

KAUNO TECHNOLOGIJOS UNIVERSITETAS
MECHANIKOS INŽINERIJOS IR DIZAINO FAKULTETAS
MEDŽIAGŲ INŽINERIJOS KATEDRA

Sigita Metrikytė

**Mikrokapsulių su eteriniais aliejais ir
mikrokapsuliuotų kilpinių audinių tyrimas**

Baigiamasis magistro projektas

Vadovė

prof. dr. S. Petrulytė

KAUNAS, 2015

KAUNO TECHNOLOGIJOS UNIVERSITETAS
MECHANIKOS INŽINERIJOS IR DIZAINO FAKULTETAS
MEDŽIAGŲ INŽINERIJOS KATEDRA

TVIRTINU:

Katedros vedėja: doc.dr. V. Jonaitienė

2015 05 29

**Mikrokapsulių su eteriniais aliejais ir
mikrokapsuliuotų kilpinių audinių tyrimas**

Magistro baigiamasis darbas
Tekstilės inžinerija (621J40002)

Vadovė

Prof. dr. S. Petrulytė

2015 05 29

Recenzentė

Lekt. dr. Ž. Rukuižienė

2015 05 29

Projektą atliko

DT – 3 gr. stud.

Sigita Metrikytė

2015 05 29

KAUNAS, 2015



KAUNO TECHNOLOGIJOS UNIVERSITETAS

Mechanikos inžinerijos ir dizaino fakultetas

(Fakultetas)

Sigita Metrikytė

(Studento vardas, pavardė)

Tekstilės inžinerija, 621J40002

(Studijų programos pavadinimas, kodas)

„Mikrokapsulių su eteriniais aliejais ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių tyrimas“

AKADEMINIO SAŽINGUMO DEKLARACIJA

20 15 m. gegužės 29 d.
Kaunas

Patvirtinu, kad mano **Sigitos Metrikytės** baigiamasis projektas tema „Mikrokapsulių su eteriniais aliejais ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių tyrimas“ yra parašytas visiškai savarankiškai, o visi pateikti duomenys ar tyrimų rezultatai yra teisingi ir gauti sąžiningai. Šiame darbe nei viena dalis nėra plagijuota nuo jokių spausdintinių ar internetinių šaltinių, visos kitų šaltinių tiesioginės ir netiesioginės citatos nurodytos literatūros nuorodose. Įstatymų nenumatytų piniginių sumų už šį darbą niekam nesu mokėjęs.

Aš suprantu, kad išaiškėjus nesąžiningumo faktui, man bus taikomos nuobaudos, remiantis Kauno technologijos universitete galiojančia tvarka.

(vardą ir pavardę įrašyti ranka)

(parašas)

Metrikytė S. Mikrokapsulių su eteriniais aliejais ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių tyrimas: studijų kryptis – polimerų ir tekstilės technologijos, studijų programa – tekstilės inžinerija, magistro baigiamasis darbas /mokslinė vadovė prof. dr. S. Petrulytė; Kauno technologijos universitetas, Mechanikos inžinerijos ir dizaino fakultetas, Medžiagų inžinerijos katedra. – Kaunas 2015 – 95 p., 52 pav, 9 lent.

Santrauka

Šių dienų tobulėjančioje aplinkoje didėja kilpinių audinių asortimentas. Dizaineriams suteikiamos vis didesnės galimybės plėsti gaminių, pagamintų iš kilpinių audinių, asortimentą. Ypatingai didelis kilpinių audinių asortimentas yra skirtas vonios ir saunos gaminiams, namų tekstilei, kūdikių gaminiams. Pagrindinės priežastys lemiančios kilpinių audinių populiarumą minėtiems gaminiams yra jų savybės: drėgmės absorbcija, džiūvimo greitis, laidumas orui, pluoštinė sudėtis. Norint projektuoti kilpinius audinius reikia atsižvelgti į daugelį parametrų, kuriuos lemia pluoštinė sudėtis, sandaros parametrai, baigiamoji apdaila. Dėl šios priežasties atliekama daug mokslinių tyrimų, kad būtų galima prognozuoti projektuojamų audinių elgseną.

Visiškai nauja tema - kilpiniai audiniai padengti mikrokapsulėmis, kurios užpildytos eteriniais aliejais. Eteriniai aliejai - tai koncentruotos esencijos, gaunami iš įvairių augalų dalių. Tai subtilios, labai sudėtingos struktūros medžiagos, pasižyminčios specifiniu kvapu ir gydomosiomis savybėmis. Taigi, sujungus kilpinių audinių gerąsias savybes su eterinių aliejų gydomosiomis savybėmis, gaunamas puikus derinys.

Baigiamajame darbe ištirtos mikrokapsulės su eteriniais aliejais (levandų ir eukaliptų) ir mikrokapsuliuotos tekstilinės medžiagos. Nustatytas kilpinių audinių ataudų tankumo ir laidumo orui ryšys, keičiant rišiklio koncentraciją. Taip pat nustatytas kilpinių audinių ataudų tankumo ir paviršinio tankio ryšys, keičiant rišiklio koncentraciją. Rasta, kad skirtingo ataudų tankumo kilpiniai audiniai, mikrokapsuliuoti, esant skirtingai rišiklio koncentracijai, pasižymi skirtingomis fizikinėmis savybėmis: laidumo orui ir paviršiniu tankiu.

Magistro baigiamojo darbo tematika priimtas pranešimas (tema: „Characterization of Fragrance Microcapsules for Terry Textile“) tarptautinei konferencijai: „Advanced Materials and Technologies 2015“, kuri vyks 2015 m. rugpjūčio 27 – 31 dienomis, Palangoje.

Metrikytė S. Investigation of Microcapsules Containing Essential Oils And Terry Fabrics With Microcapsules: Master Science Thesis in Textile Engineering/ supervisor Prof. dr. S. Petrulytė; Department of Materials Engineering, Faculty of Mechanical Engineering and Design, Kaunas University of Technology. Kaunas, 2015. - 95 p., 52 pic, 9 tab.

SUMMARY

In today's evolving environment increases terry fabrics range. For designers is giving more opportunities to expand the product made from terry fabric range. Extremely large terry fabric range is designed for bath and sauna products, home textiles, baby products. The main reasons for determining terry fabrics popularity of the products mentioned are their properties: the absorption of moisture, drying speed, air permeability, a fibre composition. To design terry fabrics must take into account many parameters, which are determined by the fibre composition, structure parameters, the final finish. For this reason, it has done a lot of research to be able to predict the behavior of designed fabrics.

A completely new theme terry fabrics cover microcapsules filled with essential oils. Essential oils - is concentrated essences derived from various plant parts. It's subtle, very complex structure material with specific scent and healing properties. So combining terry fabrics with good absorption properties and essential oils with healing properties, we obtained by the perfect combination.

The final work researched microcapsules containing essential oils (lavender and eucalyptus) and terry fabrics with microcapsules. Defined terry fabric weft density and air permeability varying binder concentration. There was also defined weft density and surface density by varying the concentration of the binder containing. It was found that different weft density by applying a different amount of binder change physical properties of terry fabric: air permeability and surface density.

According the topic of this Magister Science Thesis (theme: „Charakterization of Fragrance Microcapsules for Terry Textile“) will be presented the presentation in the international conference „Advanced Materials and Technologies 2015“, which take place in 2015, August 27 - 31, at Palanga.

Turinys

Santrumpos.....	8
1. Literatūros apžvalga	9
1.1. Kapsuliavimo technologija	9
1.2. Mikrokapsulės.....	10
1.2.1. Mikrokapsulių dydis ir skersmuo.....	10
1.2.2. Mikrokapsulių apvaskalas.....	10
1.2.3. Mikrokapsulių vidinė medžiaga	13
1.2.4. Pagrindiniai aromaterapijoje naudojami distiliacijos metodai	15
1.2.5. Eteriniai aliejai	18
1.2.6. Mikrokapsulių tyrimų apžvalga	20
1.2.7. Mikrokapsulių rodikliai	20
1.2.8. Mikrokapsulių tyrimo metodai	20
1.3. Rišamosios medžiagos	23
1.4. Mikrokapsulių gamybos būdai.....	24
1.5. Mikrokapsuliuotų tekstilės medžiagų tyrimų apžvalga	29
1.6. Literatūros apžvalgos apibendrinimas, darbo tikslas ir uždaviniai.....	34
2. Metodologinė dalis.....	36
2.1. Tyrimo objektas	36
2.1.2. Kilpiniai audiniai	36
2.1.3. Mikrokapsulės su eteriniais aliejais.....	39
2.2. Audinių mikrokapsuliavimas	39
2.3. Audinių laidumo orui nustatymo metodika	39
2.4. Audinių paviršinio tankio nustatymo metodika.....	40
2.5. SEM analizė	40
2.6. Eksperimentų statistinė ir matematinė analizė.....	41
3. Eksperimentinė dalis	44
3.1. Mikrokapsulių skersmens ir jo pasiskirstymo tyrimas	44
3.1.1. Mikrokapsulių su eukalipto eteriniu aliejumi skersmens ir jo pasiskirstymo tyrimas	44
3.1.2. Mikrokapsulių su levandų eteriniu aliejumi skersmens ir jo pasiskirstymo tyrimas	47
3.2. Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių SEM tyrimo rezultatai.....	50

3.3.	Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui tyrimas	51
3.4.	Žalių ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui pokyčio analizė	55
3.5.	Mikrokapsuliuotų audinių paviršinio tankio analizė.....	56
3.6.	Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių rodiklių matematinė analizė	58
	Išvados	66
	Literatūra	68

Santrumpos

Medžiagų santrumpos

MK	– mikrokapsulės
HMDI	– heksametileno disocianatas
EC	– etilceliuliozė
BTCA	– 1,2,3,4 – butentetrakarboksilinė rūgštis
PCM	– fazę keičiančios medžiagos
ROC	– rozmarinų aliejus
CO ₂	– anglies dioksidas

Sąvokų ir metodų santrumpos

SEM	– elektroninis skenuojantis mikroskopas
DSC	– diferencialinės skenuojančios medžiagos (<i>differential scanning materials</i>)
CLSM	– lazerinė mikroskopija
TGA	– termogravimetrinė analizė (<i>thermogravimetric analysis</i>)
FTIR	– Furjė transformacinė infraraudonųjų spindulių spektroskopija (<i>fourier transform infrared spectroscopy</i>)
LD	– lazerio difrakcija
OM	– optinis mikroskopas
Pa	– ataudų tankumas
K.a.	– kilpos aukštis
m – 1	– rišiklio koncentracija 20 g/l
m – 2	– rišiklio koncentracija 35 g/l
m – 3	– rišiklio koncentracija 50 g/l
m – 4	– rišiklio koncentracija 65 g/l
m – 5	– rišiklio koncentracija 80 g/l
m – 6	– rišiklio koncentracija 95 g/l

1. Literatūros apžvalga

1.1. Kapsuliavimo technologija

Mikrokapsuliavimas yra procesas, kurio metu mažytės dalelės dangalas sujungia į mažas kapsules, turinčias daug naudingų savybių. Mikrokapsuliavimas suteikia naujas svarbias savybes drabužiams ir audiniams, pavyzdžiui, stiprinant medžiagos stabilumą ir kontroliuojant aktyvių junginių išleidimą [1].

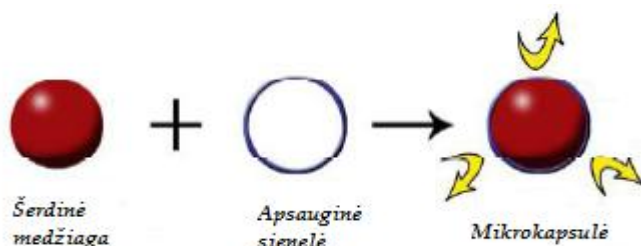
Mikrokapsuliavimas yra technika, kuria plonos polimerinės dangos nusėsdinamos ant kietųjų medžiagų smulkių dalelių, skysčio, lašelių arba ant dispersinių kietųjų dalelių skysčiuose. Šiuo metu šis būdas plačiai naudojamas daugelyje pramonės šakų, įskaitant farmacijos, žemės ūkio, birių chemijos produktų, maisto perdirbimo, kosmetikos ir higienos reikmenims. Įvairios medžiagos yra padengiamos, labai įvairių rūšių kapsulės yra naudojamos. Dauguma žmonių susipažinę su mikrokapsuliavimu medicinoje, pavyzdžiui, vaistiniai preparatai, tabletės. Kapsuliuotės naudojamos medicinoje, nes tokia forma mažiau dirgina virškinimo traktą.

