmentu s destilovanou vodou. Následně byly nádobky umístěny do přístroje a ten byl zapnut na 5 minut s počtem 5 000 otáček. Po zastavení přístroje a vyjmutí nádobek bylo možné pozorovat, že se všechny pigmenty usazují u dna až na růžový pigment. Ten jako jediný zůstal oddělený na povrchu kapaliny. Kapalina byla opatrně odlita do prázdných kádinek, kde bylo prováděno pozorování, zda zůstávají částice pigmentu i po odstředění smíchány s vodou. Tyto kapaliny byly lehce zabarveny.

Usazené pigmenty na dně nádobek byly znovu doplněny destilovanou vodou do hmotnosti 70 gramů a umístěny do přístroje Centrifuge MPW-251 pro další proces odstředění. Po ukončení procesu byla kapalina z nádobek opět odlita do prázdných kádinek a pozorováním porovnána. Zabarvení bylo již velmi slabé oproti prvnímu odstředění. Růžový pigment opět vykazoval jiné chování, jeho částice zůstaly opět na hladině vody.

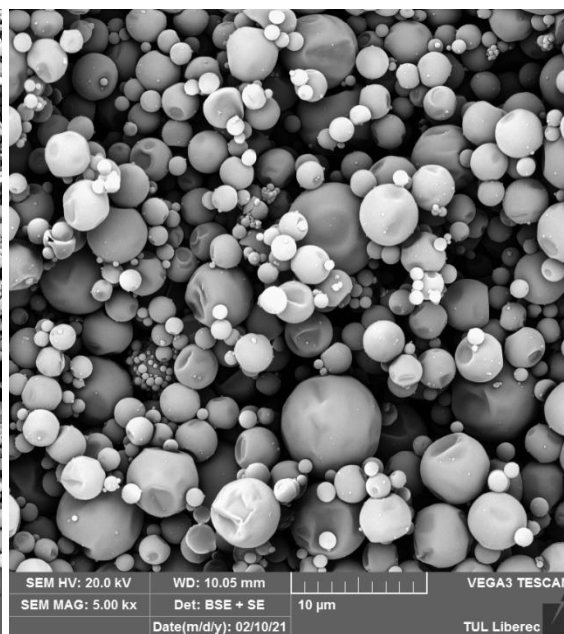
Usazené pigmenty ze dna nádobek byly umístěny na laboratorní skla, kde došlo k odpaření zbylé vody a následnému získání suchých pigmentů, na kterých byly provedeny snímky pomocí elektronové mikroskopie. Vysušené pigmenty se pomocí oboustranné lepící pásky umístily na kovové podložky určené pro elektronovou mikroskopii.

#### 6.4 Dílčí výsledky

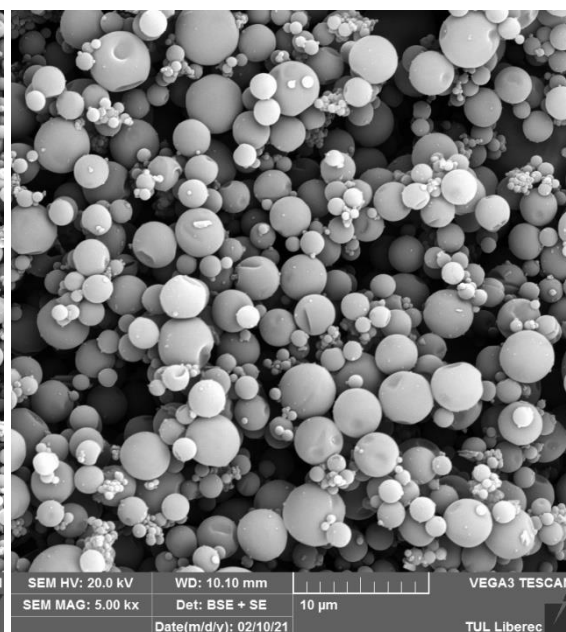
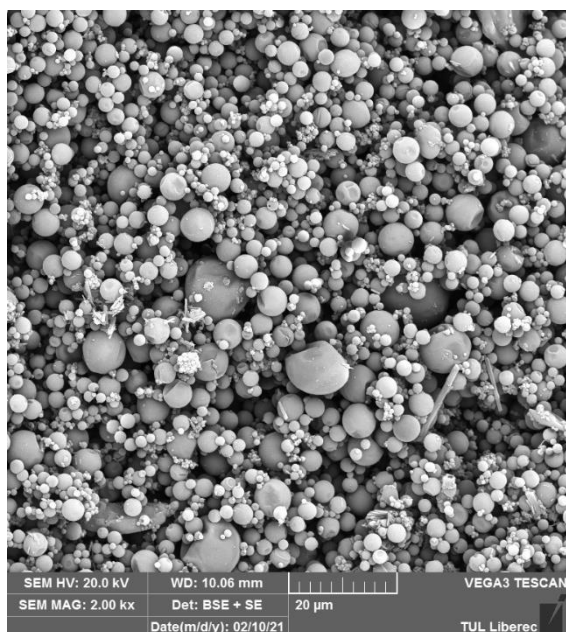
Bylo zjištěno, že růžový pigment vykazuje jiné chování než ostatní pigmenty. Jeho částice se usazují na hladině, neklesají ke dnu, což je možné pozorovat u zbylých druhů pigmentů. Následně došlo k získání snímků z elektronové mikroskopie, na kterých je možné pozorovat všechny čtyři druhy termochromních pigmentů v daném zvětšení. Růžový pigment obsahuje, tak velké částice, že byly snímky pořízeny pouze ve zvětšení 2 000krát nikoli 5 000krát. Snímky jednotlivých pigmentů je možné vidět na Obrázku 6–13. Je možné vidět, že se jedná o kapsule, které obsahují tukovou látku, která při roztavení změní pH, čímž dojde k odbarvení.



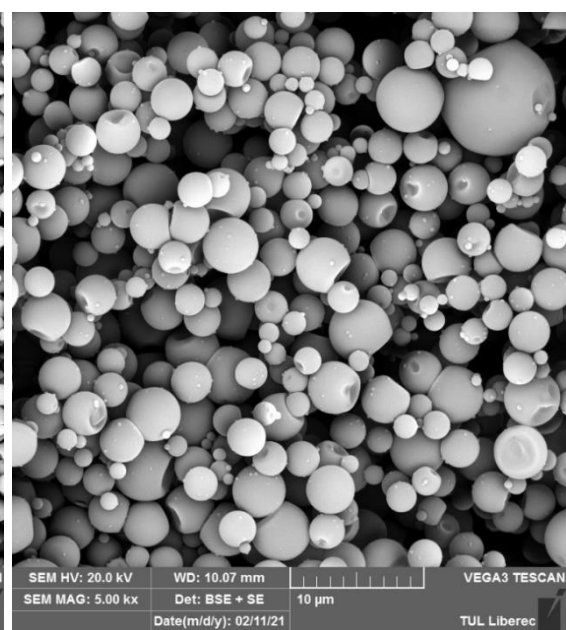
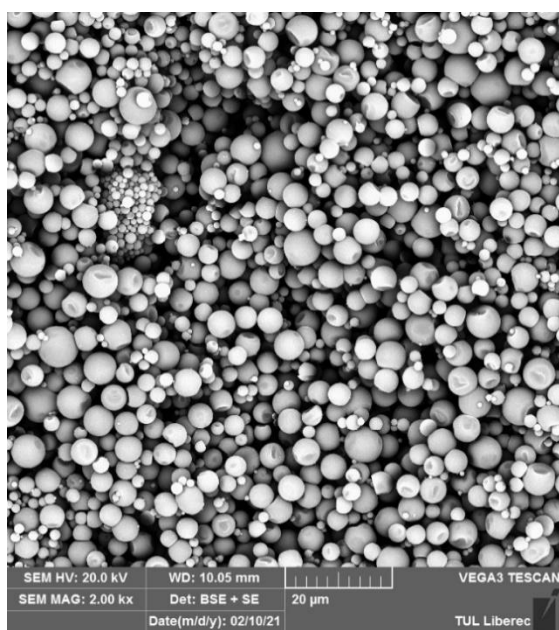
Obrázek 6 - Modrý pigment, zvětšení 2000x



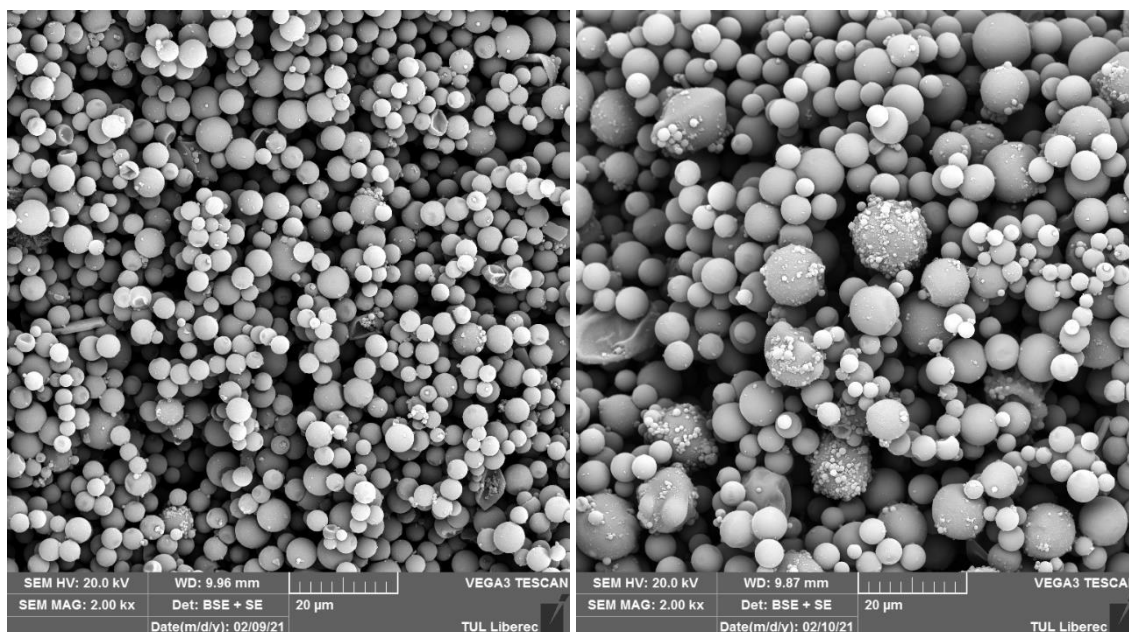
Obrázek 7 - Modrý pigment, zvětšení 5000x



Obrázek 8 - Oranžový pigment, zvětšení 2000x      Obrázek 9 - Oranžový pigment, zvětšení 5000x



Obrázek 10 - Žlutý pigment, zvětšení 2000x      Obrázek 11 - Žlutý pigment, zvětšení 5000x



Obrázek 12 - Růžový pigment, zvětšení 2000x Obrázek 13 - Růžový pigment, zvětšení 2000x

## 7 Analýza velikosti částic termochromních pigmentů

Zjistit velikost částic termochromních pigmentů a následně provést analýzu je důležitým krokem pro následné zkoumání, zda jsou pigmenty vhodné pro aplikaci na textilní materiál. Ke zjišťování velikosti částic byly použity snímky z elektronové mikroskopie. Analyzovány byly všech čtyři barevné pigmenty (modrá, oranžová, růžová a žlutá). Velikost byla měřena na snímcích se zvětšením 5 000 u modrého, oranžového a žlutého pigmentu. U růžového pigmentu probíhalo měření na snímku se zvětšením 2 000, jelikož jeho částice jsou v porovnání s ostatními pigmenty několikrát větší. Zjišťování velikosti částic probíhalo pomocí softwaru ImageJ. Ze snímků bylo náhodně vybráno a změřeno 150 kapsulí. Naměřené hodnoty byly převedeny z pixelů na mikrometry a jsou uvedeny v Příloze 1.

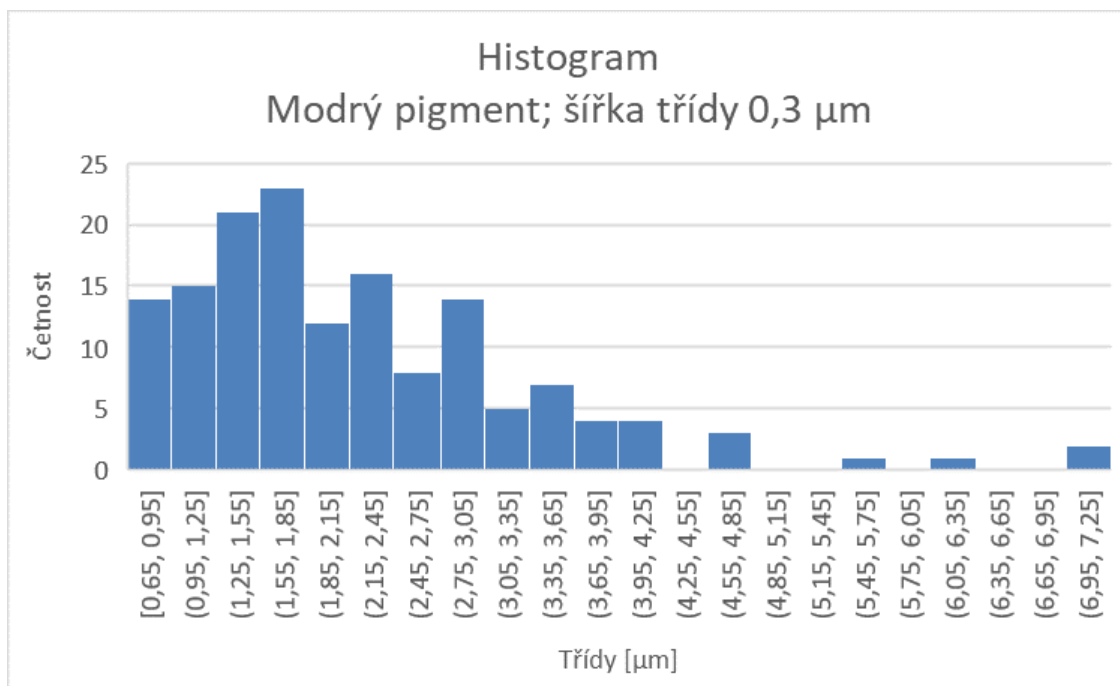
Z naměřených hodnot byl vypočítán průměr, směrodatná odchylka a variační koeficient. Hodnoty pro jednotlivé pigmenty jsou uvedeny v Tabulce 2.

Tabulka 2 - Velikost částic termochromních pigmentů

| Termochromní pigmenty                 |       |          |        |       |
|---------------------------------------|-------|----------|--------|-------|
|                                       | Modrá | Oranžová | Růžová | Žlutá |
| Průměr [ $\mu\text{m}$ ]              | 2,21  | 2,07     | 3,81   | 2,29  |
| Směrodatná odchylka [ $\mu\text{m}$ ] | 1,18  | 0,94     | 1,09   | 1,09  |
| Variační koeficient [ $\mu\text{m}$ ] | 1,39  | 0,87     | 1,19   | 1,19  |

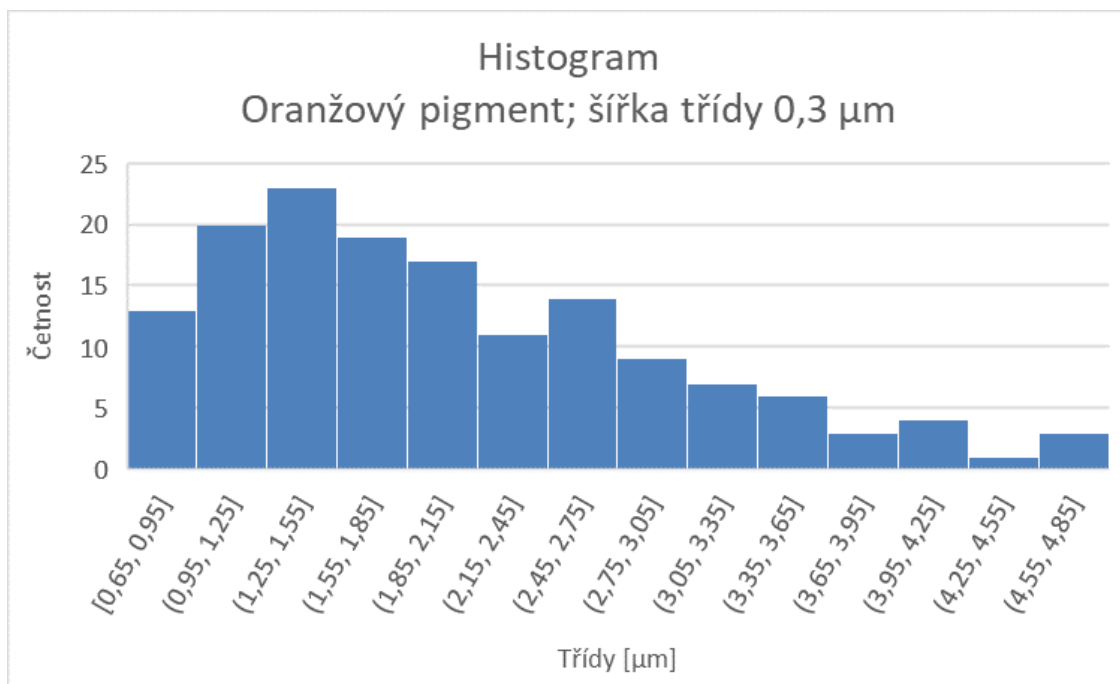
Z naměřených hodnot je možné vyčíst, že průměrná velikost částic je u modrého, oranžového a žlutého pigmentu podobná. Průměrná velikost částic se pohybuje kolem 2,2 mikrometrů. U růžového pigmentu je velikost částic v průměru 3,8 mikrometrů. Proto byly u tohoto pigmentu pořizovány snímky na elektronovém mikroskopu při menším zvětšení než u ostatních pigmentů.

Velikost částic termochromních pigmentů je zanesena do histogramů, kde je možné pozorovat rozdělení velikosti částic do jednotlivých tříd a tím i jejich četnost v jednotlivých třídách. Třídy jsou rozděleny na intervaly o velikosti 0,3 mikrometrů.



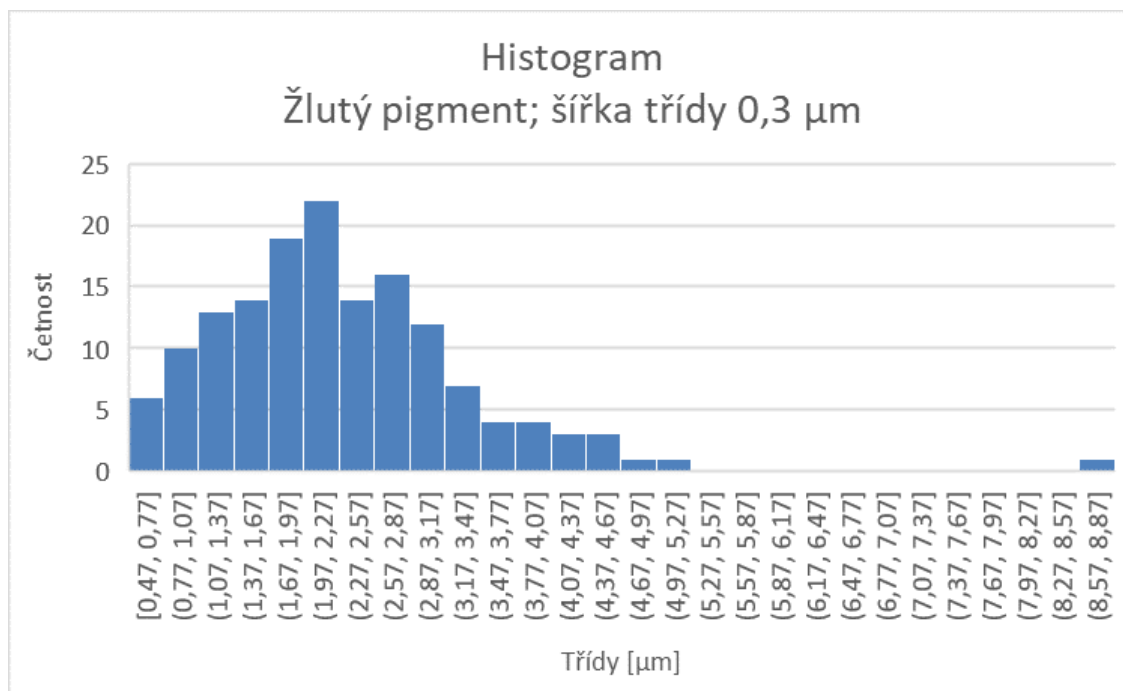
Obrázek 14 - Histogram (velikost částic – modrý pigment)

Na Obrázku 14 je možné vidět histogram s hodnotami velikostí částic pro modrý termochromní pigment. Nejvíce částic má velikost v intervalu (1,25 – 1,85] mikrometrů. Je možné vidět, že se ve složení pigmentu nacházejí i částice, které mají odlišnou velikost od většiny. Je jich sice zanedbatelné množství, ale objevují se i částice v intervalu (6,95; 7,25] mikrometrů.



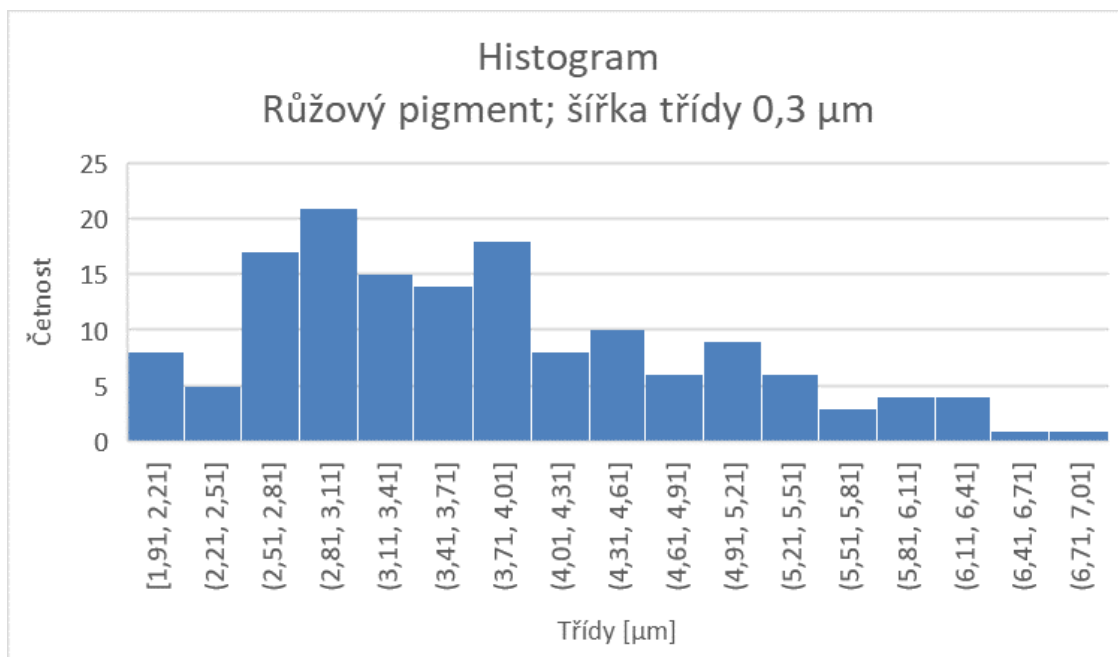
Obrázek 15 - Histogram (velikost částic – oranžový pigment)

Na Obrázku 15 je histogram, který ukazuje intervaly, ve kterých se nacházejí velikosti částic oranžového termochromního pigmentu. Zároveň je také možné sledovat jejich četnost v jednotlivých třídách. Nejvíce částic má velikost v intervalu (0,95 – 1,85] mikrometrů. Největší změřené částice u tohoto pigmentu mají velikost v rozmezí intervalu (4,55; 4,85] mikrometrů.



Obrázek 16 - Histogram (velikost částic – žlutý pigment)

U žlutého termochromního pigmentu můžeme sledovat na Obrázku 16, že velikost naměřených částic se nejčastěji pohybuje v intervalu (1,67 – 2,27] mikrometrů. U pigmentů se občas objeví i větší částice, což je u žlutého pigmentu zaznamenáno v intervalu (8,57; 8,87] mikrometrů.



Obrázek 17 - Histogram (velikost částic – růžový pigment)

Velikost částic růžového pigmentu byla měřena na snímku z elektronového mikroskopu s jiným zvětšením, ovšem došlo k přepočtu, aby byla data porovnatelná. Na Obrázku 17 je možné vidět, že nejčetnější je velikost částic v intervalech (2,51; 2,81], (2,81; 3,11] a (3,71; 4,01] mikrometrů. Největší naměřené velikosti částic se nacházely v rozmezí intervalu (6,71; 7,01] mikrometrů. Je možné si všimnout, že u růžového pigmentu jsou částice v průměru o 1,6 mikrometru větší než u ostatních barev termochromních pigmentů, což je možné vyčíst už z Tabulky 2.

## 7.1 Dílčí závěr

Analýzou částic termochromních pigmentů pomocí softwaru na obrazovou analýzu ImageJ bylo zjištěno, že částice termochromních pigmentů mají mikroskopické rozměry a přibližně kulovitý tvar. Průměrná velikost částic u modrého pigmentu byla 2,2 mikrometru. U oranžového pigmentu byla zjištěna průměrná velikost částic 2,07 mikrometrů a u žlutého termochromního pigmentu byla průměrná velikost částic 2,3 mikrometrů. Růžový pigment má oproti ostatním barvám termochromních pigmentů průměrnou velikost částic 3,8 mikrometrů, což je přibližně o 1,6 mikrometrů více než u ostatních pigmentů.

Naměřené hodnoty velikosti částic byly zaznamenány do histogramů, aby se zjistila četnost jednotlivých velikostí částic pigmentů. Intervaly tříd byly stanoveny na 0,3 mikrometrů. Nejvíce částic o stejné velikosti dosahovalo četnosti přibližně

23 hodnot ze 150 měřených, což značí, že jsou velikosti částic různorodé a interval 0,3 je ideální, aby je zaznamenal. Z histogramů je mimo jiné možné vyčíst, že se u pigmentů objevují i částice, které jsou mnohonásobně větší než většina částic.

Analýzou bylo zjištěno, že jsou částice termochromních pigmentů výrazně polydisperzní a jejich velikost je stejná u tří sledovaných termocitlivých pigmentů, tedy modrého, žlutého a oranžového. Velikost částic je optimální pro aplikaci na textilní substrát.

## **8 Kombinace PCM a termochromních pigmentů**

Experiment spočíval v aplikaci termochromních pigmentů a PCM materiálů na textilie, aby bylo možné vidět jejich chování.

### **8.1 Použité PCM materiály, termochromní pigmenty a textilní substrát**

Pro provedení pokusu byly k dispozici následující PCM materiály:

- a) PEG 600 – teplota tání: 20-25 °C (odhad obsahu čistého PCM v produktu: 95 %)
- b) PCM dodáno od partnera z Číny – bez obalu – teplota tání: 28 °C (odhad obsahu čistého PCM v produktu: 95 %)

Byly použity stejné termochromní pigmenty, jejichž podrobné názvy a informace jsou uvedeny výše. Jedná se tedy o čtyři druhy termochromních pigmentů.

Jako textilní substrát pro nanesení PCM a termochromních pigmentů byly zvoleny dvě textilie. První z nich byla netkaná textilie z viskózových vláken s komerčním názvem PERLAN (složení: 100 % viskóza, plošná hmotnost: 45 g/m<sup>2</sup>, chemicky pojená, výrobce: VYROUBAL TEXTILES s.r.o.). Jako druhá textilie byla zvolena bavlněná tkanina plátňové vazby.

### **8.2 Experiment**

V první řadě byla nutná příprava vzorků textilií, na které byly nanášeny termochromní pigmenty a PCM. Po nastříhání vzorků došlo k jejich zvážení. 6 kusů vzorků z bavlněné tkaniny vážilo 6,75 g, což vychází na hmotnost 1,1 g na jeden vzorek. 3 kusy vzorků PERLANU vážilo 1,17 g. Hmotnost byla nutná pro určení množství nanášeného PCM.

Po přípravě vzorků došlo na přípravu tiskací pasty z oranžového a žlutého pigmentu. Tiskací pasty byly připraveny z 9 g pigmentové záhustky a 1 g pigmentu. Následně došlo k důkladnému smíchání těchto dvou komponent. Po vytvoření kompaktní směsi byla

tiskací pasta nanášena na textilní vzorky. Princip nanášení odpovídal sítotisku. Byla vytvořena šablona a tiskací pasta byla protlačována válečkem přes síto na textilní materiál.

Potíštěné vzorky byly umístěny do sušárny po dobu cca 3 minut, kde teplota dosahovala 100 °C. Po vyjmutí a kontrole došlo k fixaci v sušárně po dobu 4 minut na teplotu 160 °C.

Dále došlo k přípravě PCM materiálů. V kádinkách, umístěných do sušárny, se nechaly materiály rozpustit. Textilní zafixované vzorky se umístily na teflonové podložky, jejichž hmotnost se na váze odečetla. U bavlněných vzorků bylo nejprve stanoveno množství PCM na 6 gramů. Na materiál se tedy nanese PEG a PCM od dodavatele z Číny v rozpuštěné kapalně podobě. Vzorky se poté nechaly na chladném místě, aby došlo k zatuhnutí a bylo možné pozorovat změny barvy termochromních pigmentů. Množství nanášených PCM bylo příliš velké – ztrácela se struktura materiálu a vznikala příliš silná vrstva tuku. Řešením tedy bylo zmenšení množství PCM pro bavlněnou textilií na 4 gramy. Stejný proces následoval i u textilie PERLAN, kde se ovšem PCM nanášelo pouze o hmotnosti 2 gramy. Celý tento proces proběhl s použitím oranžového i žlutého pigmentu.

Na Obrázcích 18–21 je možné vidět, jak vypadaly vzorky na bavlněné textilii a netkané textilii (vždy vpravo).



Obrázek 18 - Bavlněná textilie, 4 g PCM

Obrázek 19 - Netkaná textilie, 2 g PCM



Obrázek 20 - Bavlněná textilie, 4 g PCM

Obrázek 21 - Netkaná textilie, 2 g PCM

### 8.3 Dílčí výsledky

Bylo zapotřebí optimalizovat nanášené množství, aby si materiál udržel vzhled a strukturu textilie. Nápis je zvolen proto, aby u výsledných produktů mohl plnit zároveň estetickou funkci. Slouží jako bezpečnostní prvek pro používání PCM, kdy uživatele změnou barvy informuje o tom, kdy ho materiál přestává chránit před vysokými nebo nízkými teplotami. U použití PCM od dodavatele s Číny je možné sledovat, že dochází nejprve k vybarvení pigmentu a až následně k tuhnutí tuku, což nasvědčuje tomu, že pigment nebyl vhodně zvolený.

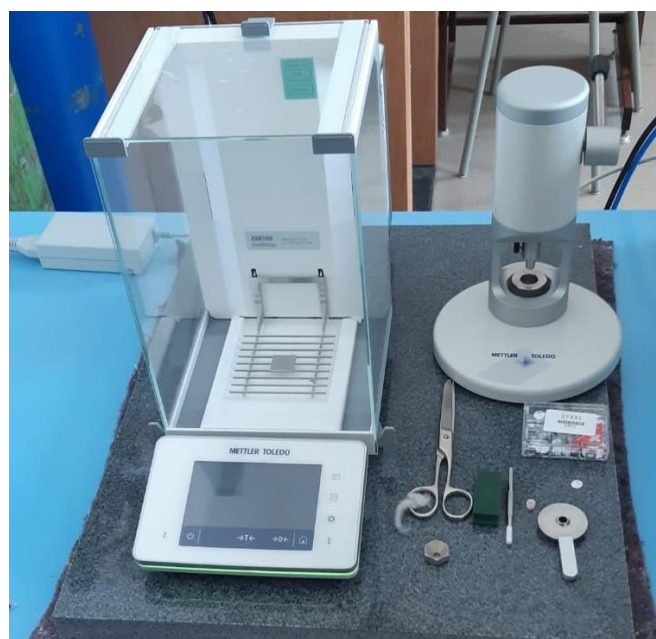
## 9 Analýza termochromních pigmentů na DSC

Aby mohlo dojít k nalezení optimální kombinace termochromního pigmentu a materiálu s fázovou přeměnou PCM, bylo zapotřebí zjistit termické vlastnosti jednotlivých komponent, v tomto případě termochromních pigmentů.

Pro zjištění termických vlastností termochromních pigmentů byla provedena analýza na DSC. Měření probíhalo na přístroji Mettler Toledo DSC 3+, který je možné vidět na Obrázku 22. Na Obrázku 23, je vidět součást přístroje na které se připravují kapsle s materiálem, které se následně vkládají do přístroje. Jedná se o váhu a mechanismus pro stlačení materiálem naplněných částí tvořících kapsuli k sobě tak, aby vznikla jedna kompaktní kapsule, která bude následně vložena do přístroje. Měření na přístroji probíhalo několik hodin a postupně byly v přístroji měřeny kapsle naplněny jednotlivými termochromními pigmenty. Po dokončení měření bylo možné pomocí software vidět výsledky v podobě křivek.



Obrázek 22 – Přístroj pro analýzu DSC



Obrázek 23 - Prostor pro přípravu vzorků pro DSC

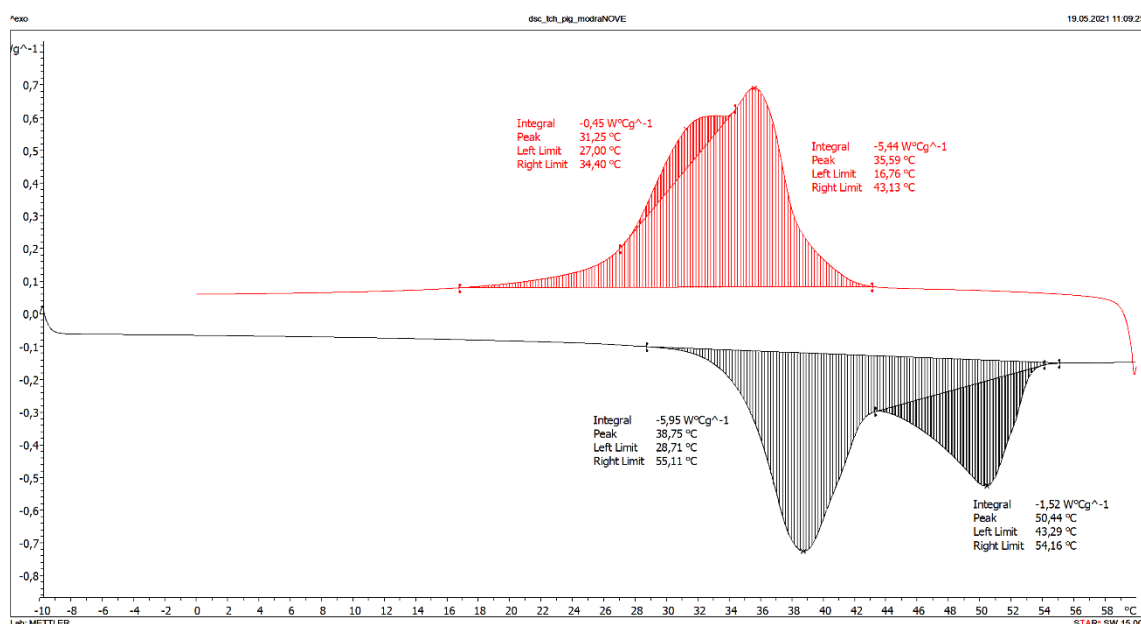
Na DSC byly analyzovány jednotlivé termochromní pigmenty, výsledkem analýzy na DSC je vykreselní křivky značící chování jednotlivých pigmentů během ohřevu, ale i chladnutí. Každý pigment se choval jinak, u některých došlo na křivce k vykreslení dvou píků, tedy vrcholů, které značí, že u materiálu nastává změna. Změnou je myšleno tání a nebo tuhnutí zkoumaného materiálu. Z analýzy vyplývá, že teploty tání a tuhnutí se u termochromních pigmentů neshodují. Tání nastává při větší teplotě než tuhnutí.