Tekstilės pramonė lėtai reagavo į mikrokapsuliavimo galimybes, nors 1990-ųjų pradžioje keletas komercinės paskirties tokių medžiagų buvo rodomi mokslinių ir plėtros stadijoje. Kai pramonė persikėlė į 21-ąjį amžių, komercinis tekstilės mikrokapsuliavimas pramonėje toliau augo, ypač Vakarų Europoje, Japonijoje ir Šiaurės Amerikoje. Perkėlus tai į labiau išsivysčiusias šalis, atsižvelgiant į naujų savybių galimybes tekstilės pramonėje, tobulinant tekstilės gaminius paskatino pramonę naudoti mikrokapsuliavimo technologijomis, nes buvo neįmanoma arba ekonomiškai neveiksminga naudoti kitas technologijas gerinant tekstilės gaminių apdailą ir savybes [2].

Mikrokapsuliacija naudojama siekiant apsaugoti jautrias medžiagas nuo išorinės aplinkos poveikio, maskuoti organoleptines savybes, pavyzdžiui, medžiagos spalvą, skonį, kvapą, gauti vaistinės medžiagos kontroliuojamą atpalaidavimą, apsaugoti toksines medžiagas, siekiant išvengti neigiamo poveikio, pavyzdžiui, skrandžio dirginimo vaistais (pvz.: aspirinas yra pirmasis vaistas, kuris yra naudojamas kapsuliuotas siekiant išvengti skrandžio dirginimo). Mikrodalelės ar mikrokapsulės susideda iš dviejų dalių, t.y. šerdies ir apvalkalo medžiagos. Pagrindinė medžiaga yra veiklioji medžiaga, o apvalkalo medžiaga apima ir apsaugo šerdinę medžiagą. Įvairių tipų medžiagos, pavyzdžiui, vaistų veikliosios medžiagos, baltymų, peptidų, eterinių aliejų, maisto medžiagų, pigmentų, dažų, monomerų, katalizatorių, pesticidų ir t.t. gali būti apriboti įvairių tipų apvalkalais, pavyzdžiui, etilceliuliozės, hidroksilo propylmetil celiuliozės, natrio karboksietilceliuliozės, natrio alginatų, LGA, želatina, poliesteriais, chitozanais ir t.t. [3, 4].

1.2. Mikroapsulės

Mikroapsuliacija yra būdas paruošti mažą „supakuotą“ medžiagų kompleksą, vadinamą mikroapsulėmis (MK), kuri turi daug savitų funkcijų. Šis metodas panaudojamas įvairiose srityse: chemikalų, medicinos, kosmetikos, poligrafijoje. Mikroapsuliacija yra procesas, kurio metu mažytės dalelės arba dangos sukuria mažas kapsules su daugeliu naudingų savybių [1].



1.1. pav. Mikroapsulių sudarymo principinė schema [1].

1.2.1. Mikroapsulių dydis ir skersmuo

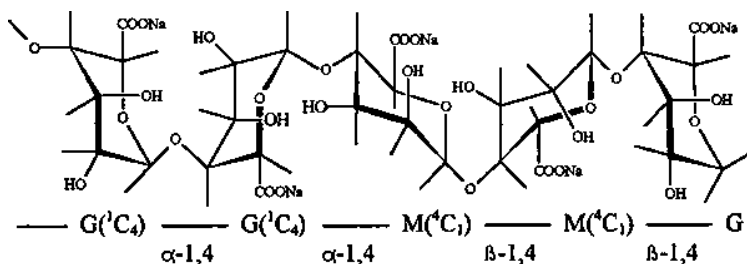
Mikroapsuliacija yra apibūdinama kaip procesas, kurio metu mikro dydžio dalelės apgaubtos apvalkalu, kietosiomis dalelėmis ar lašeliais arba inertinių dujų apvalkalu, kuris savo ruožtu izoliuoja ir apsaugo juos nuo išorinio aplinkos poveikio. Produktai, gauti šiame procese yra vadinami mikrodalelėmis, mikroapsulėmis arba mikrosferomis, kurios diferencijuojamos morfologiškai ir pagal vidaus struktūrą. Kai dalelių dydis yra mažesnis nei 1 mikronas, jos yra žinomos kaip nanodalelės, nanokapsulės. Dalelės, kurių skersmuo yra nuo 3-800 μm yra vadinamos mikrodalelėmis, mikroapsulėmis arba mikrosferomis. Dalelių, didesnių kaip 1000 μm yra vadinami makrodalelėmis [3].

1.2.2. Mikroapsulių apvalkalas

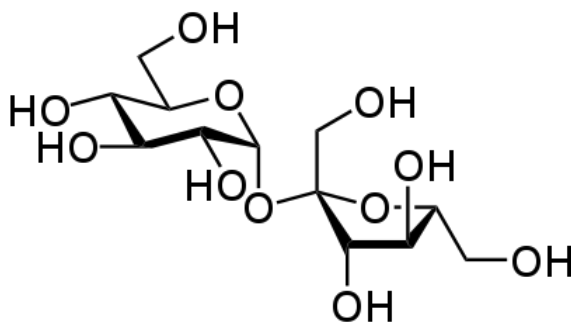
MK sienelės apvalkalas - polimero dangas, kuri supa veikliąsias medžiagas. Ši MK dalis taip pat gali būti vadinama sienele, kriaukle, išorine faze, membrana arba matrica. Želatina yra bendra sienelės formavimo medžiaga, bet sintetiniai polimerai, pavyzdžiui, polivinilo alkoholis, etilo celiuliozė, polivinilo chloridas ir kitos medžiagos, taip pat gali būti naudojami. Išlaisvinimo mechanizmas pagrindiniam turiniui atpalaiduoti skiriasi priklausomai nuo sienelės medžiagos rūšies ir, dar svarbiau, koks yra konkretus galutinis panaudojimas. Pagrindinis MK turinys gali būti išlaisvintas dėl trinties, slėgio poveikio, pasikeitus temperatūrai, difuzija per polimero sieneles, pašalinant apsauginę sienelės sluoksnį, biodegradacijos dėka ir t.t. [1].

Sienelės medžiagos gali būti natūrali, pusiau sintetinė arba sintetinė [5]:

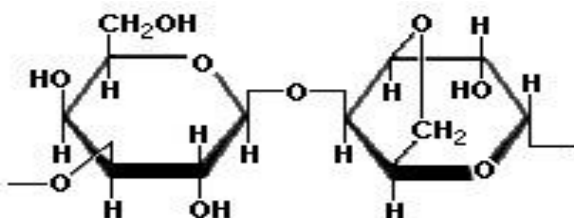
Natūralios medžiagos: akacijų derva, agarozės (agaras), maltodekstrinų, natrio alginatas ($C_6H_7NaO_6$)_n, kalcio alginatas, dekstranai, riebalai ir riebalų rūgštys, etilo alkoholis C_2H_6O , pieno sausosios medžiagos, *melasa*, želatinos, glitimai, albuminas, krakmolai, kazeinai, strearinas, sacharozė $C_{12}H_{22}O_{11}$ ir vašakai, pvz., bičių vaškas, karnuabas (augaliniai vašakai), spermacetis (gyvūninis vaškas) [5].



1.2. pav. Natrio alginato struktūrinė schema [6].

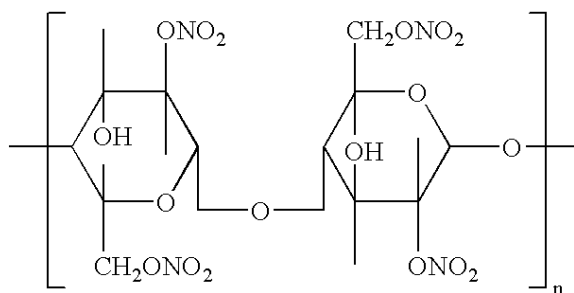


1.3. pav. Sacharozės struktūrinė schema [7].

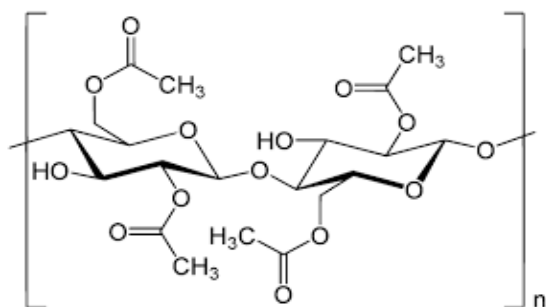


1.4. pav. Agarozės struktūrinė schema [8].

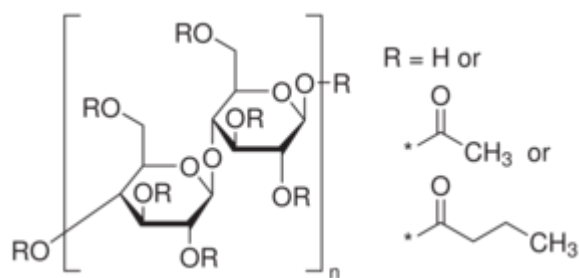
Pusiau sintetinės medžiagos: celiuliozės acetatas, celiuliozės acetato butiratas, celiuliozės acetato ftalatas, celiuliozės nitratas (nitroceliuliozė), etilceliuliozė, hidroksipropilceliuliozė, hidroksipropilmetilceliuliozė, hidroksipropilmetilceliuliozė ftalatas, metilo celiuliozė, natrio karboksimetilceliuliozė, hidrintas lajus, miristilo alkoholis $C_{14}H_{30}O$, glicerolio mono- arba dipalmitatas, hidrintas ricinų aliejus, glicerolio mono-, di- arba tristearato, ir kt. [5].



1.5. pav. Nitroceliuliozės struktūrinė schema [9].



1.6. pav. Celiuliozės acetato struktūrinė schema [10].

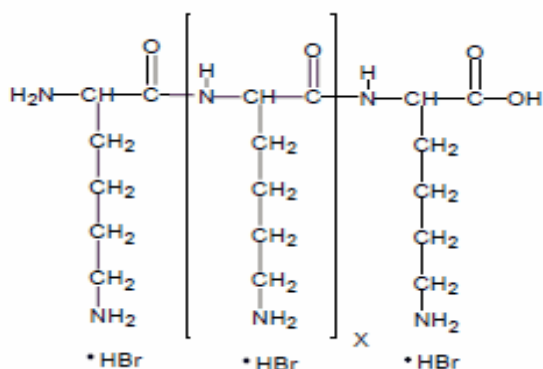


1.7. pav. Celiuliozės acetato butirato struktūrinė schema [11].

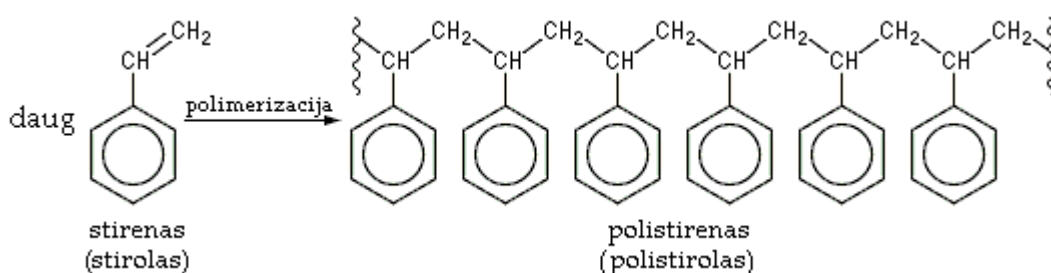


1.8. pav. Miristilo alkoholio (kitaip vadinamo tetradakanolio) struktūrinė schema [12].

Sintetinės medžiagos: akrilo polimerai ir polimerai (pvz., poliakrilamido, poli(alkil cianoakrilatas) ir poli(etileno vinilacetatas), aliuminio monostearatas, karboksivinilo polimerai (karbopoliai), poliamidai, poli(metilvinileterio-maleino anhidridas), poli(adipil L-lizinas), polikarbonatai, polytereftalamidai, polivinilacetatftalatai, poli(tereftaloildichloridas L-lizinas), poliarilsulfonatai, poli(ϵ -kaprolaktonai), polivinilpirolidonai, polidimetilsiloksanai, poliksietilenas, poliesteriai, poliglikolio rūgštys ir kopolimerai, poliglutamato rūgštis, polilizinas, polistirenas, polivinilchloridas, poliamidai, ir polivinilo alkoholis (C_2H_4O)_n [5].