## 9.1 Výsledky termické analýzy DSC

Graf, jakožto výstup z DSC analýzy se skládá ze dvou os. Na svislé ose je vyznačen tepelný tok v jednotkách  $W \cdot g^{-1}$ , na vodorovné ose teplota ve  $^{\circ}C$ . Černou křivkou je znázorněno tání zkoumaného materiálu a červenou křivkou jeho tuhnutí. V legendě u každé křivky je uvedena teplota, kdy došlo na křivce k vrcholu.

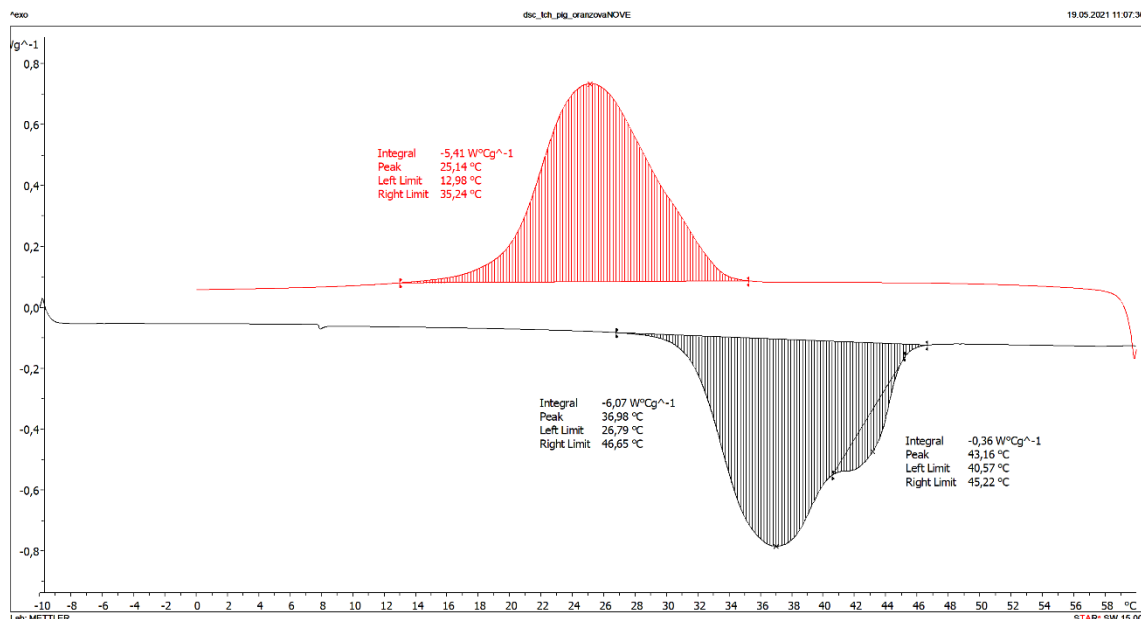
Termickou analýzu pro modrý termochromní pigment je možné vidět na Obrázku 24. Nejprve dochází k ohřevu a následně k chladnutí. Na obrázku je možné vidět, že během ohřevu došlo k vykreslení dvou křivek, což konkrétně u tohoto modrého pigmentu značí, že obsahuje dvě složky s rozdílnou teplotou tání. U první složky dochází k roztavení při teplotě  $38,75^{\circ}C$ . Druhá složka má vrchol, tedy teplotu, při které dochází k roztavení mnohem vyšší, a to  $50,44^{\circ}C$ .

Proces chladnutí je možné pozorovat na červeně vyznačené křivce. K tuhnutí dojde při teplotě  $35,59^{\circ}C$ . Je možné opět pozorovat, že se vykresluje i druhý vrchol. Tuhnutí druhé složky nastává při teplotě  $31,25^{\circ}C$ .



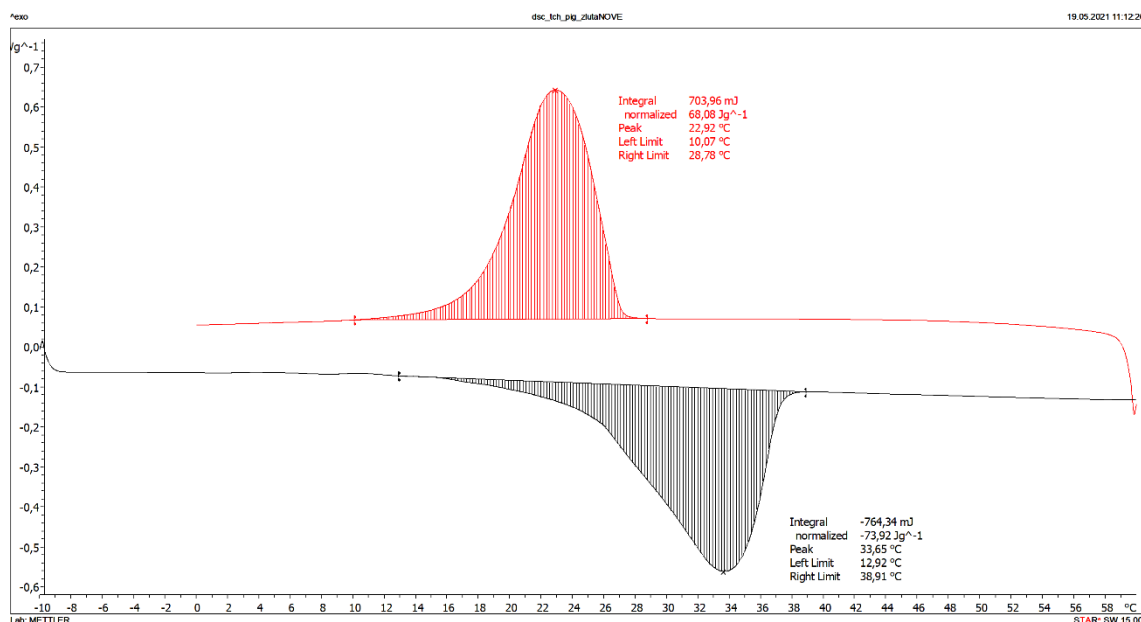
Obrázek 24 - Analýza DSC pro modrý pigment

Termickou analýzu pro oranžový pigment je možné vidět na Obrázku 25. Během procesu tání je možné pozorovat na křivce drobnou výchylku, která ovšem neznačí, že by byl pigment tvořen více tavitelnými složkami. Je tedy tvořen pouze jednou tavitelnou složkou. Tání materiálu nastane při teplotě  $36,98^{\circ}C$ . Na červené křivce, která značí tuhnutí materiálu, se již žádná výchylka neobjevuje. Tuhnutí materiálu nastane při teplotě  $25,14^{\circ}C$ .



Obrázek 25 - Analýza DSC pro oranžový pigment

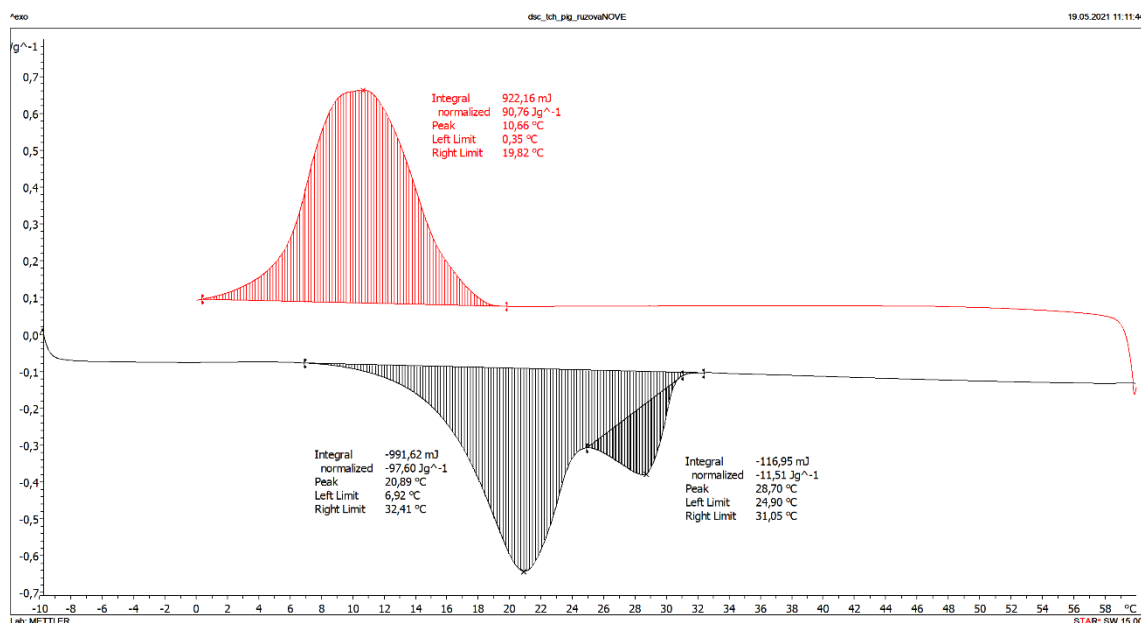
Vykreslení křivek z DSC analýzy pro žlutý pigment je možné vidět na Obrázku 26. Zde je možné vidět, že křivky značící tání i tuhnutí nevykazují žádné výchytky, které by ukazovaly, že by se pigment skládal z více tavitelných složek. Tání termochromního pigmentu nastává při teplotě 33,65  $^{\circ}\text{C}$ . Materiál tuhne opět při nižší teplotě než taje. Tuhnutí nastává při teplotě 22,92  $^{\circ}\text{C}$ .



Obrázek 26 - Analýza DSC pro žlutý pigment

Termickou analýzu pro růžový pigment je možné vidět na Obrázku 27. Na černě vyznačené křivce, která ukazuje tání materiálu je možné opět pozorovat dva vrcholy, což značí, že se termochromní pigment skládá ze dvou tavitelných složek. K tání první

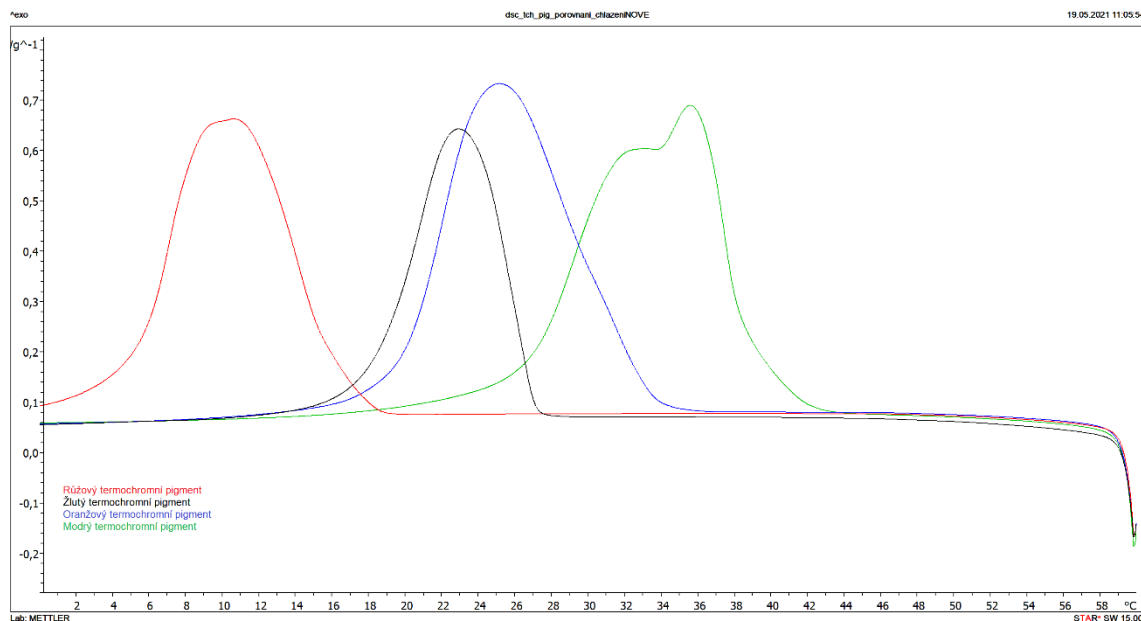
tavitelné složky dochází při teplotě 20,89 °C. K tání druhé složky dochází při teplotě 28,70 °C. Tento pigment vykazuje nejnižší teplotu tání. Tuhnutí nastává, jak je možné pozorovat na červeně označené křivce, při teplotě 10,66 °C.



Obrázek 27 - Analýza DSC pro růžový pigment

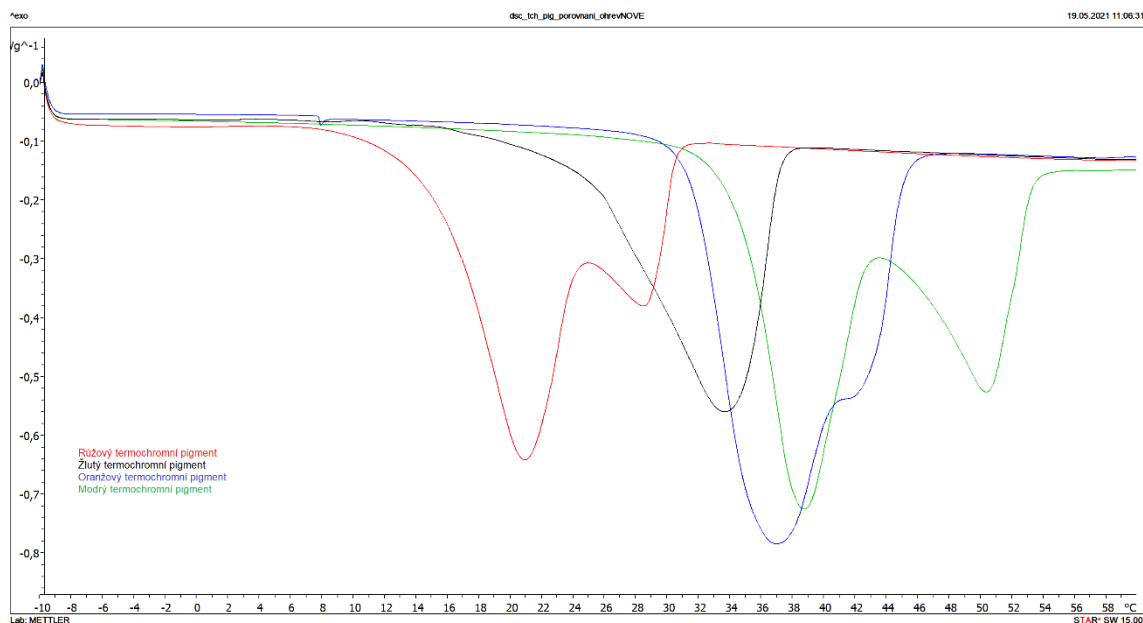
## 9.2 Porovnání teplot tání a tuhnutí

Na následujícím Obrázku 28 je možné vidět porovnání křivek vykreslených během tuhnutí jednotlivých pigmentů. Každý pigment má teplotu tuhnutí při jiné teplotě. Nejpodobněji tuhne žlutý a oranžový pigment. Růžový pigment má oproti ostatním pigmentům nízkou teplotu tuhnutí.



Obrázek 28 - Porovnání teplot tuhnutí jednotlivých pigmentů

Na Obrázku 29 jsou k porovnání naopak křivky, které znázorňují teploty tání jednotlivých pigmentů. Zde je možné vidět výchyly, které nastaly u růžového a modrého termochromního pigmentu, které jsou způsobeny tím, že jsou pigmenty tvořeny více tavitelnými složkami, konkrétně tedy dvěma. Růžový termochromní pigment i v tomto případě vykazuje mnohem více odlišnou teplotu v porovnání s ostatními.



Obrázek 29 - Porovnání teplot tání jednotlivých pigmentů

### 9.3 Dílčí výsledky

Pomocí DSC analýzy byly zjištěny teploty tání a tuhnutí u jednotlivých termochromních pigmentů. Analýza ukázala, že dva pigmenty jsou tvořeny dvěma aktivními složkami,

nikoli jednou. Jedná se o pigment modrý a růžový. U všech termochromních pigmentů bylo zjištěno, že se liší teplota, při které dochází k tání pigmentu a teplota, při které dochází k tuhnutí pigmentu. K tání dochází při mnohem vyšší teplotě než k tuhnutí.