1.9. pav. Polilisino struktūrinė schema [13].



1.10.pav. Polistireno struktūrinė schema [14].

Iš visų mikrokapsulių gamyboje esančių apvaskalų labiausiai naudojami parafinas, polisiloksanas, natrio alginatas, akacijų guma, silikonas, trimetilolo melaminas ir heksametilolo melaminas. Šie apvaskalai dažniausiai naudojami gaminant fazę keičiančias mikrokapsules dėl jų fizikomechaninių savybių kokybiškumo.

1.2.3. Mikrokapsulių vidinė medžiaga

Veiklioji MK medžiaga yra medžiaga, kuri gali būti skysta arba kieta. Ji gali pasižymėti skirtingomis savybėmis, priklausomai nuo to kokia medžiaga įkapsuliuota viduje MK [1].

Šių laikų pramonėje į MK įterpiamos įvairios medžiagos, kurios apima sveikatos, žemdirbystės, asmens higienos ir pramonės sferas. Priklausomai nuo MK panaudojimo srities, skirtingomis medžiagomis gaminamos MK su skirtingomis vidinėmis medžiagomis. Vidinė medžiaga gali būti vaistinė, kvapioji, skalbiklis, antibakterinė, skonio, apsauginė medžiaga, valymo ir kita [15].

Dažniausiai naudojamos vidinės medžiagos mikrokapsulėse [2]:

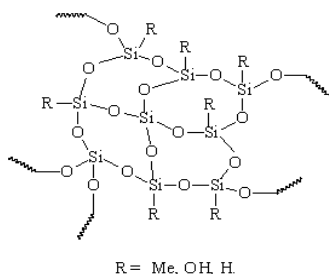
- tirpikliai: benzenas, toluenas, cikloheksanas, chlorinti fenilai, parafinai, esteriai, eteriai, alkoholiai ir vanduo;
- plastifikatoriai: ftalatai, adipato- ir fosfato tipo, silikonai ir chlorinti angliavandeniliai;
- rūgštys ir bazės: boro rūgštis, natrio šarmas, ir aminorai;

- katalizatoriai: kietikliai, oksodantai, laisvųjų radikalų iniciatoriai ir reduktoriai;
- dažikliai: pigmentai ir dažai, ypač leukometabolitų dažus savaiminio kopijavimo popieriui;
- klėjai: polisulfidai, cianakrilatai, izocianatai, epoksidinės dervos, ir termiškai jautrios aldhezijai kompozicijos;
- kvapiosios medžiagos: mentolis, esencijos ir specialios kompozicijos;
- maisto produktai: aliejus, riebalai, prieskoniai, ir skoniai;
- vaistai: acetilsalicilo rūgštis, vitaminai ir amino rūgštys;
- žemės ūkio cheminės medžiagos: herbicidai, insekticidai ir trąšos;
- įrašymo medžiagos: reprografijos toneriai, junginiai, kūrėjai, sidabro halogenidai, tvirtinimo medžiagos, fotochrominiai junginiai ir skystieji kristalai;
- rūdžių inhibitorius: cinko chromatinės ir kiti junginiai;
- kita: plovikliai, balikliai ir antipirenai [5].

Plačiai imta kalbėti apie MK su įterptomis kvapniosiomis medžiagomis. Jos gali būti taikomas beveik visose pramonės produktuose, pavyzdžiui, audiniams, popieriui, plastikams, dažams ir t.t., sukuriant kvapnią aprangą (drabužius, kojines, kaklaraiščius), aromatizuotiems antspaudams, mobiliesiems telefonams, atvirukams ir pan. Mikrokapsules gali sudaryti natūralūs ir sintetiniai aromatai, kvapai, ir esencijos ir kitų paprastų medžiagų ir mišinių skysčiai ar birūs junginiai, nes jie gali būti atpalaiduojami, esant trinčiam. Kvapai gali būti gyvūninės kilmės, pavyzdžiui, muskuso, ambros ar panašiai, ir kvapiosios medžiagos augalinės kilmės, pavyzdžiui, citrinų aliejus, rožių aliejus, citrinžolių aliejus, sandalmedžio aliejus, pipirmėčių aliejus, cinamono aliejus ar pan., gali būti įtrauktas kaip natūralūs aromatai. Gali būti naudojami sumaišyti aromatai, pavyzdžiui, α - pineno, limonenas, geraniolio, linalolis (linalilo alkoholis), lovandulolis (dodekano rūgštis), nerolidolis (kvapnioji medžiaga) ar kt. kaip sintetiniai kvapai. Kvapiųjų medžiagų kiekis, pageidautinas, kad sudarytų 50-95 % MK masės. Kvapiųjų medžiagų atpalaidavimui, išorės sienelės labiau tinkamos pasirenkant, organinius polimerus, pavyzdžiui, poliuretanus, karbamido formadehido dervas, melamino - formadehido dervas, ciklodekstrinai ir pan [2].

Ypač, atsižvelgiant į sienelės medžiagą, t.y. karbamido formaldehido dervos atveju, dalelių skersmuo dažniausiai yra 2 - 50 μ m, tačiau pageidautina 5 - 20 μ m, ir sienelės storis 0,1 - 20 μ m, pageidautinas 0,5 - 4 μ m, o jei sienų medžiaga yra melamino formaldehido derva dalelių skersmuo dažniausiai yra 5 - 50 mikronų, pageidautina 5 - 20 μ m, o sienelės storis 0,2 - 30 μ m, geriau apie 0,5 - 6 μ m [2].

Geriausia MK rišamoji medžiaga tekstilės gaminiuose yra silikoninės dervos pagrindo rišiklis, ypač silikoniniai vandeniniai emulsiniai rišikliai, kurie skaidosi vandenyje ir lengva juos skiesti su vandeniu, pavyzdžiui, apimančio organopolisiloksano prepolimero emulsijas, emulguotas emulsiklis [2].



1.11.pav. Silikoninės dervos tinklinė struktūra [16].

Labiau pageidautina organopolisiloksano emulsijas naudoti žemoje temperatūroje. Kita vertus, esant žemai temperatūrai, reaguojant užblokuojamas izocianato polimeras, emulsija gali būti naudojama kaip rišamoji medžiaga, jungiant su metalo druskomis iš riebalų rūgščių [2].

1.2.4. Pagrindiniai aromaterapijoje naudojami distiliacijos metodai

Nuo seno augalai ir jų ekstraktai buvo naudojami sumažinti skausmui, pirmajai pagalbai, kaip antibakteriniai, aktyvinantys ir pagerinantys savijautą. Žodžiai *eteriniai aliejai*, *aromaterapija* buvo pradėti vartoti tik XX amžiuje, bet distiliuoti ekstraktai iš augalų – tai, ką mes šiandien vadiname eteriniais aliejais – buvo naudojami nuo seniausių laikų religiniuose ritualuose, parfumerijoje ir kaip higienos priemonės. Galima spėti, kad ankstyvoji kvapų istorija prasidėjo nuo sakų, dervų ir augalų sulčių deginimo. Iš šių ritualų vėliau kilo smilkalai. Palaiptiesiems kvapieji augalai buvo pradėti naudoti drauge su gyvuliniais riebalais ir augaliniais aliejais – tuo mišiniu žmonės galėjo teptis kūną religinių apeigų metu [17].

1975 m. archeologinės ekspedicijos Indo slėnyje (Pakistano teritorijoje) metu buvo atrastas neįprastas molinis aparatas ir indai, kuriuose galėjo būti laikomi kvapai. Tai galėjo būti primityvus distiliavimo įrenginys, sukurtas 3 tūkst.pr.m.e. Panašus indas, datuojamas 2 tūkst. pr.m.e. rastas ir Afganistane. Mezopotamijos dantyrasčio lentelėse (XIII – XII a. pr Kr.) aprašyti kiaušinio formos, viduje turintys spiralę indai, kurių paskirtis nenurodyta. Jie panašūs į Arabijos pusiasalyje rastus indus, kurie kaip yra žinoma, buvę naudojami distiliacijai. Archeologiniai tyrimai leidžia teigti, kad kedrų aliejų egiptiečiai naudojo prieš 5000 metų balzamavimui. Gal tai buvo pirmasis „distiliuotas“ aliejus, tačiau to laiko distiliavimo procesą sunku įsivaizduoti ir jis yra atviras įvairioms spekuliacijoms. Šiuo laiku eterinių aliejų gamybai naudojami keletas distiliacijos būdų

[17]. Priklausomai nuo augalo, naudojami šie eterinių aliejų išgavimo būdai: spaudimo, distiliacijos, ekstrakcijos su tirpikliu [18].

Vandens distiliacija

Šiuo atveju augalinė medžiaga užpilama šaltinio vandeniu, kuris šildomas ima garuoti, pasiekęs virimo temperatūrą. Aromatinės augalo esencijos kartu su vandens garais kyla distiliavimo inde į viršų ir patenka į vamzdelių *labirintą* — kondensatorių, kuriame garai vėsunami ir vėl tampa skysčiu. Galutinis distiliacijos produktas *surenkamas* į specialų indą, vadinamą *Florencijos vaza*. Čia eteriniai aliejai atsiskiria nuo vandens. Dauguma jų, būdami lengvesni už vandenį, susikaupia vandens paviršiuje ir yra supilami į buteliukus pro specialiai tam skirtą kranelį. Distiliuojant sunkesnius už vandenį eterinius aliejus, jie surenkami indo dugne [19, 20].

Tokiu būdu dažnai distiliuojami gėlių ir žiedlapių (pvz., rožės, apelsino žiedų) eteriniai aliejai [19].

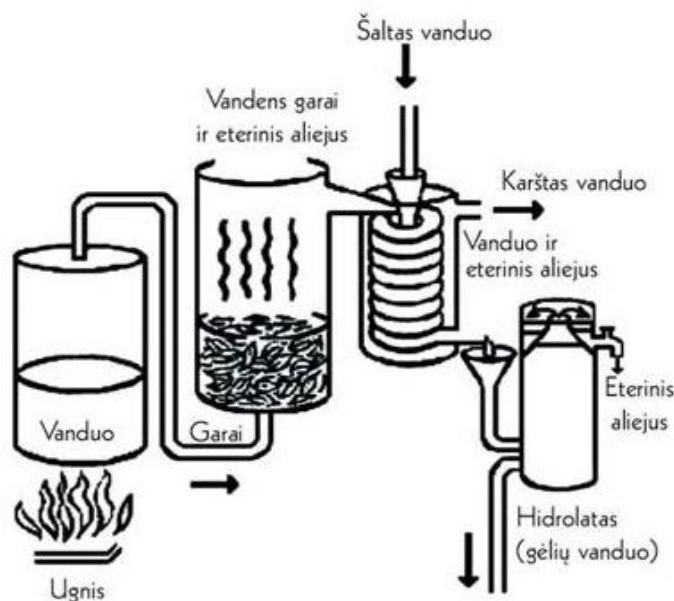
Vandens ir garų distiliacija

Šio proceso metu vanduo supilamas distiliavimo indo apačioje, o augalai sudedami ant virš vandens esančio tinklelio. Vanduo šildomas ir, pasiekęs virimo temperatūrą, ima garuoti. Karšti vandens garai kyla per augalų sluoksnį, atveria jų liaukutes, kuriose saugomos aromatinės esencijos. Aromatinės esencijos, susimaišiusios su vandens garais, kyla į kondensatorių. Tolimesnė procedūra analogiška aukščiau aprašytajai [19].

Tokiu būdu dažnai distiliuojami žolių ir lapų eteriniai aliejai.

Garų distiliacija

Tai dažniausias šiuolaikinės aromaterapijos eterinių aliejų gamybos būdas (žr. 1.12. pav.). Šiuo atveju vanduo šildomas atskirame inde, o vandens garai dideliu spaudimu patenka į distiliavimo katilą, kyla per augalų sluoksnį ir *išlaisvina* aromatinės esencijas [19].



1.12.pav. Eterinių aliejų distiliacijos procesas [19].

Kartais vienos distiliacijos nepakanka. Pakartotinis procesas, kai eterinis aliejus išgryninamas ir atskiriamas nuo nelakių medžiagų arba apvalomas nuo nepageidaujamų sudedamųjų dalių (pvz., furokumarino bergapteno, esančio bergamočių eteriniame aliejuje ir didinančio odos jautrumą saulės spinduliams) vadinamas rektifikacija [19, 20].

Ekstrahavimas tirpikliu

Kai kurie augalai savyje turi labai mažai lakiųjų kvapiųjų medžiagų arba jos pernelyg jautrios karščiui, jei bandoma jas išskirti distiliacijos būdu. Todėl jie ekstrahuojami tirpiklio pagalba - pavyzdžiui, heksano ar anglies dioksido. Gautos medžiagos vadinamos vaškais - tai eterinių aliejų, vašku, dervų ir kitų lipofilinių medžiagų mišinys, kitaip vadinamas konkretas (kieto pavidalo produktas). Kad ir kokios kvapios būtų, šiose medžiagose per daug pašalinių priedų - tokių kaip, vaškai ir dervos. Todėl dar kartą ekstrahuojama, tik šįkart naudojamas tirpiklis - etilo alkoholis. Jis padeda išskirti kvapiąsias medžiagas iš vašku. Tada dar kartą distiliuojant pašalinamas alkoholis. Galutinis kvapusis produktas vadinamas absoliutu. Tai brangus ir sudėtingas būdas [18, 20].

Eterinio aliejaus išgavimas CO_2 pagalba turi daug privalumų - eteriniame aliejuje nelieka naftos produktų likučių bei neprarandamos aukščiausios kvapų natos, kurios paprastai išgaruoja distiliacijos metu. Šiuo būdu nėra tiesiogiai išgaunamas absoliutas. Ekstrahavimas CO_2 pagalba duoda ir vašką, ir eterinį aliejų. Naudojant skystą CO_2 ir mažinant temperatūrą atskiriamas vaškas nuo eterinių aliejų. Mažesnė temperatūra apsaugo nuo kvapiųjų medžiagų išgaravimo. Proceso pabaigoje spaudimas sumažinamas, CO_2 virsta dujomis palikdamos eterinį aliejų be jokių priemaišų [20].

Šaltasis spaudimas

Tai dar vienas metodas, naudojamas eterinių aliejų gamybai ir taikomas citrusiniams augalams. Šie aliejai itin lakūs, greitai išgaruoja ir greičiau sensta. Šiuo būdu eteriniai aliejai spaudžiami iš citrinų, apelsinų, bergamočių, mandarinų, žaliųjų citrinų, greipfrutų vaisių žievelės. Eteriniai aliejai surenkami kempine, spaudžiant ir traiskant vaisiaus žievelę, po to filtruojami. Iki 1930 m. šis procesas buvo atliekamas rankiniu būdu. Dabar tam naudojamos specialiai sukurtos centrifūgos [18,19].

Šaltojo spaudimo būdu gaminami ir aromaterapijoje naudojami augaliniai aliejai (pvz., migdolų, abrikosų kauliukų, saulėgražų ir kt.) [19].

1.2.5. Eteriniai aliejai

Eteriniai aliejai - tai koncentruotos esencijos, „augalų gyvybiniai syvai“, gaunami iš įvairių augalų dalių (žiedų, lapų, vaisių, sėklų, pumpurų, spyglių, šaknų, žievės bei medienos). Tai subtilios, labai sudėtingos struktūros medžiagos, sudarytos iš kelių šimtų atskirų junginių, kurių harmoninga visuma lemia jų specifinį aromatą bei gydomąsias savybes. Eterinius aliejus galima naudoti labai įvairiai. Masažas naudojant eterinius aliejus yra vienas iš svarbiausių gydymo būdų, nes čia derinamas aliejų poveikis ir svarbus žmogiškasis aromaterapeuto ir žmogaus, ieškančio pagalbos, ryšys [21, 22,23].

Antras pagal svarbą eterinių aliejų naudojimo būdas yra kvapiosios vonios. Vanduo jau pats savaime turi daug terapinių savybių, tačiau kai tai suderinta su eteriniais aliejais, poveikis dar geresnis. Karštais arba šaltais aliejų kompresais galima gydyti įvairias ligas; kremas, losjonas, kvapusis vanduo, sumaišytas su eteriniais aliejais, padarys odą sveikesnę - nesvarbu, ar bus gydoma egzema, aknę, ar tiesiog siekiama gražesnės ir sveikesnės veido odos [22].

Eteriniai aliejai puikiai sugeriami per odą, kitą jų dalį įkvepiame masažo metu, maudantis, dedant kompresus ar tepant odą. Kai aliejų įkvepiame, kūną jis veikia tiesiogiai, nes per plaučius įsiskverbia į kraują [22].

Infekcijos, nevisavertė mityba, aplinkos ir kiti veiksniai, taip pat senėjimas - visa tai lėtina ląstelių dauginimąsi. Dar blogiau, naujos ląstelės gali atsirasti pažeistos ar netaisyklingos formos ir kūno organai ar jų sistemos dėl to funkcionuos ne taip efektyviai. Bet iš tiesų daug ką galima padaryti, kad tam užkirstume kelią. Tam tikra prasme visi eteriniai aliejai yra citofilaksiniai, t.y. jie skatina naujų sveikų ląstelių augimą. Degeneracija prasideda ląstelės lygmenyje. Patys stipriausi citofilaksiniai aliejai yra levandų ir nerolis. Reguliariai naudojami, ypač vonioms ir masažui, šie aliejai gali padėti išlaikyti tokį ląstelių dauginimosi lygį, koks yra jaunystėje [22].

Išoriniai senėjimo ženklai, ypač raukšlės, gali būti sumažinti, jei oda bus gydoma tokiais aliejais kaip frankincenso, santalų, jazminaičių ir rožių, taip pat jau minėtais levandų ir nerolio [22].

Vieni iš geriausių gydomųjų eterinių aliejų yra eukaliptų ir levandų. Jie pasižymi gydomosiomis savybėmis, raminančiai veikia, naudojamas žaizdų gydyme [22].

Eukaliptų

Eukaliptų eteriniai aliejai išgrynina orą ir apsaugo nuo bakterijų plitimo; pats stipriausias naikinant bakterijas ir virusus epidemijos metu, patartina garinti patalpose kasdien. Naikina patogeninius mikroorganizmus ir stiprina imunitetą [22].

- tinka esant migrenai, reumatui, smulkiems nudegimams, nušalimams, nešvariai odai;
- gydo kosulį ir bronchitą;
- sutraukia išburkusių gleivinę;
- mažina sąnarių maudimą.

Eukaliptų mėtinės

- tinkamas riebiai, problematiškai odai, nes slopina riebalinių liaukų veiklą.
- turi dezodoruojamąjį poveikį.
- veikia prieš *Candida albicans* bakterijas.
- tinka naudoti viršsvorio reguliavimui bei celiulito gydymui.
- efektyvi priemonė nuo galvos skausmo, neuralgijos, nuovargio.

Provanso levandų (tikrosios)

Neskiestu eteriniu levandų aliejumi ar jo spiritiniu tirpalu (10 lašų į 10 ml etilo spirito) galima tepti nudegimus, žaizdas, vabzdžių įkandimo vietas, egzemas, aknę, dermatitą, pūlinius, abscesus, herpesą. Levandų aliejus yra vienas iš trijų eterinių aliejų, kuris labai skatina naujų, sveikų ląstelių augimą [22].

Levandų aliejus [22]:

- turi labai stiprus antispazminis, raumenis atpalaiduojantis poveikis;
- reguliuoja nervų sistemą;
- ramina, migdo, padeda nuo depresijos;
- itin gerai veikia širdį, mažina kraujospūdį, ramina širdies nervus, sutvarko širdies ritmą;
- padeda esant nervinės kilmės problemoms :astmai, pykinimui, virškinimo sutrikimams;
- nuo reumato [22].

Bulgariškos levandos

Gydo nemigą, peršalimą, kosulį, sinusitą, gripą. Turi antidepresinį, antispazminį, antiseptinį, raminantį poveikį, mažina stresą, visų rūšių raumenų skausmą. Tinka gydyti spuogus, šalinti inkštirus ir kitas odos problemas [22].

Prancūziškosios levandos

Levandų Prancūziškųjų eterinį aliejų daugelis aromaterapeutų vadina Levandų tikrųjų eteriniu aliejumi. Dydomosios savybės tokios pačios kaip ir levandų provansų (tikrosios) [22].

1.2.6. Mikrokapsulių tyrimų apžvalga

Funkcinėms tekstilės medžiagoms priskiriamos tekstilės medžiagos, kurios yra modifikuotos cheminėmis medžiagomis ar preparatais. Gaminiai turi specifines funkcijas kai jos yra stimuliuojamos ir gali sukelti tam tikrą poveikį. Neseniai funkcinė tekstilė buvo tiriama, siekiant patenkinti žmogiškuosius poreikius, komfortą, vartotojų saugumą. Daugiausia tyrimų atlikta yra su repelentais, dažais, antimikrobinėmis medžiagomis, fazę keičiančiomis medžiagomis, polichrominėmis ir termochrominėmis medžiagomis. Mikrokapsuliacija - vienas iš būdų, kurių metu reikalingos medžiagos įkapsuliuojamos į apvalkalą, užnešamos ant tekstilės gaminių ir pritvirtinamos suteikiant gaminiui tam tikrų savybių. Tačiau tai nėra paprasta, kyla daug problemų. Užnešimui ant gaminių yra įvairių būdų, mikrokapsulės gali būti skirtingų koncentracijų, t.y. skirtingas mikrokapsulių kiekis tirpale į kurį mirkomas tekstilinis gaminytis. Todėl tam yra atliktų nemažai tyrimų mirkokapsulėms ir mikrokapsulių įterpimui į tekstilinius gaminius.

1.2.7. Mikrokapsulių rodikliai

Daugumoje mokslinių tyrimų prieš atliekant tekstilinių gaminių analizę su mikrokapsulėmis, pirmiausia charakterizuojamos naudojamos mikrokapsulės. Tiriama mikrokapsulių skersmenys, pasiskirstymas, sukibimas su audiniais, kvapo atpalaidavimas iš mikrokapsulės, mechaninės ir geometrinės savybės, homogeniškumo ir tirpalų heterogeniškumo požymis. Ieškomi nauji mikrokapsulių deriniai, kurie būtų ilgaamžiškesni bei pasižymėtų kokiomis nors savybėmis, pvz: greitai subliukšta, neatsparūs skalbimui ar atvirkščiai, fazę keičiančios, atparios aplinkos poveikiui, suteikiančios gydomųjų, antibakterinių savybių arba pasižyminčios keliomis savybėmis MK: aromatas ir antibakterinės savybės [24].

1.2.8. Mikrokapsulių tyrimo metodai

MK tyrimams yra naudojama įvairi įranga. [25] Nurodoma, kad sudarytos mikrokapsulės nagrinėjamos įvairiais požiūriais: tiriamas mikrokapsulių dydis, morfologija, fizinis stabilumas.

Mikrokapsulių dydis ir morfologija buvo nagrinėjama optiniu mikroskopu (OM) naudojant Zeiss Axioskop 40 mikroskopą su Nikon coolpix 8800 kamera. Mikrokapsulių fizinis stabilumas nustatomas formuojant suvestinius rodiklius. Dalelių dydis ir jų dydžio pasiskirstymas buvo nustatomas lazerio difrakcija (LD) Mastersizer[®] S [25].

Be to, nagrinėjama mikrokapsulių sukibimas su audiniais [25]. Mikrokapsulės buvo gautos iš Color Center (Tarrasa, Spain). Mikrokapsulių sienelės medžiaga - melamino formalinas, o vidinė medžiaga - pipirmėčių aromatas. Deja, šiame straipsnyje apie mikrokapsulių savybes daugiau informacijos nėra pateikta. Naudojamas audinys – 100 % medvilnė, ruoželinis pynimas, paviršinis tankis 210 g/m². Audinys chemiškai balintas peroksidu pramoniniame procese.

Tyrimams atlikti mikrokapsulių dispersijos buvo prieš tai supurtomos ir vėliau skiedžiamos subalansuota elektrolitų tirpalu (ISOTON II-pc, Beckman Coulter Inc., USA), siekiant nustatyti mikrokapsulių dydį ir kiekį. Mikrokapsulių dalelių dydžio pasiskirstymas buvo matuojamas Coulter Counter aparatu (Multisizer Z2, Coulter Electronics, Northwell, UK). Paviršiaus stebėjimui buvo naudota JEOL JSM – 6300 elektroninis skenuojantis mikroskopas (SEM). Mėginiai buvo tiriami esant tinkamai įtampai. Tyrime buvo išanalizuotas mikrokapsulių kiekis litre, esant koncentracijai 60 g/l. Žinodami kiekvieno pavyzdžio masę 210g/cm² galima apskaičiuoti mikrokapsulių kiekį ant tam tikro paviršiaus ploto. Atlikus tyrimus gauta mikrokapsulių kiekio analizė (1.1. lentelė), esant skirtingam dervos kiekiui ant medvilnės, bei jos procentinį įsitvirtinimą [26-28].