Teplota tání aktivní složky termochromního pigmentu bude definována jako teplota, při které je vzorkem pohlcena polovina tavného tepla při ohřevu. A podobně bude definována také teplota tuhnutí aktivní složky termochromního pigmentu jako teplota, při které je vzorkem uvolněna polovina tavného tepla při ohřevu. Teploty tání a tuhnutí termochromních pigmentů jsou shrnuty v Tabulce 3.

Tabulka 3 - Teploty tání/ tuhnutí aktivní složky termochromních pigmentů

|                      | Modrý | Oranžový | Žlutý | Růžový |
|----------------------|-------|----------|-------|--------|
| Teplota tání [°C]    | 44,5  | 37,0     | 33,7  | 24,8   |
| Teplota tuhnutí [°C] | 35,6  | 25,1     | 22,9  | 10,7   |
| Průměr teplot [°C]   | 40,1  | 31,1     | 28,3  | 17,8   |
| Rozdíl teplot [°C]   | 8,9   | 11,9     | 10,8  | 14,1   |

Z hodnot uvedených v tabulce vyplývá, že teploty tání a tuhnutí aktivní složky termochromního pigmentu jsou výrazně odlišné. Rozdíl činí u modrého pigmentu cca 9 °C, u oranžového pigmentu je to cca 12 °C, u žlutého pigmentu cca 11 °C a u růžového pigmentu dokonce 14 °C. Teploty tání a tuhnutí termochromních pigmentů se neshodují s informacemi o teplotách, které pro tyto pigmenty uvádí výrobce. Teplota barevné změny podle výrobce nastává při teplotě 37 °C u modrého pigmentu, při teplotě 27 °C u oranžového pigmentu, při teplotě 25 °C u žlutého pigmentu a při teplotě 15 °C u růžového pigmentu.

## 10 Barevný přechod u termochromních pigmentů

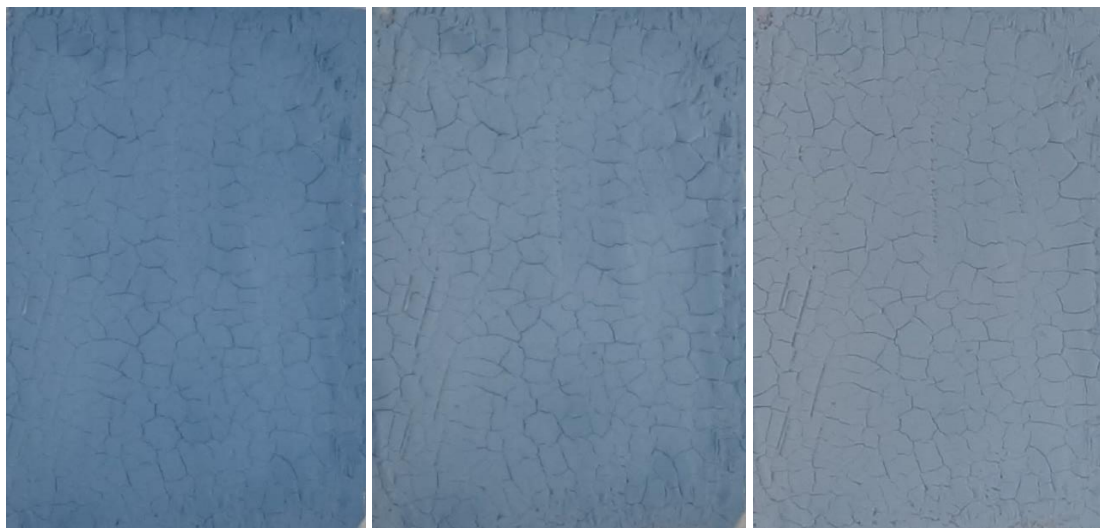
Pro určení optimální kombinace PCM a termochromního pigmentu je důležité znát teploty, při kterých dochází k barevnému přechodu u termochromních pigmentů. Teplota barevného přechodu u pigmentů sice byla uvedena již od výrobce, ale bylo zjištěno, že příliš neodpovídá realitě. Teploty tání jsou ve skutečnosti v průměru o cca 10 °C vyšší,

než uvádí výrobce, což bylo zjištěno DSC analýzou. Následující experiment je navržen tak, aby ukázal změnu barevného přechodu a za použití infrakamery byla stanovena přesná teplota, při které k přechodu dochází.

### 10.1 Experiment

Experiment byl prováděn na modrém termochromním pigmentu. Teplota v místnosti během experimentu odpovídala 23 °C. Nejprve byl připraven vzorek, na kterém se teplota a barevná změna měřily. Jednalo se o oboustrannou lepicí pásku, na kterou byl rovnoměrně nanesen modrý termochromní pigment. Oboustanná lepicí páska s nánosem pigmentu byla následně umístěna na ohřevnou desku. Nad desku byl nainstalován fotoaparát tak, aby mohl snímat při určitých teplotách barevnou změnu vzorku.

Po zapnutí desky se její teplota nastavila na 33 °C, když deska dosáhla této teploty byl pořízen snímek vzorku pomocí fotoaparátu a také infrakamery. Teplota se následně zvyšovala po jednu stupni Celsia. Během každého dalšího stupně byl pořízen snímek jak fotoaparátem, tak infrakamerou. Teplota na desce se zvyšovala až na 45 °C. Při této teplotě byla deska vypnuta. Pořízené snímky během ohřívání je možné vidět na Obrázcích 30 – 32.



Obrázek 30 - Ohřev (36 °C)    Obrázek 31 - Ohřev (37 °C)    Obrázek 32 - Ohřev (38 °C)

Barevná změna, která je na obrázcích patrná značí, při kterých teplotách dochází k barevnému přechodu. Teplota barevného přechodu je tedy 37 °C. Všechny hodnoty včetně modrou barvou vyznačeného barevného přechodu je možné vidět v Tabulce 4. Tabulka obsahuje mimo jiné hodnoty z obrazové analýzy, která byla provedena pomocí softwaru ImageJ, jedná se o intenzitu jednotlivých barev z modelu RGB, který má

rozmezí 0–255. IŠ značí intenzitu šedi, IR značí intenzitu červené, IG značí intenzitu zelené a IB značí intenzitu modré barvy.

Tabulka 4 - Teploty a intenzity RGB během barevného přechodu při ohřevu

| Ohřev      |                        |                 |       |       |       |       |
|------------|------------------------|-----------------|-------|-------|-------|-------|
| Číslo foto | Teplota termostat [°C] | Teplota IK [°C] | IŠ    | IR    | IG    | IB    |
| 102208     | 33,00                  | 33,25           | 100,1 | 63,3  | 99,4  | 137,9 |
| 102355     | 34,00                  | 34,75           | 106,9 | 71,7  | 106,4 | 142,9 |
| 102637     | 35,10                  | 36,00           | 104,9 | 72,8  | 104,9 | 137,2 |
| 102852     | 36,10                  | 37,25           | 122,2 | 92,7  | 122,4 | 152,0 |
| 103115     | 37,00                  | 37,95           | 132,1 | 110,3 | 132,8 | 153,5 |
| 103333     | 38,00                  | 38,90           | 141,8 | 126,8 | 141,4 | 157,0 |
| 103614     | 39,00                  | 40,05           | 141,5 | 136,6 | 140,9 | 147,4 |
| 103836     | 40,00                  | 41,15           | 133,7 | 130,7 | 132,7 | 137,5 |
| 104042     | 41,00                  | 42,10           | 138,7 | 136,9 | 137,5 | 142,0 |
| 104303     | 42,00                  | 43,10           | 145,9 | 144,5 | 144,6 | 148,4 |
| 104610     | 43,00                  | 44,30           | 140,7 | 139,8 | 139,9 | 141,8 |
| 104804     | 44,00                  | 45,20           | 133,9 | 132,9 | 132,9 | 135,1 |
| 105112     | 45,10                  | 46,50           | 138,8 | 139,4 | 138,2 | 138,6 |

Na stejném vzorku byl realizován i opačný experiment, který spočíval ve sledování barevné změny vlivem chladnutí. Opět byl nad vzorek nainstalován fotoaparát k pořízení snímků vzorku během barevného přechodu. Používána byla také infrakamera k pořízení snímků včetně údajů o přesné teplotě. Deska byla vypnuta po nahřátí na teplotu 45 °C. Teplota byla měřena v rozmezí 3 minut. Po uplynutí prvního časového intervalu se teplota na desce snížila na 43,50 °C. Infrakamerou byla ovšem naměřena teplota vždy cca o 1 °C vyšší než ukazovala ohřívací deska. Teplota byla zaznamenána vždy po stejném časovém intervalu, tedy 3 minut až do doby než teplota desky klesla k 33 °C a došlo k viditelnému

obarvení barevného pigmentu naneseného na vzorku. Pořízené snímky během chladnutí je možné vidět na Obrázcích 33 – 35.



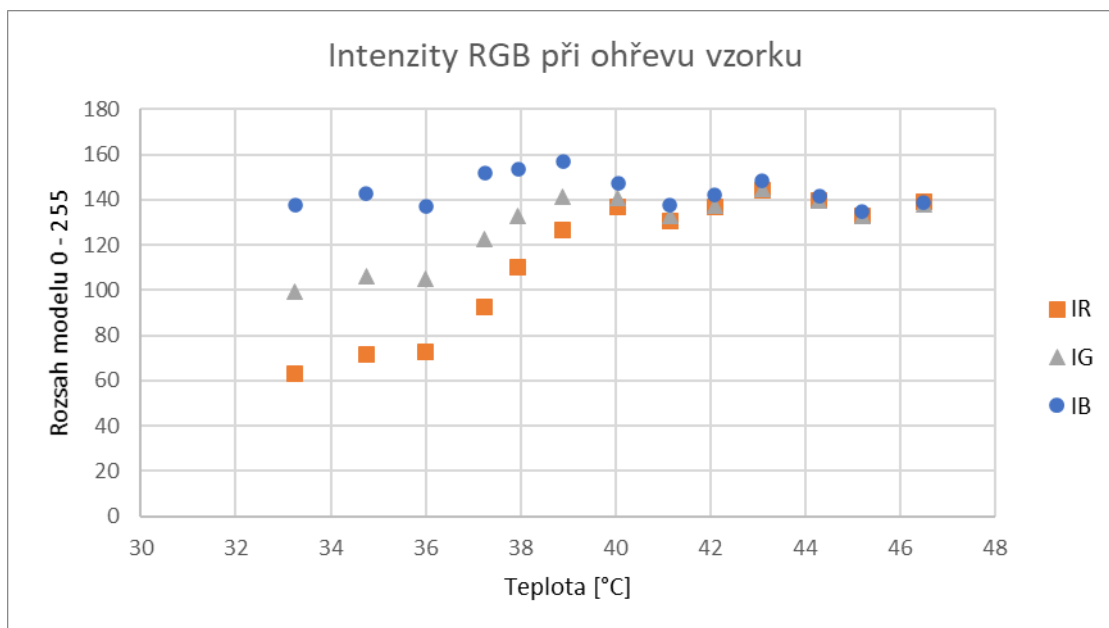
Obrázek 33 – Chlazení (37 °C) Obrázek 34 - Chlazení (36 °C) Obrázek 35 - Chlazení (35,5 °C)

Na obrázcích je zaznamenán viditelný barevný přechod u modrého termochromního pigmentu. Barevná změna nastává při teplotě 36 °C. Všechny hodnoty včetně modrou barvou vyznačeného barevného přechodu je možné vidět v Tabulce 5. Tabulka opět obsahuje mimo jiné také hodnoty z obrazové analýzy, která byla provedena pomocí softwaru ImageJ, jedná se o intenzitu jednotlivých barev z modelu RGB. IŠ značí intenzitu šedi, IR značí intenzitu červené, IG značí intenzitu zelené a IB značí intenzitu modré barvy.

Tabulka 5 - Teploty a intenzity RGB během barevného přechodu při chlazení

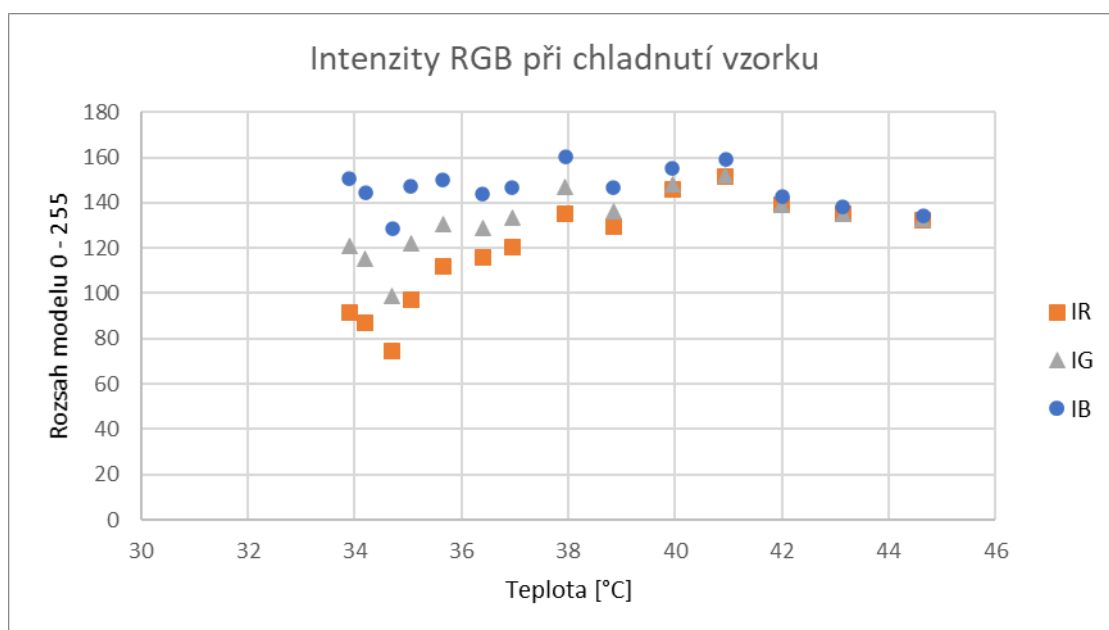
| Chlazení      |                           |                    |       |       |       |       |
|---------------|---------------------------|--------------------|-------|-------|-------|-------|
| Číslo<br>foto | Teplota<br>termostat [°C] | Teplota IK<br>[°C] | IŠ    | IR    | IG    | IB    |
| 105530        | 43,50                     | 44,65              | 133,3 | 132,5 | 132,6 | 134,2 |
| 105804        | 42,10                     | 43,15              | 136,2 | 135,1 | 134,9 | 138,2 |
| 110120        | 41,00                     | 42,00              | 140,6 | 139,2 | 139,4 | 142,9 |
| 110429        | 39,85                     | 40,95              | 154,3 | 151,7 | 152,3 | 159,1 |
| 110744        | 38,95                     | 39,95              | 149,4 | 145,6 | 148,2 | 155,1 |
| 111059        | 37,95                     | 38,85              | 137,4 | 129,5 | 136,2 | 146,5 |
| 111355        | 37,00                     | 37,95              | 147,7 | 135,3 | 146,8 | 160,4 |
| 111614        | 36,00                     | 36,95              | 133,8 | 120,4 | 133,5 | 146,8 |
| 111958        | 35,50                     | 36,40              | 129,8 | 115,7 | 129,1 | 144,1 |
| 112258        | 35,60                     | 35,65              | 130,9 | 112,0 | 130,6 | 150,1 |
| 112635        | 34,15                     | 35,05              | 122,3 | 97,2  | 122,2 | 147,2 |
| 112846        | 34,00                     | 34,70              | 101,1 | 74,4  | 98,6  | 128,6 |
| 113145        | 33,60                     | 34,20              | 115,7 | 87,2  | 115,5 | 144,7 |
| 113459        | 33,50                     | 33,90              | 120,8 | 91,5  | 120,9 | 150,6 |

Na Obrázku 36 je možné vidět, jak se s teplotou mění jednotlivé intenzity RGB během ohřívání. Největší rozdíl v intenzitách nastává u červené barvy. Mezi teplotou 33 °C a teplotou 45 °C se složka modré barvy nemění, u zelené nastává mírný pokles a největší rozdíl je pozorován u červené barvy. Jejíž intenzita poměrně rychle narůstá mezi teplotou 36 °C a 37 °C. Při teplotě 33 °C byla intenzita červené barvy na hodnotě 63,3 a při teplotě 45 °C vykazovala hodnotu intenzity 139,4.



Obrázek 36 - Intenzity RGB při ohřevu vzorku

Obrázek 37 ukazuje, jak se s teplotou mění jednotlivé intenzity RGB během chladnutí. Největší rozdíl nastal opět u červené složky, jejíž intenzita byla při teplotě 43,5 °C na hodnotě 132,5 a při teplotě 33,5 °C klesla na hodnotu 91,5.



Obrázek 37 - Intenzity RGB při chladnutí vzorku

## 10.2 Dílčí výsledky

Během zkoumání barevného přechodu u termochromního pigmentu modré barvy bylo zjištěno, že při ohřívání dochází k barevné změně při teplotě 37 °C (což odpovídá informacím, které o pigmentu uvedl výrobce). Během chladnutí ohřívací desky, na které

byl položen vzorek s termochromním pigmentem, nastal barevný přechod při teplotě 36 °C. Barevná změna pigmentu při chladnutí trvala mnohem delší časový úsek, než tomu bylo při ohřevu. Tyto výsledky mohou být ovlivněny teplotou v laboratoři.

## **11 Analýza intenzit barev během barevného přechodu u termochromních pigmentů**

U termochromních pigmentů byla prováděna analýza barev během barevného přechodu v průběhu ohřívání a chladnutí. K dispozici byly pigmenty modré, žluté a oranžové barvy od firmy MATSUI, jak bylo zmíněno výše.

### **11.1 Experiment**

Samotný experiment spočíval v nanesení tenké rovnoměrné vrstvy termochromních pigmentů přímo na ohřevnou desku. Po jejich zaschnutí se deska začala ohřívat a v průběhu zvyšování teploty po 1 °C se pomocí přístroje Color Analyzer Probe, který je k vidění na Obrázku 38, se sledovaly barevné změny, které u pigmentu nastávaly. Měření na přístroji spočívalo nejprve v kalibraci a následně se měřicí část přístroje při dané teplotě přiložila k nanesenému vzorku termochromního pigmentu a spustilo se měření. Následně byly opsány hodnoty, které přístroj změřil. Jednalo se o intenzity z modelu RGB. Přístroj měl rozpětí modelu 0–1023. Měření probíhalo u všech 3 pigmentů. Teplota byla kontrolována přímo na displeji na ohřevné desce, v průběhu byla několikrát překontrolována pomocí termokamery, která ukazovala teplotu cca o 0,5 °C vyšší než na ohřevné desce.



Obrázek 38 - Přístroj Color Analyzer Probe

Ohřev probíhal tak, že se vzorky změřily pomocí přístroje při teplotě 24 °C. Následně se deska ohřála vždy o 1 °C víc, než byla předchozí teplota. Ohřev probíhal až do teploty 70 °C. Tato teplota byla zvolena proto, že ještě při ní docházelo k barevným změnám u termochromních pigmentů. Část výsledných hodnot je možné vidět v Tabulce 6. Všechny hodnoty jsou uvedeny v Příloze 2.

Tabulka 6 - Část výsledných hodnot z barevné analýzy – OHŘEV

| OHŘÍVÁNÍ     |       |     |     |          |     |     |       |     |     |
|--------------|-------|-----|-----|----------|-----|-----|-------|-----|-----|
| TEPLOTA [°C] | ŽLUTÁ |     |     | ORANŽOVÁ |     |     | MODRÁ |     |     |
|              | R     | G   | B   | R        | G   | B   | R     | G   | B   |
| 24           | 984   | 811 | 365 | 625      | 219 | 168 | 238   | 296 | 412 |
| 25           | 985   | 815 | 371 | 626      | 219 | 168 | 238   | 295 | 410 |
| 26           | 990   | 825 | 391 | 628      | 221 | 169 | 242   | 297 | 412 |
| 27           | 1001  | 843 | 426 | 629      | 226 | 175 | 241   | 299 | 415 |
| 28           | 1009  | 865 | 478 | 627      | 226 | 175 | 242   | 299 | 415 |
| 29           | 1011  | 885 | 542 | 634      | 235 | 185 | 244   | 298 | 418 |
| 30           | 1023  | 907 | 592 | 654      | 240 | 190 | 257   | 306 | 428 |
| 31           | 1023  | 921 | 640 | 668      | 236 | 187 | 257   | 306 | 426 |
| 32           | 1023  | 936 | 685 | 682      | 264 | 219 | 252   | 308 | 429 |
| 33           | 1023  | 954 | 731 | 777      | 440 | 416 | 244   | 313 | 435 |
| 34           | 1023  | 966 | 766 | 899      | 696 | 670 | 233   | 318 | 440 |
| 35           | 1023  | 975 | 790 | 915      | 730 | 700 | 209   | 331 | 454 |
| 36           | 1023  | 979 | 803 | 916      | 742 | 713 | 200   | 379 | 511 |
| 37           | 1023  | 982 | 810 | 917      | 753 | 723 | 344   | 529 | 644 |
| 38           | 1023  | 984 | 816 | 918      | 761 | 729 | 659   | 762 | 806 |
| 39           | 1023  | 982 | 818 | 915      | 764 | 734 | 756   | 814 | 828 |
| 40           | 1023  | 983 | 821 | 907      | 761 | 729 | 790   | 830 | 833 |

Během procesu chladnutí došlo k ohřátí desky na teplotu 70 °C a byly zaznamenány hodnoty, které ukazoval přístroj k měření barevné analýzy. Následně docházelo ke snižování teploty postupně opět o 1 °C až na konečnou teplotu 25 °C. Po každém snížení byly změřeny hodnoty na všech 3 vzorcích a byly zaznamenány do Tabulky 7,

kde je možné vidět jejich část. Všechny výsledné hodnoty, které byly naměřeny během chlazení jsou zaznamenány v Příloze 3.

Tabulka 7 - Část výsledných hodnot z barevné analýzy – CHLADNUTÍ

| CHLADNUTÍ    |       |     |     |          |     |     |       |     |     |
|--------------|-------|-----|-----|----------|-----|-----|-------|-----|-----|
| TEPLOTA [°C] | ŽLUTÁ |     |     | ORANŽOVÁ |     |     | MODRÁ |     |     |
|              | R     | G   | B   | R        | G   | B   | R     | G   | B   |
| 70           | 1019  | 971 | 843 | 862      | 794 | 753 | 876   | 858 | 809 |
| 69           | 1019  | 971 | 843 | 859      | 792 | 754 | 881   | 862 | 814 |
| 68           | 1019  | 971 | 843 | 857      | 791 | 753 | 896   | 875 | 825 |
| 67           | 1019  | 971 | 843 | 853      | 790 | 753 | 863   | 851 | 808 |
| 66           | 1019  | 971 | 843 | 850      | 785 | 752 | 866   | 853 | 809 |
| 65           | 1019  | 966 | 832 | 846      | 782 | 748 | 867   | 854 | 810 |
| 64           | 1019  | 966 | 832 | 844      | 783 | 752 | 860   | 849 | 808 |
| 63           | 1019  | 966 | 832 | 843      | 781 | 750 | 856   | 841 | 803 |
| 62           | 1019  | 966 | 832 | 848      | 786 | 753 | 846   | 833 | 794 |
| 61           | 1019  | 966 | 832 | 846      | 783 | 752 | 851   | 838 | 799 |
| 60           | 1019  | 966 | 828 | 844      | 781 | 749 | 864   | 851 | 809 |
| 59           | 1019  | 966 | 828 | 842      | 780 | 748 | 866   | 850 | 809 |

## 11.2 Dílčí výsledky

Pomocí přístroje, který je schopen zaznamenávat hodnoty jednotlivých intenzit barev z modelu RGB, bylo možné pozorovat, kdy nastává barevný přechod a jaké barevné změny nastávají u termochromních pigmentů. Proces měření probíhal při ohřevu i při chlazení. Podle stoupajících nebo naopak klesajících jednotlivých složek RGB je možné vidět, kdy k barevné změně dochází.

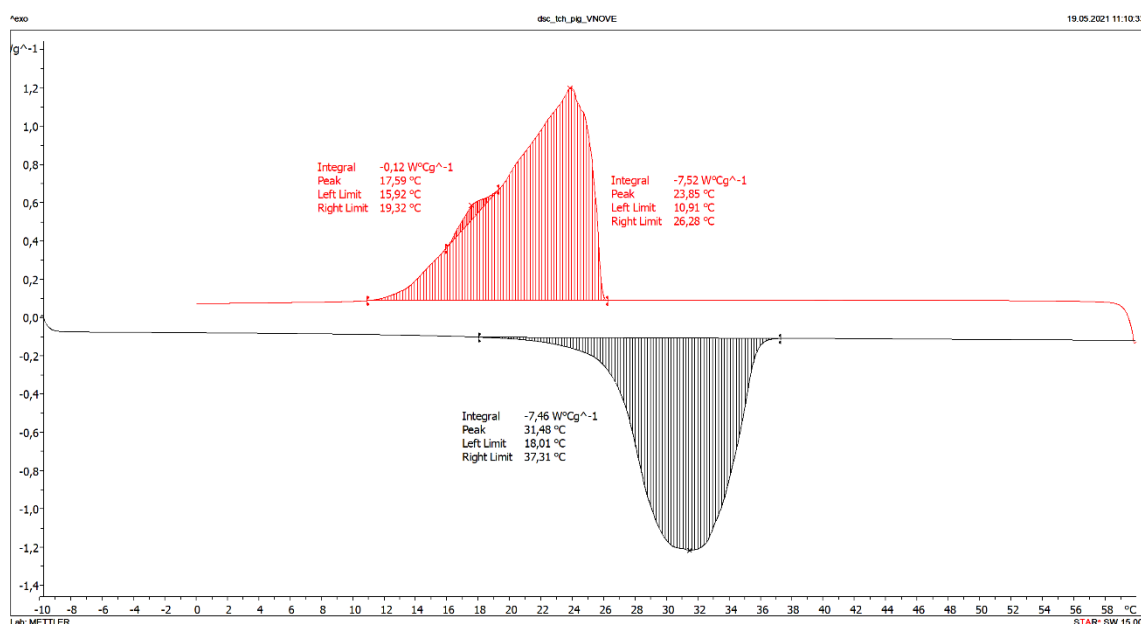
## 12 Analýza materiálů s fázovou přeměnou PCM na DSC

Pro nalezení optimální kombinace materiálu PCM s termochromním pigmentem je důležité znát při jakých teplotách PCM taje a tuhne. Termické vlastnosti pro obě komponenty byly zjišťovány pomocí termické analýzy DSC. K analýze byl použit přístroj Mettler Toledo DSC 3+, který je možné vidět na Obrázcích 22 a 23. Analýza byla prováděna na třech druzích materiálu s fázovou přeměnou PCM.

Nejprve proběhla příprava kapslí s obsahem PCM materiálů, které byly následně vloženy do přístroje. Měření na přístroji probíhalo několik hodin a postupně byly v přístroji měřeny kapsle naplněny jednotlivými PCM. Po dokončení měření bylo možné pomocí software vidět výsledky v podobě křivek. Graf, v kterém jsou křivky vykresleny se skládá ze dvou os, kdy na jedné je tepelný tok v jednotkách  $W \cdot g^{-1}$  a na druhé ose je teplota v jednotkách  $^{\circ}C$ .

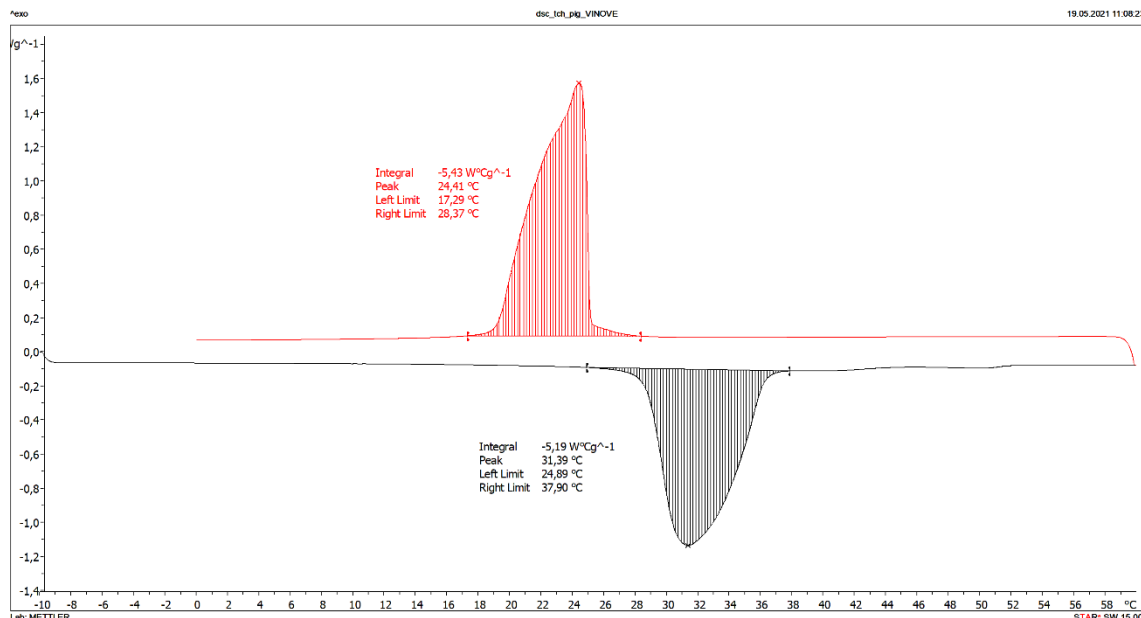
### 12.1 Výsledky termické analýzy DSC

Výsledkem analýzy na DSC je vykreselní křivek značící chování jednotlivých materiálů PCM během ohřevu a chladnutí. Černou křivkou je znázorněn ohřev a červenou křivkou je znázorněno chladnutí. U jednotlivých křivek je legenda, která obsahuje informaci o tom, kdy teplota dosahuje vrcholu a dochází k rozpouštění nebo tuhnutí zkoumaného materiálu a také informace, kdy samotný proces změny skupenství začal a skončil.



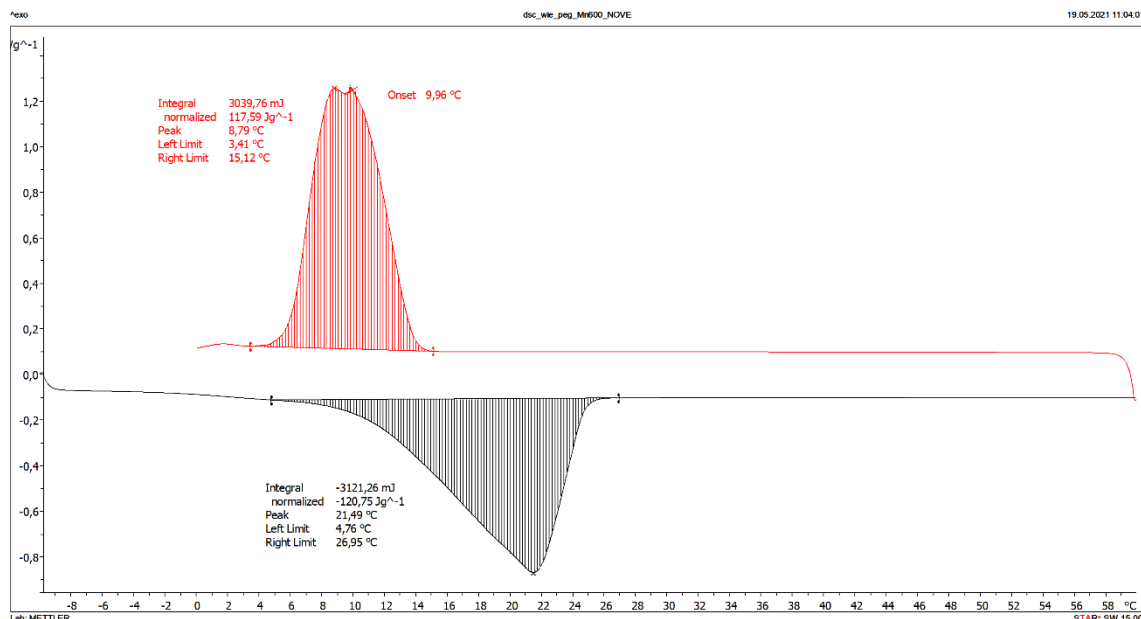
Obrázek 39 - Analýza DSC komerčního PCM (čínský tuk)

Analýza komerčního PCM materiálu označeného jako „Čínský tuk“ ukázala, že k tání dochází při teplotě 31,48 °C. Červená křivka znázorňující průběh chladnutí, tedy tuhnutí materiálu, dosáhla vrcholu při teplotě 23,85 °C, což je teplota, při které došlo ke změně skupenství materiálu. Průběh termické analýzy je zobrazen na Obrázku 39.



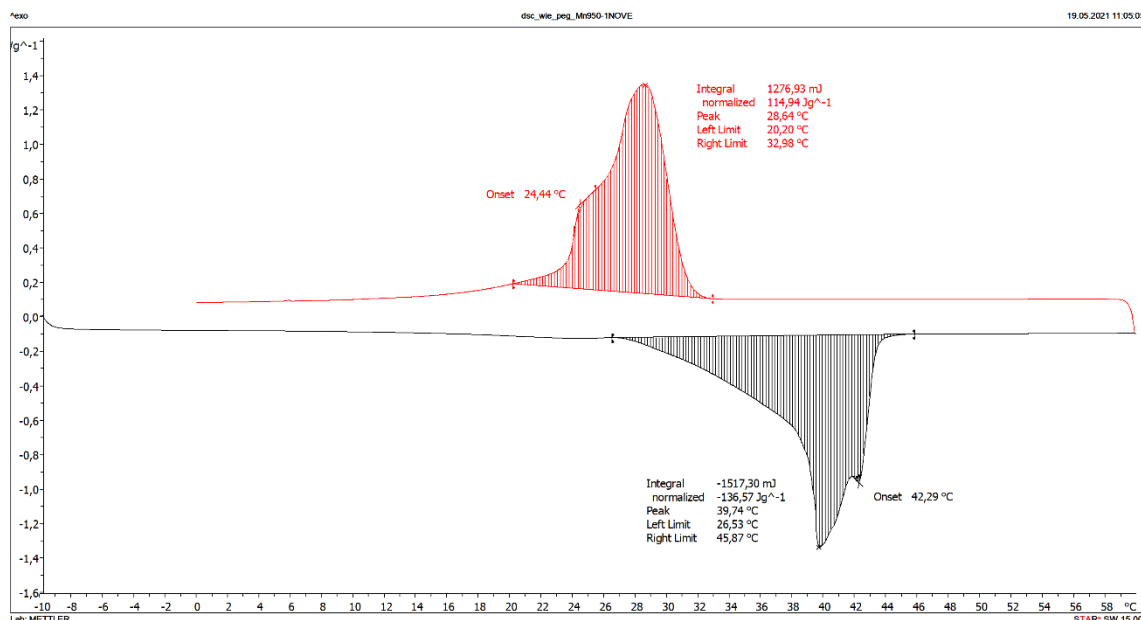
Obrázek 40 - Analýza DSC komerčního PCM (polyethylen glycol)

Termická analýza komerčního PCM materiálu označeného jako „Polyethylen glycol“ je znázorněna na Obrázku 40 a ukázala, že ke změně skupenství, tedy tání dochází při teplotě 31,39 °C, což vykresluje černá křivka. K tuhnutí materiálu dochází při teplotě 24,41 °C. Tento materiál tál i tuhnul konstantně, nedocházelo u něj k žádným výchyilkám, které by mohly být způsobené tím, že materiál obsahuje více aktivních složek.