1.1. lentelė. Mikrokapsulių efektyvumas esant skirtingam rišiklio koncentracijai.

Pavyzdys	Rišiklis, g/l	Mikrokapsuliacijos efektyvumas, %	Mikrokapsulės, sk/m ²
1	0	93.08	86809293
2	5	84.15	78480899
3	10	95.71	89262113

Pagal išnaudojimo vandens kiekį naudojantis standarto ISO 105 C10 nurodymais, galima apskaičiuoti kiekį mikrokapsulių iki matavimų, todėl galime apskaičiuoti koks kiekis yra išplaunamas iš medvilninio audinio po pskalbimo proceso. Straipsnyje nebuvo nurodytas mikrokapsulių skaičiaus nustatymo būdas. Lentelėje (1.2. lentelė) nurodomi kiekiai mikrokapsulių, kuris buvo rastas po tam tikro skalbimo ciklų vonioje [26-28].

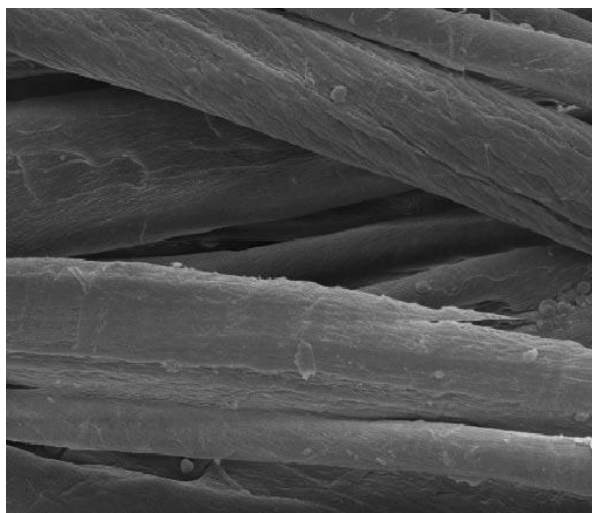
1.2. lentelė. Mikrokapsulių išlikimo kiekis po skalbimo ciklų.

Skalbimo ciklų skaičius	Rišiklio koncentracija		
	0 g/l	5 g/l	10 g/l
1	166038	26928	9627
2	26179	14404	3420
3	18258	3666	1985
4	57163	6179	2952

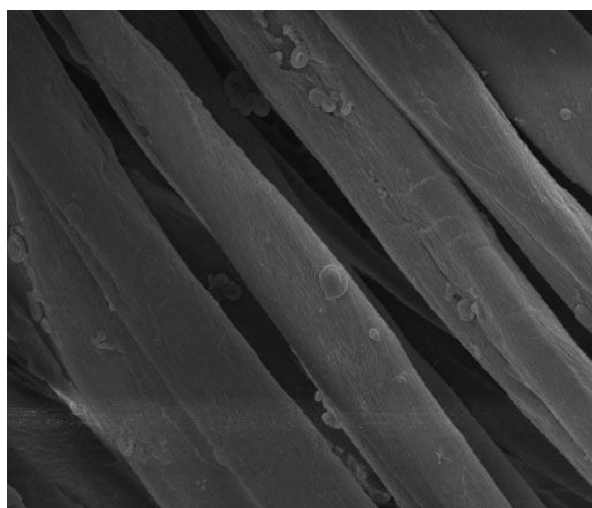
5	49557	9535	3639
10	27909	3693	3639
15	51545	4530	4041
20	43943	5201	4546

Iš rezultatų matyti, kad daugiausia mikrokapsulių pasišalina pirmajame skalbimo cikle. O po 10 skalbimų ir daugiau mikrokapsulių kiekis pasišalina ne taip žymiai kaip pirmuosiuose skalbimo cikluose. Pasišalinimo kiekis tampa daugiau ar mažiau pastovus [26-28].

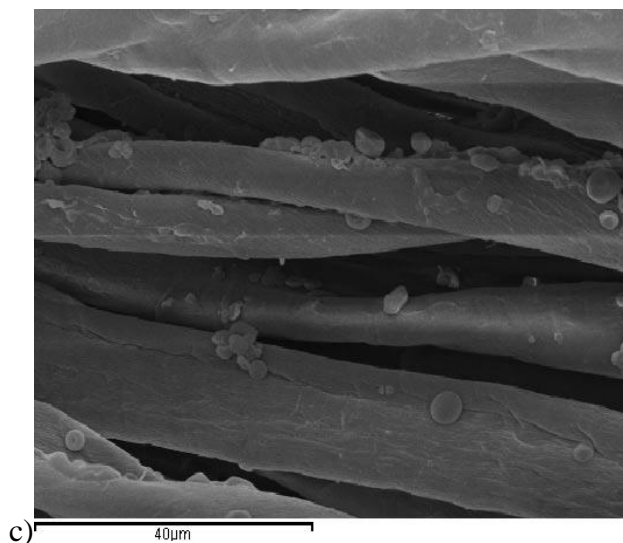
Atlikus tyrimus, MK buvo tiriamas SEM, nufotografuojant audinius (1.13. pav.).



a)



b)



1.13. pav. SEM nuotraukos (medvilniniai pavyzdžiai po 20 plovimo ciklų esant skirtingiems dervos koncentracijoms: a) 0 g/l; b) 5g/l; c) 10 g/l.) [26].

Atlikti tyrimai parodė, kad nenaudojant rišamųjų medžiagų – melamino formaliną, mikrokapsulės po 10 skalbimų pasišalins iš audinio, o naudojant rišiklius mikrokapsulių išlieka daugiau net po 20 skalbimo ciklų. Tik mikrokapsulių efektyvumas mažesnis, nes jų mažesnis kiekis. Taip pat naudojant rišiklio kiekį didesnę nei 10 g/l komerciškai nerekomenduojama, nes audiniai pakeičia savo savybes [25]. Tačiau pasigendama išsamesnių duomenų apie tai, kokios savybės, kaip pasikeičia ir koku būdu apskaičiuojamas mikrokapsulių kiekis nepateikta.

1.3. Rišamosios medžiagos

Rišamoji sistema, taikant mikrokapsules tekstilės medžiagose, apima mikrokapsules rišiklio kompozicijoje. US 7282473 B2 [29] patentas „Binder systems for microcapsule treatments to fibers, fabrics and garments“ supažindina su jų vartojamomis medžiagomis ir atliktais eksperimentais.

Šis išradimas [29] yra susijęs su rišamųjų medžiagų sistemomis, kurios gali būti naudojamos siekiant integruoti mikrokapsules į tekstilės medžiagas.

Mikrokapsulės, kaip žinoma, paprastai sudarytos iš branduolio, kuriame yra bent viena medžiaga arba agentas, apsuptas plona sienele. Medžiaga gali būti atpalaiduojama, kai mikrokapsulės formos sienelė plyšta ar kitaip suirsta reaguojant į atitinkamus dirgiklius, kaip temperatūrą, slėgį, arba fizinio kontakto su naudotojo oda [29].

Mikrokapsulės įtvirtinamos tekstilės medžiagose, naudojant rišiklius. Todėl rišamųjų medžiagų sistemos komponentų pasirinkimas gali būti ypač svarbus sėkmingai mikrokapsuliacijai tekstilėje. Pavyzdžiui, kai kurios rišamosios medžiagos neatsparios skalbimui, todėl praranda savo

gerasias savybes. Todėl turi būti naudojamos medžiagos tokios, kurios atlaikytų kuo didesnį skalbimų skaičių [29].

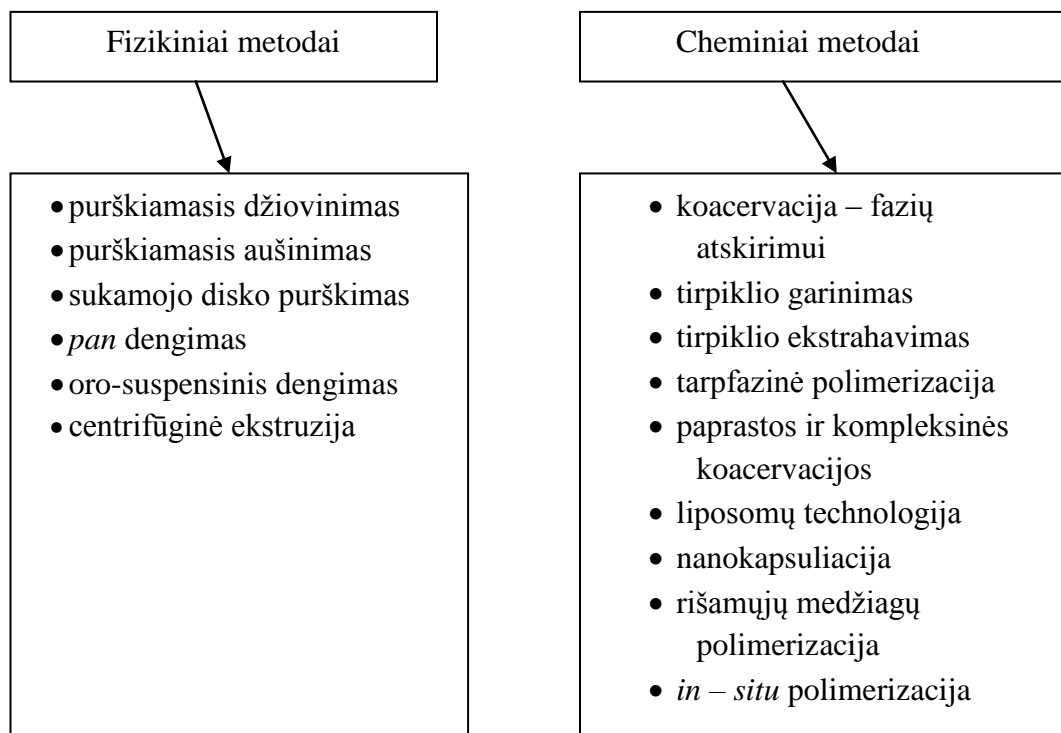
Kita vertus, ypač mikrokapsulės/ rišiklis derinys gali būti nesuderinami su kitais ingredientais, pavyzdžiui, minkštikliais, kurie paprastai naudojami drabužių audinių pramonėje. Galiausiai, atsižvelgiant į sistemos mikrokapsulės ir / ar rišamoji medžiaga gali kelti ypatingų sunkumų apdorojant, pavyzdžiui, mikrokapsulės polimerinę sienelę, kuri neturi pakankamo terminio stabilumo, kad būtų atsparesnės atlaikytų bendrosioms tekstilės apdailos operacijoms, ypač kurių metu naudojama aukšta temperatūra. Todėl, taikant mikrokapsules tekstilės medžiagoms, atsiranda poreikis naudoti naujų rišamųjų komponentų sistemą [29].

Amerikos tyrėjai atrado rišamųjų medžiagų sistemą, suderinamą su įvairiomis mikrokapsulėmis, kurios užpildytos skirtingais ingredientais. Rišiklio kompozicija apima: komponentai, parinkti iš grupės, susidedančios iš: alkoksilintų riebalų rūgščių amido, alkilo sulfonato druskų, amino-silikono minkštiklio ir jų mišinių [29]. Tačiau platesnės informacijos nepateikta.

1.4. Mikrokapsulių gamybos būdai

Priežastys hermetizavimui

Yra daugybė mikrokapsuliacijos tikslų. Kai kuriais atvejais, branduolys turi būti izoliuotas nuo aplinkos, pavyzdžiui, izoliuojant vitaminus nuo išorinio deguonies poveikio, sulėtinant branduolio lakiųjų medžiagų garavimą, gerinant lipnios medžiagos savybes, arba izoliuoti reaktyviąją šerdį nuo cheminio poveikio. Kitais atvejais, tikslas yra ne izoliuoti šerdį, bet visiškai kontroliuoti greitį, kuriuo jis palieka mikrokapsulės formą, pavyzdys – vaistai ir pesticidai. Mikrokapsuliacijos medžiagoms skiriamas dėmesys siekiant užtikrinti, kad medžiaga pasiektų veikimo zoną, nesudarant neigiamos įtakos aplinkai [29, 30].