Obrázek 41 - Analýza DSC Polyethylenglycol Mn 600

Materiál PCM, který je označen jako Polyethylen glycol average Mn 600 vykazoval změnu skupenství, konkrétně tedy tání, při teplotě 21,49 °C. K chladnutí respektive tuhnutí PCM došlo při teplotě 9,96 °C. Průběh termické analýzy je možné vidět na Obrázku 41.



Obrázek 42 - Analýza DSC Polyethylenglycol Mn 950-1,050

U PCM materiálu, který byl označen jako Polyethylen glycol average Mn 950-1,050 křivky vykazují výchylky během tání i tuhnutí. K tání u tohoto materiálu došlo při teplotě 39,74 °C a k chladnutí tedy tuhnutí materiálu došlo při teplotě 28,64 °C. Znázornění křivek je možné vidět na Obrázku 42.

## 12.2 Dílčí výsledky

Termická analýza DSC ukázala, že u všech PCM materiálů dochází k tání materiálu, a tedy změně skupenství z pevného na kapalně, při vyšších teplotách, než je tomu u tuhnutí. V Tabulce 8 jsou shrnuty teploty tání a tuhnutí pro jednotlivé PCM materiály, dále také průměr z těchto teplot a rozdíl mezi teplotami tání a tuhnutí. Z výsledků je možné vyčíst, že dva poskytnuté komerční PCM mají nižší rozdíl mezi teplotou tání a tuhnutí, který je cca 7 °C než zbylé dva PCM materiály, jejichž rozdíl v teplotách je cca 11 °C. Materiál Polyethylen glycol Mn 950-1,050 má nejvyšší teplotu tání, tzn. že jej bude možné kombinovat pouze s termochromním pigmentem, který bude mít také takto vysokou teplotu tání.

Tabulka 8 - Teploty tání/tuhnutí PCM materiálů

|                      | Komerční PCM „Polyethylen glycol“ | Komerční PCM „Čínský tuk“ | Polyethylen glycol Mn 600 | Polyethylen glycol Mn 950-1,050 |
|----------------------|-----------------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------------|
| Teplota tání [°C]    | 31,39                             | 31,48                     | 21,49                     | 39,74                           |
| Teplota tuhnutí [°C] | 24,41                             | 23,85                     | 9,96                      | 28,64                           |
| Průměr teplot [°C]   | 27,90                             | 27,67                     | 15,73                     | 34,19                           |
| Rozdíl teplot [°C]   | 6,98                              | 7,63                      | 11,53                     | 11,10                           |

## 13 Optimální kombinace termochromního pigmentu a PCM

Ke zvolení vhodné kombinace termochromního pigmentu s PCM materiálem a jejich následnému použití je zásadní jejich vzájemná podobnost v teplotách tání a tuhnutí. Tyto teploty byly pro oba druhy materiálů zjištěny pomocí termické analýzy DSC. Případně pomocí výsledků snímání teploty, při které dochází k barevnému přechodu, zjišťovanými za pomoci infrakamery.

### 13.1 Porovnání teplot tání/tuhnutí u termochromních pigmentů a PCM

V Tabulce 9 jsou k porovnání zaznamenány teploty tání a tuhnutí pro jednotlivé termochromní pigmenty a také pro materiály PCM, je možné je porovnat. Nejvyšší teplotu tání vykazuje modrý termochromní pigment. Ovšem za splnění předpokladu, že PCM musí být roztaveno dříve, než dojde k barevné změně termochromního pigmentu, je nemožné nalézt mezi těmito materiály shodu. U oranžového termochromního pigmentu je naopak problémem jeho teplota tuhnutí, která je 25,1 °C. Pokud je předpoklad takový, že materiál PCM musí nejprve ztuhnout a až následně může docházet k barevné změně termochromního pigmentu, tak oranžový pigment toto kritérium nesplňuje v kombinaci se žádným materiálem PCM. Růžový termochromní pigment také nevykazuje shodu s žádným PCM materiálem, který byl analyzován.

Jediným vhodným pigmentem, který by mohl dosáhnout shody s některým z výběru PCM materiálů, je žlutý pigment. Žlutý termochromní pigment má teplotu tání při 33,7 °C a aby bylo splněno kritérium, že nejprve musí ztuhnout PCM materiál, bylo by možné jej kombinovat s se třemi PCM materiály. Druhým kritériem je, že musí docházet ke ztuhnutí PCM materiálu dříve, než dojde k barevné změně u termochromního pigmentu. Žlutý pigment podle termické analýzy DSC tuhne při teplotě 22,9 °C. Obě podmínky by tedy žlutý pigment splnil, pokud by byl v kombinaci s komerčním PCM materiálem označeným jako „Polyethylen glycol“.

Tabulka 9 - Porovnání teplot tání/tuhnutí termochromních pigmentů s teplotami PCM

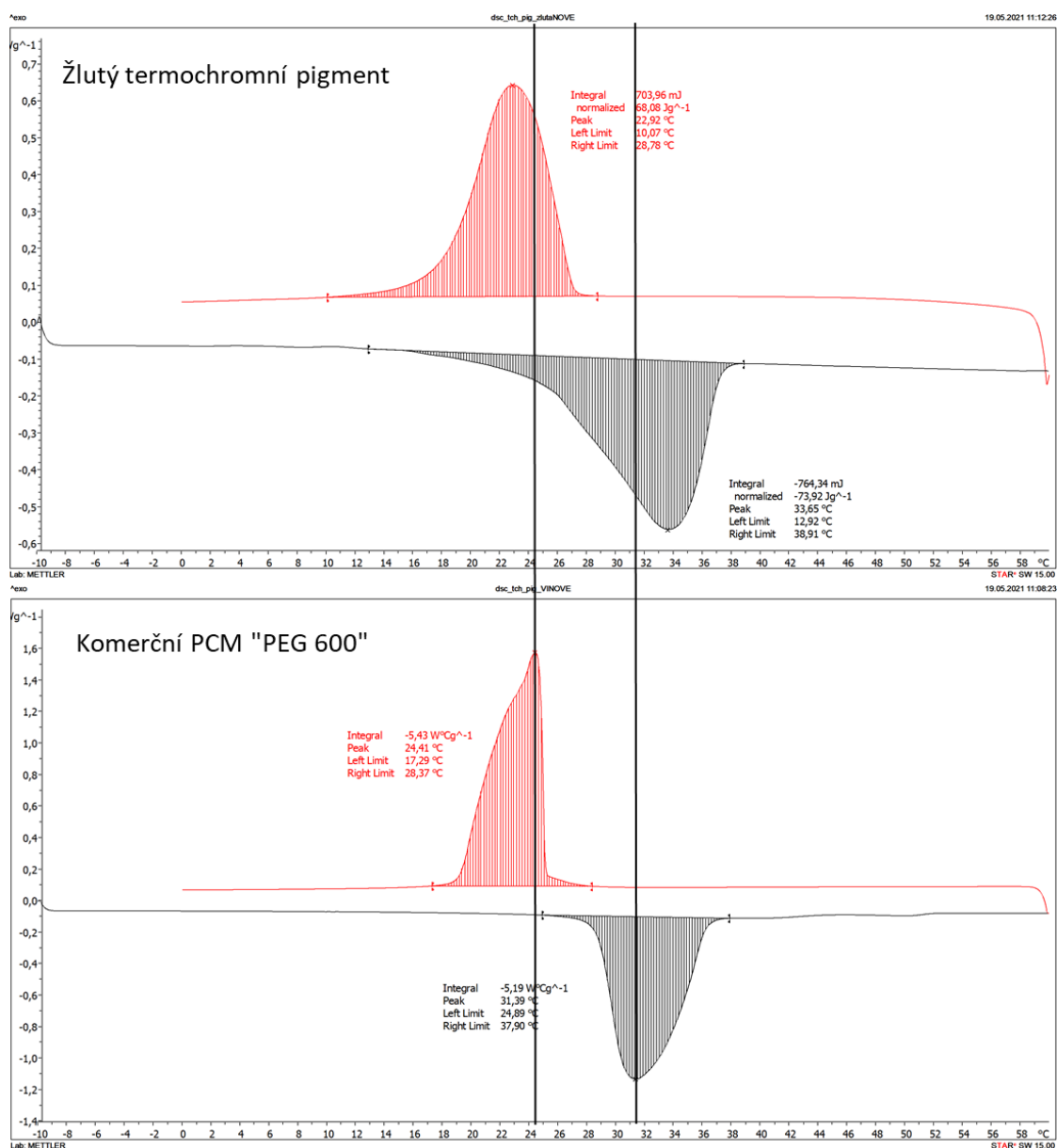
| Materiál                            | Teplota tání<br>[°C] | Teplota<br>tuhnutí [°C] | Průměr teplot<br>[°C] | Rozdíl teplot<br>[°C] |
|-------------------------------------|----------------------|-------------------------|-----------------------|-----------------------|
| Termochromní pigmenty               |                      |                         |                       |                       |
| Modrý                               | 44,5                 | 35,6                    | 40,1                  | 8,9                   |
| Žlutý                               | 33,7                 | 22,9                    | 28,3                  | 10,8                  |
| Oranžový                            | 37,0                 | 25,1                    | 31,1                  | 11,9                  |
| Růžový                              | 24,8                 | 10,7                    | 17,8                  | 14,1                  |
| Materiály s fázovou změnou – PCM    |                      |                         |                       |                       |
| Komerční<br>„Polyethylen<br>glycol“ | 31,4                 | 24,4                    | 27,9                  | 6,9                   |
| Komerční<br>„Čínský tuk“            | 31,5                 | 23,9                    | 27,7                  | 7,6                   |
| Polyethylen glycol<br>Mn 600        | 21,5                 | 9,9                     | 15,7                  | 11,5                  |
| Polyethylen glycol<br>Mn 950        | 39,7                 | 28,6                    | 34,2                  | 11,1                  |

### 13.2 Dílčí výsledky

Pokud dojde k porovnání obou výsledných grafů, které byly získány na základě termické analýzy, a tedy i informací z tabulky, je možné vidět i v grafickém řešení, že žlutý termochromní pigment splňuje podmínky, že materiál PCM musí roztát dříve, než roztaje termochromní pigment a také během chladnutí musí tuhnout dříve, než ztuhne

termochromní pigment a dojde k jeho barevné změně. Černá křivka znázorňuje ohřívání a červená křivka znázorňuje ochlazování.

Na Obrázku 43 je možné pozorovat grafické znázornění, kdy dochází k tání a tuhnutí jednotlivých složek z ideální kombinace termochromního pigmentu a materiálu PCM. Rovnoběžné přímky procházejí vrcholy u křivek znázorňujících vrcholy s maximální teplotou tání, respektive tuhnutí materiálu s fázovou změnou PCM. Přímky slouží k jasné identifikaci toho, že se termochromní pigment rozpouští později než PCM, tedy při vyšší teplotě a v opačném případě, že tuhne při nižší teplotě, než při jaké tuhne PCM.



Obrázek 43 - Porovnání teplot tání/tuhnutí žlutého termochromního pigmentu a PCM

## 14 Praktické uplatnění v oděvních a technických textiliích

Ideální kombinace termochromního pigmentu a PCM je hledána mimo jiné proto, aby mohla být použita na textilní materiály, ze kterých budou následně vytvořeny oděvy. Materiál PCM je schopen člověka chránit před přehřátím nebo naopak před prochladnutím. Termochromní pigment má za úkol, díky své barevné změně, informovat nositele oděvu o tom, že jej PCM právě přestalo chránit, ať už před vysokou nebo naopak před nízkou teplotou.

Z hlediska praktického uplatnění je možné pro tuto kombinaci termochromního pigmentu a materiálu PCM nalézt využití například v oděvech u profesí, kde pracovníci tráví velké množství času v chladných prostorách s teplotou, která není komfortní. Materiál je možné použít, jak na svrchní oděv, tak na oděvy, které jsou přímo ve styku s pokožkou.

Může se jednat o oděvy, které budou nosit pracovníci v mrazárnách, kde teploty dosahují velmi malých hodnot. Bude-li mít na sobě pracovník oděv, který bude obsahovat nános PCM bude ho do určité teploty chránit před prochladnutím. Jakmile ovšem dojde k ztuhnutí PCM, a tedy ztratě jeho chránicí funkce, bude možné vidět, jak termochromní pigment mění barvu a tím o této skutečnosti pracovníka informuje. Termochromní pigment může být na oděvu nanesen ve formě loga firmy či jiného nápisu. Kombinace PCM a termochromního pigmentu může být v tomto případě nanесena nejspíše na svrchním oděvu, tedy bundě či mikině. Je možné, aby oděvy s nánosem PCM využívali také záchranáři nebo horská služba v podmínkách, kde jsou nízké teploty a existuje riziko prochladnutí.

Další oblastí využití mohou být opačně extrémní podmínky, tedy vysoké teploty. V takovém případě by oděvy s obsahem PCM používali cestovatelé či pracovníci, kteří se vyskytují v oblastech, kde jsou velmi vysoké teploty a dlouhodobý pobyt v těchto podmínkách je pro lidský organismus náročný, např. ve sklárnách či slévárnách. Jakmile by bylo dosaženo určité teploty a PCM by přestal nositele oděvu před teplem chránit, nastala by barevná změna u termochromního pigmentu a došlo by například k odbarvení potisku trička. Tím by byl uživatel upozorněn na probíhající změny, ke kterým došlo u jeho oděvu.

## 15 Závěr

Cílem této diplomové práce bylo najít ideální kombinaci termochromních pigmentů a PCM materiálů. Co jsou termochromní pigmenty a PCM materiály, je popsáno v rešerši, kde jsou mimo jiné vysvětleny také postupy či analýzy, které se v práci používaly.

Samotnou experimentální část lze rozdělit do několika kroků, kdy nejprve proběhla analýza termochromních pigmentů. Na elektronovém mikroskopu byly pořízeny snímky vysušených částic pigmentů, kde bylo možné vidět, že se jedná o enkapsulované materiály. Díky snímkům z elektronového mikroskopu mohly být zjištěny velikosti jednotlivých částic termochromních pigmentů. Průměrné velikosti částic se pohybovaly kolem hodnoty 2,2  $\mu\text{m}$ .

Další dílčí experiment spočíval ve zkoušení kombinace PCM a termochromních pigmentů. Byly vytvořeny vzorky, na něž se za pomoci tiskací pasty, vytvořené z termochromních pigmentů natiskly nápisy podle vytvořené šablony. Po usušení a zafixování byl na vzorky nanášen rozpuštěný PCM materiál. Bylo zapotřebí správné množství PCM, aby si textilní materiál udržel vzhled textilie. Bylo pozorováno, kdy dojde k barevnému přechodu a zda v tento moment bude již ztuhlý PCM materiál.

Následně byla provedena DSC analýza na termochromních pigmentech. Cílem bylo zjistit, při jaké teplotě dochází k tání a k tuhnutí termochromních pigmentů. Aby mohla být nalezena ideální kombinace právě zmíněných pigmentů s PCM materiály, je nutné, aby PCM materiál roztával dříve než termochromní pigment, tzn. tál při nižší teplotě. Naopak u chladnutí je žádoucí, aby PCM tuhl při vyšší teplotě než termochromní pigment. Výsledky termické analýzy bylo možné zjistit z grafů, na kterých křivky vykreslují přesné chování termochromních pigmentů během obou procesů (tání, tuhnutí).

V další části byl zkoumán barevný přechod termochromních pigmentů a zjišťováno, při jaké teplotě k němu dochází. K pokusu byla použita ohřevná deska, na kterou byl umístěn vzorek s termochromním pigmentem. Postupným ohříváním desky, a tedy zahříváním vzorku s pigmentem, bylo možné pozorovat barevný přechod z modré barvy do bílé, který byl snímán fotoaparátem a termokamerou. Celý proces byl sledován i v opačném sledu, a tedy kdy docházelo k chladnutí a barevný přechod probíhal v opačném pořadí, tedy z bílé barvy na modrou.

Kromě termochromních pigmentů probíhala termická analýza také na PCM materiálech. Bylo potřeba zjistit, při jakých teplotách dochází k tání a tuhnutí jednotlivých PCM

materiálů. Zkoumány byly čtyři druhy PCM. Opět došlo k vykreslení křivek, jak proces probíhal při ohřevu a jak při chladnutí.

Díky zjištěným informacím, především z DSC analýzy, bylo možné začít hledat optimální kombinaci PCM a termochromních pigmentů. Byly známy teploty tání a tuhnutí všech zkoumaných komponent. Po porovnání jednotlivých hodnot se jeví jako nejideálnější kombinace žlutý termochromní pigment s PCM označeným jako „PEG 600“. V tomto případě dojde ke splnění podmínek, tedy že PCM musí tát při nižší teplotě než termochromní pigment, a naopak tuhnout při vyšší teplotě, než tuhne pigment. Tím je možné docílit toho, aby barevná změna termochromního pigmentu plnila svou funkci, a tedy informovala uživatele o tom, že ochrana PCM před vysokými nebo nízkými teplotami přestala fungovat a může dojít k přehřátí nebo naopak k prochladnutí.

Z praktického hlediska je možné použít hledanou ideální kombinaci PCM a termochromního pigmentu v oděvních textiliích, ze kterých budou vytvořeny oděvy pro uživatele, kteří se vyskytují v extrémních podmínkách. Ať už se jedná o prostředí s vysokou nebo nízkou teplotou. Příklady použití jsou pro pracovníky v mrazírnách či horskou službu. V opačném případě je možné navržení oděvu pro cestovatele nebo pracovníky, kteří se vyskytují v prostředí, kde jsou vysoké teploty, před kterými je zapotřebí se chránit např. ve sklárnách či slévárnách.

## Seznam použitých zdrojů

- [1] ARSHADY, R. *Microspheres Microcapsules & Liposomes: Medical & Biotechnology Applications*. Volume 2. Londýn: Citus Books, 1999. ISBN-10:0953218724
- [2] GIRO-PALOMA, J., MARTÍNEZ, M., CABEZA, L.F., FERNÁNDEZ, A.I. *Types, methods, techniques, and applications for microencapsulated phase change materials (MPCM): A review*. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 2016. Volume 53. [Online]. [vid. 2021-02-11]. Str. 1059-1075. ISSN 1364-0321. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1364032115010102>
- [3] HOVJACKÁ, K. *Enkapsulace termochromních systémů*. [Online]. Pardubice, 2018. Diplomová práce. Fakulta chemicko-technologická Univerzita Pardubice. Vedoucí práce O. Panák.
- [4] GHOSH, S. K. *Functional Coatings: By Polymer Microencapsulation*. Weinheim: Wiley-VCH, 2006. ISBN 3-527-31296-2
- [5] PONCELET, D. *Microencapsulation: Fundamentals, methods and applications*. Surface Chemistry in Biomedical and Environmental Science, 2006. Str. 23–34. DOI: 10.1007/1-4020-4741-X\_3
- [6] TUREČKOVÁ, J. *Úvod do enkapsulace*. [Online]. Liberec, 2006. Diplomová práce. Fakulta textilní Technická univerzita v Liberci. Vedoucí práce J. Dembický.
- [7] FELCMANOVÁ, J. *Aplikace mikrokapsulí na textilie*. [Online]. Liberec, 2006. Diplomová práce. Fakulta textilní Technická univerzita v Liberci. Vedoucí práce J. Dembický.
- [8] KARTHIKEYAN, M., RAMACHANDRAN, T., SUNDARAM SHANMUGA O.L. *Nanoencapsulated phase change materials based on polyethylene glycol for creating thermoregulating cotton*. SAGE journals, 2014. Volume 44. [Online]. [vid. 2020-4-20] Str. 130-146. Dostupné z: <https://journals.sagepub.com/doi/abs/10.1177/1528083713480378>
- [9] ARSHADY, R. *Microspheres, Microcapsules and Liposomes: Microcapsule Patents and Products*. Londýn: Citus Books, 2003. Volume 6. 336 str. ISBN 0953218767

- [10] ARSHADY, R. *Microspheres, Microcapsules and Liposomes: Manufacturing Methodology of Microcapsules*. Londýn: Citus Books, 1999. Volume 1. 576 str. ISBN 0953218716
- [11] DUCHÁČEK, V. *Polymery – Výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. 2. vydání. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 1995. 354 str. ISBN 80-7080-617-6
- [12] STOKLASA, K. *Makromolekulární chemie I*. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2005. Studijní materiály.
- [13] ARSHADY, R. *Suspension, emulsion, and dispersion polymerization: A methodological survey*. Colloid & Polymer Science, 1992. Str. 717–732. DOI: 10.1007/BF00776142
- [14] ŠŇUPÁREK, J. *Makromolekulární chemie: Úvod do chemie a technologie polymerů*. Pardubice: Univerzita Pardubice, 2014. ISBN 978-80-7395-761-2
- [15] PROKOPOVÁ, I. *Makromolekulární chemie*. 2. vyd. Praha: VŠCHT Praha, 2007. ISBN 978-80-7080-662-3
- [16] BAKHSHAEI, M. a další. *Triboelectric charging of carbon-black-impregnated suspension-polymerized copolymers*. Polymer, 1987. Volume 28. str. 1605–1611. DOI: 10.1016/0032-3861(87)90367-3
- [17] LUZZI, L. A. *Microencapsulation*. Journal of Pharmaceutical Sciences, 1970. Volume 59. Str. 1367–1376. DOI: 10.1002/jps.2600591002
- [18] WANG, L.Y., TSAI, P.S. a YANG, Y.M. *Preparation of silica microspheres encapsulating phase-change material by sol-gel method in O/W emulsion*. Journal of Microencapsulation, 2006. Volume 23. Str. 3–14. DOI: 10.1080/02652040500286045
- [19] ŠKRABALOVÁ, L. *Principy a využití kosmetotextilu*. [Online]. Brno, 2009. Bakalářská práce. Fakulta chemická Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Jana Zemanová.

- [20] KRASINSKÝ, J. *Intelligentní a žáruvzdorné textilie a možnosti jejich využití*. [Online]. Plzeň, 2013. Diplomová práce. Fakulta elektrotechnická Západočeská univerzita v Plzni. Vedoucí práce Eva Kučerová.
- [21] MATTILA, H. R. *Intelligent Textiles and clothing*. Cambridge: Woodhead Publishing, 2006. ISBN 978-1-84569-005-2
- [22] MONDAL, S. *Phase Change Materials for smart textiles - An overview*. Applied Thermal Engineering, 2008. Volume 28. Str. 1536-1550. DOI:10.1016/j.applthermaleng.2007.08.009
- [23] PAUSE, B. *Textiles with improved thermal capabilities through the application of phase change material (PCM) microcapsules*. Melland Textilberichte. 2000. Volume 9. Str. 753–754. ISSN 0341-0781
- [24] NELSON, G. *Application of microencapsulation in textiles*. International Journal of Pharmaceutics, 2002. Volume 242. Str. 56-62. DOI: 10.1016/s0378-5173(02)00141-2.
- [25] Wikipedie. *Entektikum*. [Online]. [vid. 2021-02-14]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Eutektikum>
- [26] VIKOVÁ, M. a kol. *Textilní senzory*. Průběžná zpráva k dílčímu projektu Speciální textilie. [Online]. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2004. Dostupné z: <https://adoc.pub/queue/prbna-zprava-k-dilimu-projektu-specialni-textilie-vyzkumne-c.html>
- [27] MACLAREN, D. C., WHITE, M. A. *Competition between dye-developer and solvent-developer interactions in a reversible thermochromic system*. Journal of Material Chemistry, 2003. Issue 13. Str. 1701–1704. DOI: 10.1039/B302250A
- [28] KULČAR, R., GUNDE, M. K., KNEŠAUREK, N. *Dynamic Colour Possibilities and Functional Properties of Thermochromic Printing Inks*. Acta Graphica, 2017. Volume 23. Str. 25–36. ISSN 1848-3828
- [29] VŠCHT. *Diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC)*. [Online]. Vysoká škola chemicko-technologická. Studijní materiály. Dostupné z: <https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010367/cwl2js87vLAsPwUA.pdf?redirected>

- [30] PECHOČIAKOVÁ, M. *Termická analýza materiálů*. [Online]. Liberec: Technická univerzita v Liberci. Studijní materiály.
- [31] METTLER TOLEDO. *Differential Scanning Calorimetry for Unmatched Performance*. Mettler Toledo, 2015. [Online]. [vid 2021-03-14]. Dostupné z: <https://www.mt.com/dam/non-indexed/po/ana/thermal-analysis/brochures/DSC3+ Brochure en 30247113A V05.15 Original 38553.pdf>
- [32] BALÁŽ, L. *Jehlové koaxiální elektrostatické zvlákňování*. [Online]. Liberec, 2012. Diplomová práce. Fakulta textilní Technická univerzita v Liberci. Vedoucí práce David Lukáš.
- [33] SASÍNEK, J. *Elektronová mikroskopie transmisní a rastrovací*. [online]. [vid 07-03-2021]. Dostupné z: [http://jointlab.upol.cz/soubusta/OSYS/El\\_mikr/El\\_mikr.html](http://jointlab.upol.cz/soubusta/OSYS/El_mikr/El_mikr.html)

## Seznam obrázků

|                                                                    |    |
|--------------------------------------------------------------------|----|
| Obrázek 1 - Morfologické druhy kapsulí [2] .....                   | 11 |
| Obrázek 2 - Schéma termochromního systému [28] .....               | 26 |
| Obrázek 3 – Přístroj Mettler Toledo DSC 3+ [31] .....              |    |
| Obrázek 4 – Vkládání kapslí do přístroje [31].....                 | 27 |
| Obrázek 5 - Centrifuge MPW-251.....                                | 30 |
| Obrázek 6 - Modrý pigment, zvětšení 2000x .....                    |    |
| Obrázek 7 - Modrý pigment, zvětšení 5000x .....                    | 31 |
| Obrázek 8 - Oranžový pigment, zvětšení 2000x.....                  |    |
| Obrázek 9 - Oranžový pigment, zvětšení 5000x.....                  | 32 |
| Obrázek 10 - Žlutý pigment, zvětšení 2000x.....                    |    |
| Obrázek 11 - Žlutý pigment, zvětšení 5000x.....                    | 32 |
| Obrázek 12 - Růžový pigment, zvětšení 2000x.....                   |    |
| Obrázek 13 - Růžový pigment, zvětšení 2000x .....                  | 33 |
| Obrázek 14 - Histogram (velikost částic – modrý pigment).....      | 35 |
| Obrázek 15 - Histogram (velikost částic – oranžový pigment) .....  | 35 |
| Obrázek 16 - Histogram (velikost částic – žlutý pigment) .....     | 36 |
| Obrázek 17 - Histogram (velikost částic – růžový pigment) .....    | 37 |
| Obrázek 18 - Bavlněná textilie, 4 g PCM.....                       |    |
| Obrázek 19 - Netkaná textilie, 2 g PCM.....                        | 40 |
| Obrázek 20 - Bavlněná textilie, 4 g PCM.....                       |    |
| Obrázek 21 - Netkaná textilie, 2 g PCM.....                        | 40 |
| Obrázek 22 – Přístroj pro analýzu DSC.....                         | 42 |
| Obrázek 23 - Prostor pro přípravu vzorků pro DSC .....             | 42 |
| Obrázek 24 - Analýza DSC pro modrý pigment.....                    | 43 |
| Obrázek 25 - Analýza DSC pro oranžový pigment .....                | 44 |
| Obrázek 26 - Analýza DSC pro žlutý pigment .....                   | 44 |
| Obrázek 27 - Analýza DSC pro růžový pigment .....                  | 45 |
| Obrázek 28 - Porovnání teplot tuhnutí jednotlivých pigmentů.....   | 46 |
| Obrázek 29 - Porovnání teplot tání jednotlivých pigmentů .....     | 46 |
| Obrázek 30 - Ohřev (36 °C)                                         |    |
| Obrázek 31 - Ohřev (37 °C)                                         |    |
| Obrázek 32 - Ohřev (38 °C).....                                    | 48 |
| Obrázek 33 - Chladnutí (37 °C)                                     |    |
| Obrázek 34 - Chladnutí (36 °C)                                     |    |
| Obrázek 35 - Chladnutí (35,50 °C).....                             | 50 |
| Obrázek 36 - Intenzity RGB při ohřevu vzorku .....                 | 52 |
| Obrázek 37 - Intenzity RGB při chladnutí vzorku.....               | 52 |
| Obrázek 38 - Přístroj Color Analyzer Probe.....                    | 54 |
| Obrázek 39 - Analýza DSC komerčního PCM (čínský tuk).....          | 57 |
| Obrázek 40 - Analýza DSC komerčního PCM (polyethylen glycol) ..... | 58 |
| Obrázek 41 - Analýza DSC Polyethylenglycol Mn 600.....             | 59 |
| Obrázek 42 - Analýza DSC Polyethylenglycol Mn 950-1,050 .....      | 59 |

Obrázek 43 - Porovnání teplot tání/tuhnutí žlutého termochromního pigmentu a PCM 63

## Seznam tabulek

|                                                                                   |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabulka 1 - Příklady polymerů [9] .....                                           | 13 |
| Tabulka 2 - Velikost částic termochromních pigmentů.....                          | 34 |
| Tabulka 3 - Teploty tání/ tuhnutí aktivní složky termochromních pigmentů .....    | 47 |
| Tabulka 4 - Teploty a intenzity RGB během barevného přechodu při ohřevu.....      | 49 |
| Tabulka 5 - Teploty a intenzity RGB během barevného přechodu při chlazení.....    | 51 |
| Tabulka 6 - Část výsledných hodnot z barevné analýzy – OHŘEV .....                | 55 |
| Tabulka 7 - Část výsledných hodnot z barevné analýzy – CHLADNUTÍ .....            | 56 |
| Tabulka 8 - Teploty tání/tuhnutí PCM materiálů.....                               | 60 |
| Tabulka 9 - Porovnání teplot tání/tuhnutí termochromních pigmentů s teplotami PCM | 62 |

## Přílohy

Příloha 1: Analýza velikostí částic termochromních pigmentů

| Velikost částic termochromních pigmentů v mikrometrech |       |          |        |  | 2,843 | 2,666 | 1,362 | 3,377 |
|--------------------------------------------------------|-------|----------|--------|--|-------|-------|-------|-------|
| Žlutý                                                  | Modrý | Oranžový | Růžový |  | 0,770 | 2,251 | 2,606 | 3,670 |
| 2,310                                                  | 2,666 | 4,621    | 3,964  |  | 0,889 | 2,962 | 2,547 | 5,872 |
| 2,666                                                  | 1,481 | 4,502    | 2,643  |  | 1,244 | 3,732 | 1,185 | 6,166 |
| 1,007                                                  | 1,836 | 1,777    | 3,670  |  | 2,251 | 2,073 | 2,133 | 3,230 |
| 1,836                                                  | 2,073 | 2,014    | 5,579  |  | 1,777 | 1,303 | 2,488 | 2,789 |
| 2,192                                                  | 2,014 | 1,422    | 3,670  |  | 2,903 | 4,087 | 2,192 | 3,083 |
| 1,599                                                  | 1,659 | 1,955    | 3,817  |  | 2,547 | 1,659 | 1,540 | 4,111 |
| 1,955                                                  | 1,540 | 1,185    | 3,083  |  | 5,213 | 1,362 | 1,599 | 2,936 |
| 2,073                                                  | 2,429 | 2,903    | 5,285  |  | 2,192 | 1,896 | 3,317 | 3,817 |
| 2,903                                                  | 3,377 | 1,066    | 4,991  |  | 1,777 | 1,066 | 1,422 | 2,055 |
| 2,310                                                  | 1,007 | 0,770    | 5,138  |  | 1,718 | 2,488 | 2,666 | 6,019 |
| 2,133                                                  | 1,718 | 1,007    | 2,643  |  | 3,140 | 2,133 | 2,133 | 3,230 |
| 2,843                                                  | 1,659 | 0,948    | 2,496  |  | 8,827 | 2,251 | 2,725 | 6,166 |
| 2,014                                                  | 2,606 | 2,903    | 4,404  |  | 2,133 | 1,362 | 4,561 | 3,817 |
| 2,547                                                  | 1,185 | 3,732    | 3,377  |  | 2,133 | 0,770 | 2,666 | 2,789 |
| 2,784                                                  | 1,599 | 2,133    | 2,202  |  | 1,599 | 1,007 | 3,614 | 1,908 |
| 1,422                                                  | 3,910 | 2,962    | 2,643  |  | 3,021 | 2,251 | 4,147 | 4,698 |
| 1,540                                                  | 2,903 | 4,028    | 4,257  |  | 0,829 | 1,303 | 2,488 | 2,936 |
| 2,784                                                  | 2,843 | 1,540    | 2,643  |  | 2,606 | 1,599 | 3,258 | 4,111 |
| 2,666                                                  | 3,554 | 2,073    | 3,083  |  | 2,784 | 0,948 | 3,850 | 5,138 |
| 2,903                                                  | 0,948 | 1,185    | 3,230  |  | 2,192 | 2,370 | 1,244 | 2,936 |