1.14.pav.Mikrokapsuliacijai naudojami metodai [1, 31,32].

Pagrindinės hermatizavimo priežastys:

- 1) atskirti nesuderinamus komponentus,
- 2) skysčių konversija į kietąsias daleles,
- 3) didesnis stabilumas (vidinių medžiagų apsauga),
- 4) apdengti kvapniąsias, skonio ar aktyviąsias medžiagas,
- 5) apsauga nuo pirminės aplinkos,
- 6) kontroliuoti aktyvių junginių išsiliejimą.

Daug įvairių gamybos metodų naudojami mikrokapsuliacijos technologijai (1.14. pav.)

Dažniausiai naudojami metodai yra tokie:

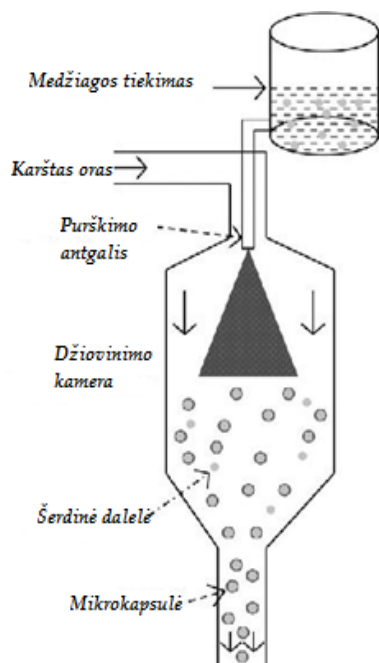
Fizikiniai metodai

1.Purškiamasis – džiovinimas (*Spray – Drying*)

Mikrokapsuliacija purškimo – džiovinimo metodas yra mažų išlaidų reikalaujantis komercinis procesas, kuris dažniausiai naudojamas kvėpalų, aliejų ir skonių hermetizavimui. Šerdinės dalelės disperguojamos polimeriniu tirpalu ir purškiamos į karštą kamerą (1.15. pav.).

Apvalkalinė medžiaga sukietėja ant pagrindinių dalelių kai tirpiklis tuo metu garinamas, mikrokapsulės įgauna policiklinę ar matricos tipą. Labai dažnai įkapsuliuotos dalelės susikaupia, nes naudojamas didelis kiekis šerdinės medžiagos. Todėl galimas veiksnys, kad šerdinės dalelės gali

neapsidengti apsaugine sienele. Todėl buvo atsisakyta didelių kiekių pagrindinės medžiagos užpildymo kameroje, nutarta užpildyti iki 50 – 60 % [1].



1.15. pav. Purškiamasis – džiovinimas (*Spray - drying*) metodas [1].

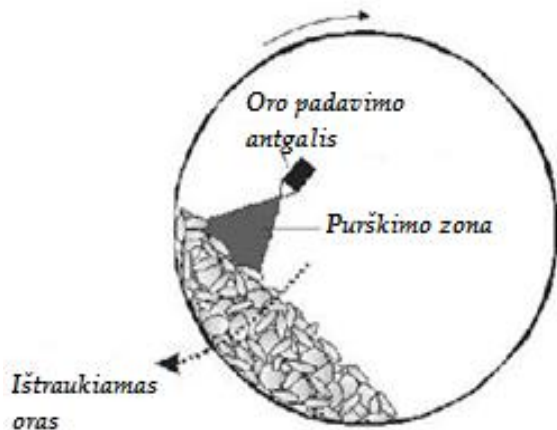
2. Oro – suspensinė danga (*Air-suspension coating*)

Dalelių dengimas oro – suspensine danga tirpalais ar lydalais suteikia geresnę kontrolę ir lankstumą. Dalelės yra padengiamos, o vėliau stabilizuojamos besimaišančio oro sraute. Mikrokapsulės išlaikomos šiame sraute perforuota plokšte, kuri turi skirtingo dydžio skylutes ir už jos esąs cilindro formos įdėklas. Tiesiog pakankamai tiekiant oro srautą dalelės praeina pro žiedinę erdvę ir nusėdinamos. Dažniausiai naudojamas šildytas oras, kuris tiekiamas į cilindrą, todėl dalelės greitai kyla. Viršuje naudojamas skirtingas oro srautas, tam, kad dalelės atsimušios į sienelę vėl grįžtų į pradinę būvimo vietą ir vėl kartotų ciklą. Dalelės vidiniame cilindre šį ciklą pakartoja daug kartų per kelias minutes. Šis būdas pasižymi geresniu padengimu vykdant mikrokapsuliaciją. Pagrindinės medžiagos, kurios yra mikronų lygmens arba dar mažesnių dydžių, gali būti efektyviai įkapsuliuotos oro – suspensijos metodu (*air-suspension*), tačiau didesnių dalelių dengimui tinkamesnis aglomeravimo būdas [1, 31,32].

3. *Pan* dengimas

Šis dengimo procesas, plačiai naudojamas farmacijos pramonėje, yra viena seniausių pramoninių procedūrų, padengiant daleles ar tabletes (1.16. pav). Dalelės sudedamos į kaistuvę ar

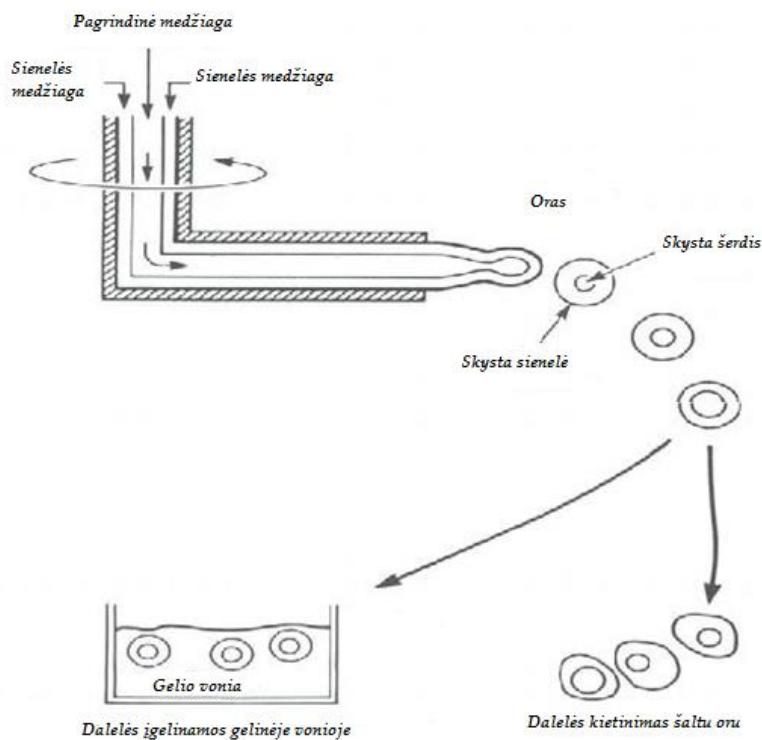
kitą įrenginį, ir dengimo medžiaga naudojama esant lėtam mikrokapsuliacijos procesui, kietosioms dalelėms didesnėms nei 600 mikronų paprastai būtinas veiksmingas padengimas, ir procesui naudojama griežta kontrolė. Vaistai paprastai padengiami ant įvairių sferinių paviršių [1, 31,32].



1.16. pav. Išcentrinis išspaudimas [1].

4. Centrifūginė ekstruzija (*Centrifugal extrusion*)

Naudojam išcentrinį ekstruzijos procesą, skysčiai yra apliejami naudojant besisukančią ekstruzijos atgalį su koncentriniais purkštukais. Skysta pagrindinė medžiaga yra pumpuojama per cilindrinį vamzdį, o suskystinta apvalkalinė mikrokapsulės medžiaga yra pumpuojama kartu aplink pagrindinės medžiagos žiedo erdvę (1.17. pav.). Išorinė mikrokapsulės plėvelė yra suformuojama per žiedo formos angą ties antgalio galu kai šerdinė medžiaga išspaudžiama į šią apvalkalinę membraną. Lašeliai atitrūkę nuo vamzdelio kietinami tekant per šilumokaitį. Kietosios kapsulės yra pašalinamos filtruojant arba mechaninėmis priemonėmis. Šis procesas puikus formuojant 400-2000 μ m skersmens daleles. Kai suformuojami lašeliai, jie atskiriami skysta srove; šis procesas tinkamas tik skysčiams [1, 31, 32].



1.17. pav. Centrifūginės ekstruzijos procesas [1].

Cheminiai procesai

1. Tirpiklio garinimas (*Solvent evaporation*)

Procesai atliekami skysčių gamybos įrenginyje. Mikroapsulės danga ištirpinama lakiame tirpiklyje, kuris nesimaišo su gamybiniu skysčiu gamybos etape. Šerdinė medžiaga kapsuliuojama ištirpintame arba disperguotame polimerinės dangos tirpale. Maišant, branduolio dengimo medžiagų mišinys disperguojamas gamybiniame skysčio įrenginyje darbo eigoje tam, kad būtų gauta norimo dydžio mikroapsulės forma. Mišinys kaitinamas (jei būtina) išgarinant polimero tirpiklį. Kai pagrindinė medžiaga yra ištirpusi polimerinės dangos tirpale, tuomet mikroapsulė yra suformuojama matricos forma. Kai visiškai išgarinamas polimero tirpiklis, skystoji nešiklio temperatūra sumažinama iki aplinkos temperatūros su nuolatiniu sužadinimu. Šiame etape mikroapsulės gali būti naudojamos suspensinėje formoje, pvz: milteliai [1, 31,32].

2. Koacervacija fazių atskyrimo (*Coacervation – phase separation*)

Šiuo atveju mikroapsuliacija sudaro trys etapai, atliekami nepertraukiamu maišymu:

- 1) formuojamos trys nesimaišančios fazės
- 2) nusodinama danga
- 3) dangos kietinimas

Pirmo proceso žingsnis suformuojamos trys nesimaišančios cheminės fazės: gamybinio skysčio, pagrindinės medžiagos ir dengimo medžiagos fazės. Formuojant tris fazes, pagrindinė

medžiaga yra disperguojama polimerinės dangos skysčiu, polimero tirpiklis maišomas su gamybiniu tirpalu [1, 31,32].

Antrasis proceso etapas susideda užnešant skystą polimerinį sluoksnį ant šerdies (pagrindinės medžiagos). Tai pasiekama kontroliuojant, dengimo medžiagos ir pagrindinės medžiagos maišymu gamybiniame įrenginyje. Jei polimeras sujungia sąsają tarp pagrindinės medžiagos ir gamybinio tirpalo, tuomet užnešama skysta polimerinė danga aplink pagrindinę medžiagą. Šis sugertiems reiškinyms yra būtina sąlyga siekiant veiksmingos dangos [1, 31,32].

Trečiasis etapas apima dangos kietinimą, dažniausiai naudojama terminė ar desolvatacija suformuojant stabilią mikrokapsulės formą [1].

Polimerizacija

1. Tarpfazinė polimerizacija (*Interfacial polymerization*)

Gaminant šiuo būdu, du reagentai polikondensacijoje susijungia ir greitai sureaguoja. Šio metodo pagrindas yra klasikinė *Schotten Baumann* reakcija tarp rūgščių chloridų ir junginio, kurio sudėtyje yra aktyvus vandenilio atomas, pvz: aminorai arba alkoholis, poliesteriai, polikarbamidai, poliuretanai. Esant tinkamoms sąlygoms, plonos lanksčios sienelės forma suformuojama greitai. Pesticido ir dirūgščių chlorido tirpalas yra emulsuojamas vandeniniame tirpale, kurių sudėtyje yra pridėtas amino ir polifunkcinis izocianatas. Bazės dalyvauja neutralizuojant rūgštis reakcijos metu. Suglaustos polimerinės sienos akimirksniu sudaro emulsinius lašelius [1].

2. *In-situ* polimerizacija

Mikrokapsuliacija vykdomas dviem etapais, tiesioginė polimerizacija vykdoma vienam monomerui ant dalelių paviršiaus. Pavyzdžiui celiuliozės pluoštas yra apliejamas polietilenu, o vėliau panardinamas į sausą tolueną. Įprastas nusėdimo greitis yra apie 0.5µm/min [1].

3. Rišamųjų medžiagų polimerizacija (*Matrix polymerization*)

Daugelyje procesų, pagrindinė medžiaga yra įterpiama į polimerinę matricą dalelių formavimo metu. Paprastas šio metodo tipas purškimas - džiovinimas, kurioje dalelės suformuojamos išgarinant tirpiklį iš matricinės medžiagos. Tačiau matricos kietėjimas taip pat gali būti sukeltas naudojant cheminę kaitą. Naudojant šį reiškinį, paruošiamos mikrokapsulės, kurių sudėtyje yra baltyminis tirpalas [1].

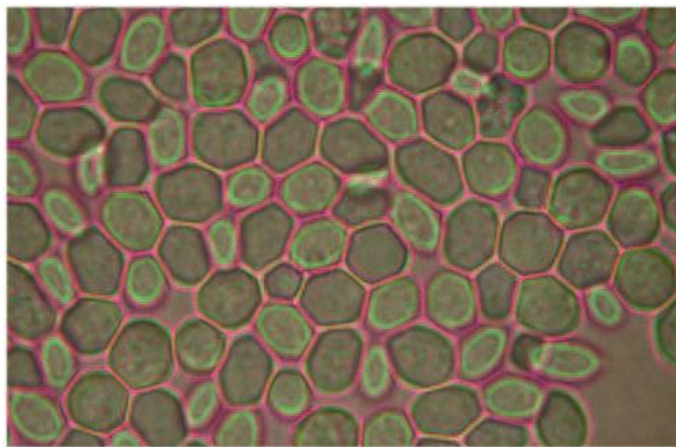
1.5. Mikrokapsuliuotų tekstilės medžiagų tyrimų apžvalga

Apie aromatų įterpimą į tekstilinius gaminius naudojant mikrokapsuliacijos metodus rašoma [26] publikacijoje. Melamino – formaldehido mikrokapsulės, kurių viduje mikrokapsuliuoti eteriniai aliejai, buvo įterptos į medvilninius audinius. Šiame straipsnyje aprašytos iširtos

mikrokapsulės, kurias sudaro mielių ląstelės arba želatina. Tokios medžiagos gaminiuose anksčiau nebuvo tirtos. Bandiniams atlikti buvo naudojamos medžiagos: pagrindinė medžiaga – citrinų eterinis aliejus, sukietinimo medžiaga – glutaraldehidai, apvaskalinė medžiaga – želatina, gumiarabikas (atogrąžų akacijų sakai), mielės, pluoštas – 100 % medvilnė, ir kaip pagalbinė medžiaga naudojama akrilo ir poliuretano rišikliai. Kartu su šiomis medžiagomis naudojamas izicionatas ir melamino formaldehidai [26].

Pirmiausia sudaromos mikrokapsulės vienos ir kitos rūšies: mielių ląstelės/citrinų eterinis aliejus ir želatina/citrinų eterinis aliejus. Želatinos/ citrinų eterinių aliejų mikrokapsulėms sudaryti naudojamas homogenizatorius - Heidolph 900 DIAX aparatas. Temperatūra palaikoma nuo 40 – 10°C, taip pat natrio hidroksidu palaikant pH 8 – 9, t.y. palaikant šarminę aplinką, nes atlikus bandimus prie skirtingų pH nustatyta tinkamiausias fizikinis stabilumas [26].

Tuo tarpu mielių ląstelės termiškai veikiamos 90°C temperatūra tris valandas. Citrinų eteriniai aliejai įterpiami į mielines ląsteles, esant temperatūrai nuo 40 – 60° ir procesas vyksta 4 – 96 valandas esant magnetiniam maišymui (1.18. pav.). Vėliau dalelės centrifuguojamos ir praplaunamos 5 kartus vandeniu. Gaunamos 4 – 7 μm mikrokapsulės [26].



1.18. pav. Į mielines ląsteles įterpti citrinų eteriniai aliejai [26].

Pagamintos mikrokapsulės vėliau įterpiamos į tekstilinius gaminius, t.y. medvilniniai gaminiai padengiami naudojant pliusuotę. Šiam metode naudojama vandens vonia su joje esančiomis mikrokapsulėmis, esant skirtingoms koncentracijoms. Bandiniai džiovinami 100 °C temperatūroje 5 minutes. Jei pagalbinis produktas įmaišytas į vonią, bandiniai fiksuojami 130°C temperatūroje 35 sekundes. Mikrokapsulių fiksavimas ant medvilnės audinių bandinių baigiamas nuspaudimo lentelėmis [26].

Šiems pavyzdžiams atliktas atsparumo skalbimui tyrimas pagal standartą ISO 105-C06 :1987, naudojant Gyrowash įrenginį 35 minutes, esant 40°C temperatūrai. Bandiniai gausiai praplaunami vandeniu ir išdžiovinami. Medvilnės bandiniai tiriami SEM ir pastebėta, kad naudojami rišikliai

izociantas ir melamino – formaldehidas neturi jokios reikšmės skalbimo patvarumui, tačiau turi neigiamą įtaką pirminiam aromato intensyvumui. Publikacijoje paminėta, kad po pirmojo skalbimo ciklo rišikliai uždengia mikrokapsules arba visiškai nelieka mikrokapsulių ant medvilninių bandinių [26].

Eterinių aliejų aromato išlaisvinimas iš medvilninių audinių buvo nustatinėjamas elektroniniu detektoriumi. Įrenginys turi 12 garus aptinkančių sensorių su skirtingais selektyvumais, kurių elektrinis laidumas kinta veikiant garams. Aromato nustatymui šis prietaisas buvo naudojamas prieš skalbimą ir po skalbimo audinių. Tačiau iš rezultatų nuspręsta, kad po keletos skalbimų elektroninis detektorius turi mažas aptikimo ribas, lyginant su žmogaus galimybe užuosti kvapą [26].

Mikroskopinis įvertinimas atliekamas, naudojant elektroninį skenavimo mikroskopą (SEM – 505 Phillips) nustatinėjant mikrokapsules ant audinių prieš ir po skalbimo. Buvo nagrinėjama mikrokapsulių dydis ir morfologija. Bet iš atliktų bandymų prieita išvada, kad vienos ir kitos rūšies mikrokapsulės įsitvirtina į audinį gerai, tačiau po skalbimo mikrokapsulės mielių/citrinos eterinių aliejų s ir želatinos/citrinos eterinių aliejų kompleksas išnyksta [26].

Tekstilės gaminiuos plačiai analizuojamos mikrokapsulės su fazę keičiančiomis (PCM) medžiagomis. Tekstilės gaminiai turintys PCM turi skirtingas šilumines savybes, lyginant su tradiciniais tekstilės gaminiiais. PCM mikrokapsulės gali būti taikomos įvairiems tekstiliniams gaminiams, siekiant pagerinti termoreguliacijos ir izoliacines savybes. Padengimo, laminavimo, apdailos, lydalo verpimo, dvikomponentė sintetinio pluošto ekstruzija, liejimo, pūtų būdai yra vieni patogesnių būdų, įterpiant PCM į tekstilės gaminius [26-28].

Šiuo metu labai susidomėta mikrokapsulėmis su fazę keičiančiomis medžiagomis (PCM). Analizuojami skirtingų medžiagų šilumos išskyrimo ir sugėrimo reiškiniai. Tam naudojama DSC matavimai, PCM mikrokapsulės talpinamos į kalorimetrinius termoelementus, kuriuose pavyzdžio erdvė išvaloma azoto srautu eksperimento metu. Perėjimo temperatūros ir entalpijos buvo fiksuojamos iš ne mažiau kaip 4 nepriklausomų vienas nuo kito bandymų. PCM tūrį mikrokapsulėse apskaičiuoti buvo galima pagal išmatuotas entalpijas, naudojant formulę [26-28]:

$$PCM_s = \frac{\Delta H_{PCM \text{ mikrokapsulėsu}}}{\Delta H_{PCM_s}} * 100 \quad (1.1)$$

Čia: $\Delta H_{PCM \text{ mikrokapsulėse}}$ - lydimosi entalpija mikrokapsulėse,
 ΔH_{PCM} – mišinio lydimosi entalpija [26-28].

Sekančioje [33] publikacijoje aptartos mikrokapsulių įkibimas į medvilnės audinius veikiant tam tikra temperatūra. Paruoštos mikrokapsulės su rozmarino eteriniais aliejais ir be rozmarino

eterinio aliejaus buvo kovalentiškai sujungti su celiuliozėje esančiomis hidroksilo grupėmis naudojant BTCA. Mikrokapsulių sienelės sudarė etilceliuliozė. Mikrokapsulių užnešimas ant tekstilinių gaminių buvo atliktas 110 temperatūroje 2 minutes, kadangi dalis eterinių aliejų gali išgaruoti per mikrokapsulių sienelės. Kai tekstilės medžiagos buvo įskiepytos mikrokapsulėmis be eterinių aliejų, buvo įmerktas į fluorescencinių dažų tirpalą. Dažai prasiskverbė pro mikrokapsulių sienelės. Tai parodė SEM fotografijos žaliai nusidažiusios mikrokapsulės. Tačiau pastebėta, kad fluorescenciniai dažai sunkiai skverbėsi į mikrokapsules, kuriose buvo rozmarino eterinių aliejų. Fotografijose matėsi juodi taškeliai. Galima daryti išvadą, kad mikrokapsulių su rozmarino eteriniais aliejais fiksavimas 2 minutes nepaveikė esant 110°C temperatūrai [33].

Panašus tyrimas dėl atsparumo temperatūroms atliktas ispanų mokslininkų grupės. Mikrokapsulės buvo analizuojamos norint nustatyti terminį poveikį, kai temperatūra viršija 120°C temperatūrą. Elgesys buvo tiriamas naudojant DSC ir TGA. Pastebėta, kad aromatizuotų mikrokapsulių nuostoliai atsiranda esant 90 – 150 °C temperatūroms [34].

SEM tyrimai parodė, kad veikiant karštu oru ar kitokia būdu tokiose temperatūrose, mikrokapsulės paveikiamos išskleisdamos vidinę medžiagą. Rezultatai parodė, kad mikrokapsulės negalėjo atlaikyti didesnių nei 120°C temperatūros poveikio. Tai reikškia, kad audinys paveiktas karštu oru, kurio temperatūra didesnė nei 120°C ant audinio esančios mikrokapsulės suyra arba kitaip sakant atiduoda į išorę viduje esančią medžiagą. Dėl šios priežasties buvo pasirinktas medvilnės audinys, kuris gali atlaikyti 200°C temperatūrą. Toks audinys su esančiomis mikrokapsulėmis buvo lyginamas 110, 150 ir 200°C temperatūrose. Šis bandymas parodė, kad bandinius lyginant prie skirtingų temperatūrų, buvo pažeistos mikrokapsulės. Labiausiai pažeistų mikrokapsulių atsirado esant didesnei nei 120°C temperatūrai. Taipogi nustatyta, kad kuo dažniau išlyginus audinius, tuo daugiau mikrokapsulių buvo pažeista. Šis bandymas įvertina taipogi ir pačio lyginimo prietaiso metalo paviršių, kuris suteikia mechaninį spaudimą audiniams su mikrokapsulėmis [34].

Mokslininkai S. N. Rodrigues, I. Fernandes, I. M. Martins, V. G. Mata, F. Barreiro ir A. E. Rodrigues nustatė ir patvirtino sudaromų mikrokapsulių sferinį susidarymą ir išlikimą ant tekstilinių gaminių sferinį formoje. Tyrime buvo gaminamos poliuretano-karbamido mikrokapsulės, naudojant sąlyčio paviršiaus polimerizacijos techniką su limonenu kaip aktyvus agentas tekstilės gaminiams. Izocianato reakcija buvo tikrinta FTIR analize. Mikrokapsulių dydžio pasiskirstymas išmatuotas naudojant lazerio dispersijos techniką. Dalelių pasiskirstymas dominavo apie 10µm. Mikrokapsulių stebėjimas optiniu mikroskopu patvirtino, kad susidaro įvairių dydžių sferinės formos mikrokapsulės. SEM fotografijos taipogi parodė veiksmingą sukibimą tarp mikrokapsulių ir

tekstilės pluoštų, bei sferinę morfologiją ir dydį. Taip pat išanalizuota mikrokapsulių pasišalinimo kiekis naudojant skalbimo procesą. Ištirta, kad po 3000 skalbimo ciklų mikrokapsulių pasišalina apie 40%, po 9000 ciklų net 60%. Tačiau mikrokapsulių išskalavimo būdo tikslaus nenurodė esamoje publikacijoje [35].