|       |       |          |        |  |       |       |       |       |
|-------|-------|----------|--------|--|-------|-------|-------|-------|
| Žlutý | Modrý | Oranžový | Růžový |  | 2,073 | 1,185 | 3,199 | 4,551 |
| 1,659 | 3,080 | 2,192    | 3,964  |  | 1,599 | 1,422 | 3,140 | 6,753 |
| 1,185 | 2,962 | 3,021    | 3,083  |  | 1,362 | 1,007 | 2,370 | 2,789 |
| 2,903 | 1,126 | 1,718    | 2,643  |  | 2,192 | 2,310 | 1,362 | 5,432 |
| 1,718 | 1,659 | 1,955    | 4,698  |  | 3,021 | 1,481 | 2,073 | 3,964 |
| 1,718 | 1,244 | 2,251    | 3,817  |  | 2,133 | 1,422 | 2,133 | 5,285 |
| 0,948 | 1,362 | 2,606    | 2,496  |  | 3,732 | 1,599 | 1,540 | 2,789 |
| 1,007 | 1,185 | 2,725    | 4,991  |  | 2,370 | 1,718 | 4,028 | 3,523 |
| 1,303 | 3,377 | 3,080    | 3,523  |  | 0,474 | 2,429 | 2,843 | 4,551 |
| 2,073 | 4,087 | 1,185    | 5,285  |  | 1,481 | 0,829 | 1,896 | 3,817 |
| 3,614 | 1,540 | 1,303    | 4,111  |  | 2,073 | 0,948 | 2,133 | 4,845 |
| 2,192 | 1,955 | 1,185    | 5,725  |  | 3,021 | 1,896 | 2,192 | 2,496 |
| 1,836 | 2,370 | 2,725    | 4,111  |  | 2,429 | 1,422 | 4,028 | 3,083 |
| 1,126 | 3,614 | 2,606    | 5,872  |  | 2,547 | 1,599 | 4,561 | 3,230 |
| 2,073 | 1,599 | 2,429    | 3,964  |  | 2,370 | 1,718 | 0,948 | 3,523 |
| 2,962 | 2,192 | 0,948    | 2,202  |  | 1,422 | 0,948 | 1,599 | 3,817 |
| 1,303 | 2,843 | 2,666    | 2,936  |  | 2,251 | 1,185 | 2,370 | 4,698 |
| 1,718 | 1,718 | 2,843    | 3,377  |  | 2,666 | 2,666 | 1,599 | 3,670 |
| 2,666 | 1,185 | 1,244    | 4,991  |  | 1,599 | 3,554 | 3,199 | 3,377 |
| 4,384 | 0,889 | 2,725    | 6,019  |  | 1,362 | 2,014 | 1,303 | 4,845 |
| 2,666 | 1,599 | 3,199    | 3,817  |  | 0,948 | 2,014 | 1,066 | 3,377 |
| 3,258 | 7,168 | 3,377    | 2,643  |  | 1,481 | 1,955 | 3,554 | 4,991 |
| 1,718 | 2,843 | 1,481    | 3,230  |  | 1,836 | 2,725 | 1,659 | 5,432 |
| 0,948 | 1,540 | 0,770    | 4,551  |  | 2,843 | 2,903 | 2,784 | 3,523 |
| 1,718 | 2,192 | 1,481    | 2,936  |  | 4,502 | 0,652 | 1,362 | 5,285 |

|       |       |          |        |  |       |       |       |       |
|-------|-------|----------|--------|--|-------|-------|-------|-------|
| Žlutý | Modrý | Oranžový | Růžový |  | 1,836 | 2,310 | 1,185 | 3,670 |
| 2,370 | 2,606 | 1,599    | 3,230  |  | 2,725 | 3,554 | 1,422 | 2,936 |
| 1,836 | 2,310 | 1,185    | 3,670  |  | 4,028 | 1,422 | 0,711 | 2,643 |
| 1,303 | 2,784 | 1,244    | 4,404  |  | 4,147 | 1,244 | 2,073 | 4,257 |
| 3,199 | 4,087 | 2,133    | 3,377  |  | 3,140 | 1,777 | 1,836 | 3,964 |
| 2,547 | 3,791 | 1,540    | 2,789  |  | 0,592 | 3,732 | 1,659 | 2,496 |
| 3,495 | 1,481 | 1,303    | 4,257  |  | 1,126 | 2,014 | 0,770 | 3,083 |
| 2,014 | 1,362 | 0,652    | 4,404  |  | 2,725 | 1,481 | 1,896 | 2,496 |
| 3,436 | 1,777 | 1,481    | 3,670  |  | 2,073 | 1,007 | 1,718 | 3,670 |
| 3,317 | 0,889 | 3,377    | 2,936  |  | 2,370 | 2,843 | 3,377 | 3,083 |
| 1,659 | 2,666 | 1,659    | 4,551  |  | 1,955 | 1,362 | 2,310 | 3,817 |
| 1,481 | 3,554 | 3,377    | 4,257  |  | 0,711 | 0,652 | 0,948 | 4,991 |
| 2,843 | 2,843 | 1,481    | 3,964  |  | 1,836 | 1,599 | 0,889 | 2,789 |
| 1,955 | 2,251 | 1,422    | 2,202  |  | 1,896 | 0,948 | 0,711 | 3,230 |
| 2,903 | 2,962 | 1,896    | 2,936  |  | 1,244 | 3,080 | 1,422 | 2,936 |
| 2,370 | 0,711 | 1,481    | 2,055  |  | 1,955 | 4,739 | 2,192 | 3,670 |
| 4,028 | 1,599 | 2,014    | 2,055  |  | 1,244 | 2,370 | 1,836 | 2,789 |
| 4,087 | 7,168 | 2,310    | 2,643  |  | 3,614 | 1,659 | 2,784 | 4,845 |
| 3,969 | 0,889 | 3,791    | 3,083  |  | 2,606 | 3,199 | 2,073 | 2,055 |
| 3,258 | 1,481 | 1,777    | 5,138  |  | 4,561 | 3,140 | 1,481 | 2,643 |
| 1,718 | 2,903 | 1,599    | 2,789  |  | 2,429 | 2,133 | 1,007 | 3,964 |
| 3,791 | 1,599 | 2,903    | 3,817  |  | 1,066 | 1,244 | 1,422 | 4,404 |
| 1,540 | 4,798 | 1,777    | 4,404  |  | 3,317 | 2,251 | 1,126 | 2,936 |
| 2,073 | 4,680 | 0,948    | 4,991  |  | 3,199 | 1,777 | 1,599 | 3,377 |
| 2,014 | 3,969 | 1,836    | 3,083  |  | 2,310 | 5,568 | 1,185 | 6,166 |

| Žlutý | Modrý | Oranžový | Růžový |
|-------|-------|----------|--------|
| 1,659 | 6,161 | 1,066    | 2,936  |
| 3,140 | 3,080 | 1,599    | 3,817  |
| 0,533 | 1,303 | 1,066    | 3,083  |
| 1,066 | 2,370 | 2,547    | 3,670  |
| 2,192 | 2,843 | 1,422    | 3,817  |
| 4,858 | 2,370 | 2,251    | 3,230  |
| 4,087 | 1,718 | 1,185    | 6,313  |
| 1,303 | 0,711 | 0,829    | 6,606  |
| 0,889 | 1,303 | 1,126    | 4,551  |
| 0,711 | 1,066 | 1,007    | 5,725  |
| 1,303 | 3,021 | 1,718    | 3,523  |

Příloha 2: Změny barevnosti termochromních pigmentů vlivem ohřevu a chlazení  
OHŘÍVÁNÍ

| Teplota<br>[°C] | ŽLUTÁ |     |     | ORANŽOVÁ |     |     | MODRÁ |     |     |
|-----------------|-------|-----|-----|----------|-----|-----|-------|-----|-----|
|                 | R     | G   | B   | R        | G   | B   | R     | G   | B   |
| 24              | 984   | 811 | 365 | 625      | 219 | 168 | 238   | 296 | 412 |
| 25              | 985   | 815 | 371 | 626      | 219 | 168 | 238   | 295 | 410 |
| 26              | 990   | 825 | 391 | 628      | 221 | 169 | 242   | 297 | 412 |
| 27              | 1001  | 843 | 426 | 629      | 222 | 171 | 242   | 296 | 411 |
| 28              | 1009  | 865 | 478 | 627      | 226 | 175 | 242   | 299 | 415 |
| 29              | 1011  | 885 | 542 | 634      | 235 | 185 | 244   | 298 | 418 |
| 30              | 1023  | 907 | 592 | 654      | 240 | 190 | 257   | 306 | 428 |
| 31              | 1023  | 921 | 640 | 668      | 236 | 187 | 257   | 306 | 426 |
| 32              | 1023  | 936 | 685 | 682      | 264 | 219 | 252   | 308 | 429 |
| 33              | 1023  | 954 | 731 | 777      | 440 | 416 | 244   | 313 | 435 |
| 34              | 1023  | 966 | 766 | 899      | 696 | 670 | 233   | 318 | 440 |
| 35              | 1023  | 975 | 790 | 915      | 730 | 700 | 209   | 331 | 454 |
| 36              | 1023  | 979 | 803 | 916      | 742 | 713 | 200   | 379 | 511 |
| 37              | 1023  | 982 | 810 | 917      | 753 | 723 | 344   | 529 | 644 |
| 38              | 1023  | 984 | 816 | 918      | 761 | 729 | 659   | 762 | 806 |
| 39              | 1023  | 982 | 818 | 915      | 764 | 734 | 756   | 814 | 828 |
| 40              | 1023  | 983 | 821 | 907      | 761 | 729 | 790   | 830 | 833 |
| 41              | 1023  | 983 | 821 | 905      | 764 | 733 | 809   | 837 | 835 |
| 42              | 1023  | 985 | 828 | 905      | 761 | 729 | 821   | 830 | 821 |
| 43              | 1023  | 984 | 828 | 900      | 762 | 731 | 843   | 846 | 834 |
| 44              | 1023  | 984 | 828 | 900      | 761 | 729 | 850   | 843 | 826 |

| Teplota<br>[°C] | ŽLUTÁ |     |     | ORANŽOVÁ |     |     | MODRÁ |     |     |
|-----------------|-------|-----|-----|----------|-----|-----|-------|-----|-----|
|                 | R     | G   | B   | R        | G   | B   | R     | G   | B   |
| 45              | 1023  | 984 | 828 | 900      | 763 | 730 | 874   | 859 | 837 |
| 46              | 1023  | 984 | 828 | 899      | 763 | 729 | 880   | 858 | 832 |
| 47              | 1023  | 986 | 840 | 895      | 760 | 727 | 887   | 859 | 830 |
| 48              | 1023  | 988 | 840 | 895      | 757 | 724 | 890   | 858 | 829 |
| 49              | 1023  | 987 | 842 | 888      | 755 | 724 | 875   | 841 | 813 |
| 50              | 1023  | 985 | 841 | 893      | 759 | 726 | 888   | 850 | 819 |
| 51              | 1023  | 980 | 839 | 892      | 759 | 726 | 888   | 850 | 819 |
| 52              | 1023  | 980 | 839 | 891      | 761 | 728 | 892   | 852 | 821 |
| 53              | 1023  | 980 | 839 | 884      | 756 | 723 | 900   | 856 | 823 |
| 54              | 1023  | 984 | 843 | 887      | 758 | 726 | 895   | 853 | 821 |
| 55              | 1019  | 966 | 827 | 891      | 763 | 729 | 910   | 860 | 823 |
| 56              | 1019  | 966 | 827 | 888      | 763 | 729 | 901   | 853 | 818 |
| 57              | 1019  | 966 | 827 | 889      | 762 | 728 | 910   | 859 | 821 |
| 58              | 1023  | 989 | 847 | 889      | 764 | 731 | 879   | 831 | 797 |
| 59              | 1023  | 985 | 852 | 889      | 764 | 731 | 899   | 850 | 812 |
| 60              | 1023  | 971 | 839 | 885      | 763 | 731 | 894   | 843 | 807 |
| 61              | 1023  | 984 | 857 | 885      | 763 | 731 | 888   | 838 | 804 |
| 62              | 1023  | 984 | 857 | 884      | 765 | 734 | 894   | 842 | 806 |
| 63              | 1023  | 984 | 857 | 885      | 765 | 733 | 900   | 847 | 809 |
| 64              | 1023  | 984 | 857 | 883      | 765 | 734 | 889   | 835 | 799 |
| 65              | 1023  | 971 | 839 | 870      | 759 | 728 | 912   | 855 | 815 |
| 66              | 1023  | 971 | 839 | 881      | 764 | 733 | 889   | 833 | 797 |
| 67              | 1023  | 971 | 839 | 883      | 766 | 735 | 902   | 845 | 807 |

| Teplota<br>[°C] | ŽLUTÁ |     |     | ORANŽOVÁ |     |     | MODRÁ |     |     |
|-----------------|-------|-----|-----|----------|-----|-----|-------|-----|-----|
|                 | R     | G   | B   | R        | G   | B   | R     | G   | B   |
| 68              | 1023  | 971 | 839 | 881      | 766 | 735 | 891   | 836 | 801 |
| 69              | 1023  | 971 | 839 | 873      | 762 | 732 | 889   | 833 | 798 |
| 70              | 1011  | 983 | 833 | 878      | 765 | 735 | 899   | 844 | 806 |

Příloha 3: Změny barevnosti termochromních pigmentů vlivem ohřevu a chlazení

CHLAZENÍ

| Teplota<br>[°C] | ŽLUTÁ |     |     | ORANŽOVÁ |     |     | MODRÁ |     |     |
|-----------------|-------|-----|-----|----------|-----|-----|-------|-----|-----|
|                 | R     | G   | B   | R        | G   | B   | R     | G   | B   |
| 70              | 1019  | 971 | 843 | 862      | 794 | 753 | 876   | 858 | 809 |
| 69              | 1019  | 971 | 843 | 859      | 792 | 754 | 881   | 862 | 814 |
| 68              | 1019  | 971 | 843 | 857      | 791 | 753 | 896   | 875 | 825 |
| 67              | 1019  | 971 | 843 | 853      | 790 | 753 | 863   | 851 | 808 |
| 66              | 1019  | 971 | 843 | 850      | 785 | 752 | 866   | 853 | 809 |
| 65              | 1019  | 966 | 832 | 846      | 782 | 748 | 867   | 854 | 810 |
| 64              | 1019  | 966 | 832 | 844      | 783 | 752 | 860   | 849 | 808 |
| 63              | 1019  | 966 | 832 | 843      | 781 | 750 | 856   | 841 | 803 |
| 62              | 1019  | 966 | 832 | 848      | 786 | 753 | 846   | 833 | 794 |
| 61              | 1019  | 966 | 832 | 846      | 783 | 752 | 851   | 838 | 799 |
| 60              | 1019  | 966 | 828 | 844      | 781 | 749 | 864   | 851 | 809 |
| 59              | 1019  | 966 | 828 | 842      | 780 | 748 | 866   | 850 | 809 |
| 58              | 1019  | 966 | 828 | 841      | 778 | 746 | 864   | 849 | 807 |
| 57              | 1019  | 966 | 828 | 847      | 783 | 752 | 857   | 844 | 804 |
| 56              | 1019  | 966 | 828 | 845      | 782 | 751 | 857   | 845 | 806 |
| 55              | 1020  | 965 | 825 | 847      | 782 | 751 | 839   | 832 | 795 |
| 54              | 1020  | 965 | 825 | 841      | 777 | 746 | 845   | 834 | 796 |
| 53              | 1020  | 965 | 825 | 843      | 780 | 748 | 855   | 842 | 802 |
| 52              | 1020  | 965 | 825 | 845      | 780 | 748 | 865   | 853 | 810 |
| 51              | 1020  | 965 | 825 | 848      | 783 | 751 | 841   | 833 | 794 |
| 50              | 1023  | 967 | 823 | 849      | 782 | 750 | 841   | 833 | 793 |

| Teplota<br>[°C] | ŽLUTÁ |     |     | ORANŽOVÁ |     |     | MODRÁ |     |     |
|-----------------|-------|-----|-----|----------|-----|-----|-------|-----|-----|
|                 | R     | G   | B   | R        | G   | B   | R     | G   | B   |
| 49              | 1023  | 967 | 823 | 849      | 781 | 749 | 857   | 848 | 807 |
| 48              | 1023  | 967 | 823 | 853      | 785 | 752 | 854   | 846 | 805 |
| 47              | 1023  | 967 | 823 | 852      | 785 | 751 | 846   | 837 | 798 |
| 46              | 1023  | 967 | 823 | 851      | 781 | 749 | 847   | 839 | 799 |
| 45              | 1023  | 966 | 816 | 846      | 779 | 746 | 847   | 840 | 800 |
| 44              | 1023  | 967 | 816 | 849      | 780 | 747 | 846   | 837 | 798 |
| 43              | 1023  | 966 | 814 | 850      | 780 | 747 | 840   | 834 | 794 |
| 42              | 1023  | 964 | 812 | 846      | 780 | 746 | 841   | 834 | 795 |
| 41              | 1023  | 989 | 826 | 847      | 778 | 744 | 846   | 840 | 800 |
| 40              | 1023  | 989 | 826 | 853      | 781 | 748 | 847   | 844 | 804 |
| 39              | 1023  | 986 | 824 | 849      | 780 | 746 | 842   | 840 | 802 |
| 38              | 1023  | 988 | 822 | 850      | 778 | 745 | 829   | 842 | 809 |
| 37              | 1023  | 977 | 818 | 855      | 780 | 746 | 760   | 816 | 807 |
| 36              | 1023  | 981 | 814 | 854      | 780 | 746 | 708   | 794 | 803 |
| 35              | 1023  | 985 | 815 | 857      | 781 | 748 | 604   | 740 | 783 |
| 34              | 1023  | 984 | 812 | 855      | 779 | 745 | 462   | 645 | 727 |
| 33              | 1023  | 979 | 806 | 857      | 776 | 742 | 308   | 516 | 636 |
| 32              | 1023  | 979 | 804 | 856      | 769 | 736 | 241   | 448 | 582 |
| 31              | 1023  | 968 | 789 | 850      | 744 | 711 | 209   | 409 | 547 |
| 30              | 1023  | 976 | 791 | 844      | 704 | 672 | 190   | 386 | 520 |
| 29              | 1023  | 966 | 771 | 750      | 520 | 500 | 177   | 370 | 502 |
| 28              | 1023  | 927 | 653 | 728      | 426 | 385 | 180   | 363 | 495 |
| 27              | 1018  | 892 | 550 | 707      | 376 | 332 | 188   | 353 | 492 |

| Teplota<br>[°C] | ŽLUTÁ |     |     | ORANŽOVÁ |     |     | MODRÁ |     |     |
|-----------------|-------|-----|-----|----------|-----|-----|-------|-----|-----|
|                 | R     | G   | B   | R        | G   | B   | R     | G   | B   |
| 26              | 1008  | 868 | 492 | 685      | 325 | 277 | 198   | 350 | 486 |
| 25              | 1005  | 865 | 440 | 660      | 277 | 225 | 204   | 342 | 483 |