Panašus straipsnis apie limonene mikrokapsulių išnykimą aptartas tų pačių autorių [36]. Tačiau šiame metode naudotas valymo procesas, o ne skalbimo. Nustatyta, kad mikrokapsulės įterptos į tekstilės gaminius po pirmo valymo pasišalina apie 38%, ir po penkių valymo ciklų mikrokapsulių pasišalino apie 87% [36].

Apie antimikrobinių savybių suteikimą tekstiliniams gaminiams aprašoma publikacijoje [37]. Darbo tikslas buvo 100% medvilnei suteikti antimikrobinių ir aromatinių savybių naudojant mikrokapsulių dengimo metodą. Mikrokapsulės su polisulfono/vanilės kvapu buvo sėkmingai užneštos ant medvilnės. Tai patvirtino DSC analizė, matomos mikrokapsulės nebuvo pažeistos esant 20 – 100°C temperatūros fiksavimui. Po to, atliktam MK fiksavimui į tekstilės gaminius buvo tikrinamas atsparumas ir ilgaamžiškumas po tam tikro skalbimo ciklų. Rezultatai parodė, kad apie 50% mikrokapsulių buvo išplatutos po dviejų skalbimo ciklų. Tačiau išliko ilgiau mažesnio dydžio (10µm) mikrokapsulės net po 5-ojo skalbimo ciklo. Aromatiškumo išlaikymas buvo patikrintas sudarius apklausą. Šios analizės rezultate nuspręsta ieškoti būdų kaip išlaikyti mikrokapsules ilgiau ant medvilninio audinio, kadangi po didesnio skalbimo ciklų MK išnyksta [37].

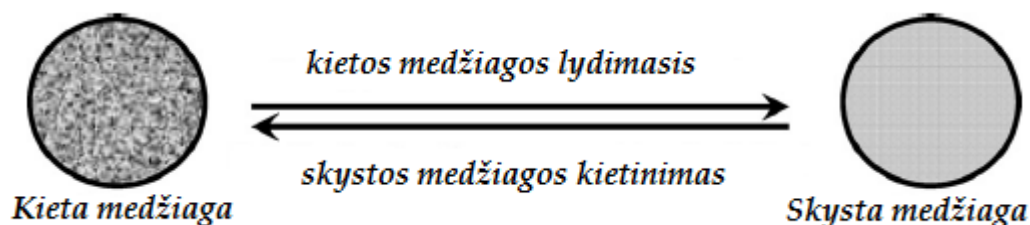
B. Boh kartu su E. Knez ištyrė mikrokapsulių įkibimą į neuastines medžiagas, kurios panaudojamos batų įdėklams. Darbe buvo naudojami eteriniai aliejai levandų, rozmarinų ir šalavijų, kurie buvo įkapsuliuoti į melamino aldehido dervą veikiant silpnu slėgiu. Po to įterpti į neaustinius tekstilės gaminius. Pagrindinis tikslas buvo įterpti mikrokapsules su eteriniais aliejais turinčias antimikrobines savybes į batų įdėklus. Ir pasiekti tai, kad šios savybės išliktų nešiojant ir nenešiojant avalynės. Dujų chromatografijos testai patvirtino, kad šis tikslas buvo pasiektas. Neveikiant mikrokapsulių mechaniniu spaudimu mikrokapsulės išlieka nepažeistos ir veiksmingos. Atliktas bandymas, kad net po suvaikšiotų 50 kilometrų batų įdėkluose išlieka iki 60 – 70 % mikrokapsulių veikliųjų medžiagų [38].

Mikrokapsuliuotų tekstilės medžiagų gamybos būdai

Lydalo verpimas

Šiuo metodu gaminant, skystas polimeras ar pluoštas gali būti su įterptais PCM mikrokapsulėmis naudojant verpimo metodus: sausąjį, šlapiąjį, lydalo ar ekstruzijos būdus išlyditiems polimerams. Tokie pluoštai ar verpimo lydalai pasižymi termoreguliacinėmis

savybėmis, sulaikydami šilumą arba atiduodami sukauptą šilumą [26-28]. Šio medžiagos pasižymi savybėmis, kad medžiagos reaguoja į temperatūrą. Jei temperatūra aukšta, ją sugeria ir virsta skystąja faze, o krentant temperatūrai ji atiduoda šilumą ir iš skystos fazės pereina į kietąją (1.19.pav).



1.19.pav. Schematinis fazę keičiančių medžiagų vaizdavimas.

Dengimo metodas

Mikrosferinės medžiagos, kurių sudėtyje yra fazės kaitos, pasklinda vandeniniame tirpale ir pasidengia tekstilinio gaminio paviršiuje, surišant įvairias medžiagas dispersantą, tirštiklius ir kitas medžiagas [26-28].

Laminavimo metodas

PCM yra įtraukiamos į polimerinę plėvelę ir taikomos vidinėms tekstilinių gaminių pusėms laminuoti, siekiant pagerinti termoreguliacines savybes dėvimiems rūbams. Tai - šiluminiam stresui nuslopinti iš cheminių pluoštų ar neaustinėse drabužiuose įterpiant PCM mikrokapsules. Toks laminavimas turi privalumų: didelė PCM koncentracija ploto vienetu, sumažina gamybos įkainius ir sumažinama tekstilinio gaminio masė [26-28].

Fazę keičiančių medžiagų pritaikymas (PCM) tekstilėje

Pagrindinis uždavinys, kuriant tekstilės gaminius su PCM struktūra yra jų pritaikymas. Mikrokapsulės su PCM yra padengtos polimerine danga, kuri prie tekstilinių gaminių prideda masės svorio [26-28]. Šiuo metu PCM mikrokapsulės panaudojamos kasdieniauose, apsauginiuose rūbuose, avalynės pramonėje, medicinoje, statybinėse reikmenyse.

1.6. Literatūros apžvalgos apibendrinimas, darbo tikslas ir uždaviniai

Apibendrinant literatūros šaltinių analizę, galima teigti, kad mikrokapsuliacija plečiasi ir užima vis platesnę tekstilinių gaminių sferą. Tekstilės gaminams suteikiamos įvairios savybės: aromato ilgalaikiškumas, gyvybiškai svarbios antimokrobinės savybės, termoreguliacinės savybės, apsauginė funkcija ir kt.

Nepaisant didelės kilpinių audinių populiarumo ir paplitimo, literatūros duomenų apie šių audinių mikrokapsuliuojamumą nerasta. Tuo tarpu, šios rūšies audiniai su MK būtų labai pageidaujami, žinant aromaterapinės paskirties tekstilės medžiagų ir gaminių paklausą. Taigi, šio magistro baigiamojo darbo tikslas – ištirti mikrokapsules, skirtas aromatinėms tekstilės medžiagoms gaminti ir ramės/medvilnės pluoštinės sudėties kilpinių audinių su mikrokapsulėmis fizikines savybes.

Darbo uždaviniai:

1. Atlikti MK su eukaliptų ir levandų eteriniais aliejais SEM mikroskopinę analizę.
2. Paruošti mikrokapsuliuotų kilpinių audinių bandinius.
3. Atlikti žalių kilpinių audinių laidumo orui ir paviršinio tankio eksperimentinius tyrimus.
4. Atlikti mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui eksperimentinius tyrimus.
5. Atlikti mikrokapsuliuotų kilpinių audinių paviršinio tankio eksperimentinius tyrimus.
6. Atlikti gautų rezultatų statistinę ir matematinę analizę.
7. Atlikti gautų rezultatų palyginamąją analizę, susiejant kilpinių audinių sandaros rodiklius, rišiklio koncentraciją ir fizikines audinių savybes.

2. Metodologinė dalis

2.1. Tyrimo objektas

Darbo objektas:

- mikrokapsulės su eteriniais aliejais
- žali kilpiniai audiniai iš ramės/medvilnės pluošto, pagaminti keičiant sandaros rodiklius: kilpos aukštį ir ataudų tankumą,
- padengti MK, kilpiniai audiniai iš ramės/medvilnės pluoštu, naudojant skirtingas rišiklio koncentracijas.

Iš viso išausta 5 audinių sandaros variantai.

2.1.2. Kilpiniai audiniai

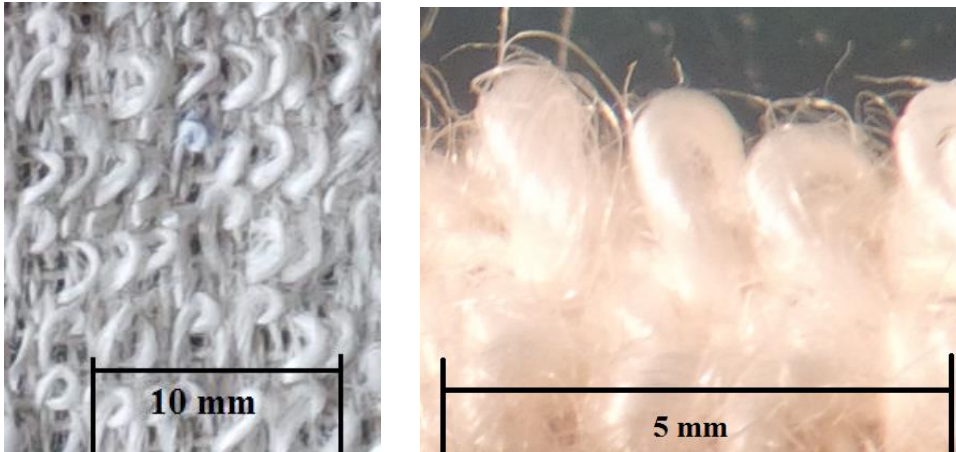
Darbe naudojami žali ir mikrokapsuliuoti ramės/medvilnės kilpiniai audiniai. Pagaminti UAB „A grupė“ įmonėje. Pagrindo metmenys – medvilniniai suktiniai verpalai, pagrindo ataudai – medvilniniai verpalai. Kilpiniai metmenys – ramės suktiniai verpalai.

2.1. lentelė. Naudojamų kilpinių audinių charakteristikos

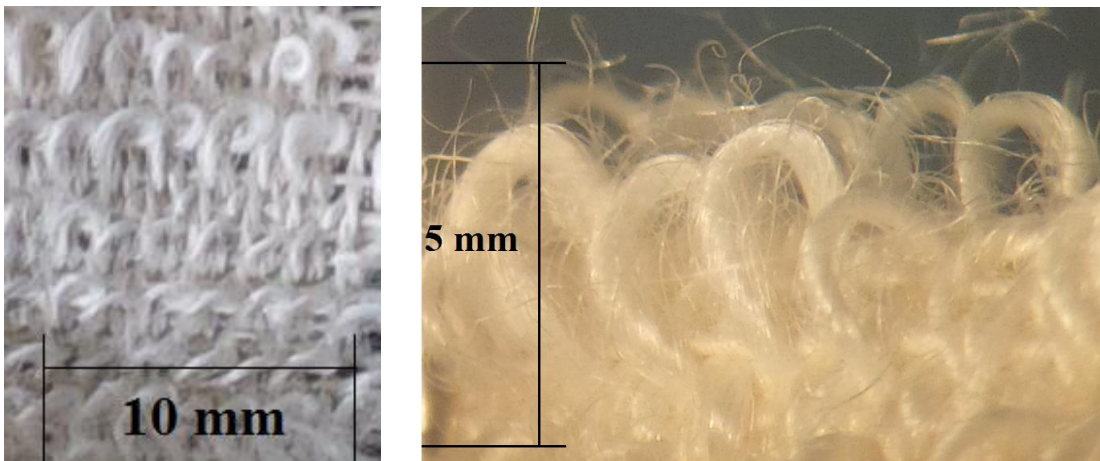
	Audinių pavyzdžių variantai				
	R ₈	R ₁₀	R ₁₂	R ₁₄	R ₁₆
Kilpos aukštis, mm	6				
Ataudų tankumas, cm ⁻¹	8	10	12	14	16
Pagrindo metmenys, tex	Suktiniai medvilniniai verpalai 25x2				
Pagrindo ataudai, tex	Medvilniniai verpalai 50				
Kilpiniai metmenys, tex	Ramės verpalai 67				
Rišiklio koncentracijos, g/l	20;35;50;65;80;95				

Kilpinių audinių bandymams naudotos skirtingos rišiklio koncentracijos: nuo 20 iki 95 g/l.

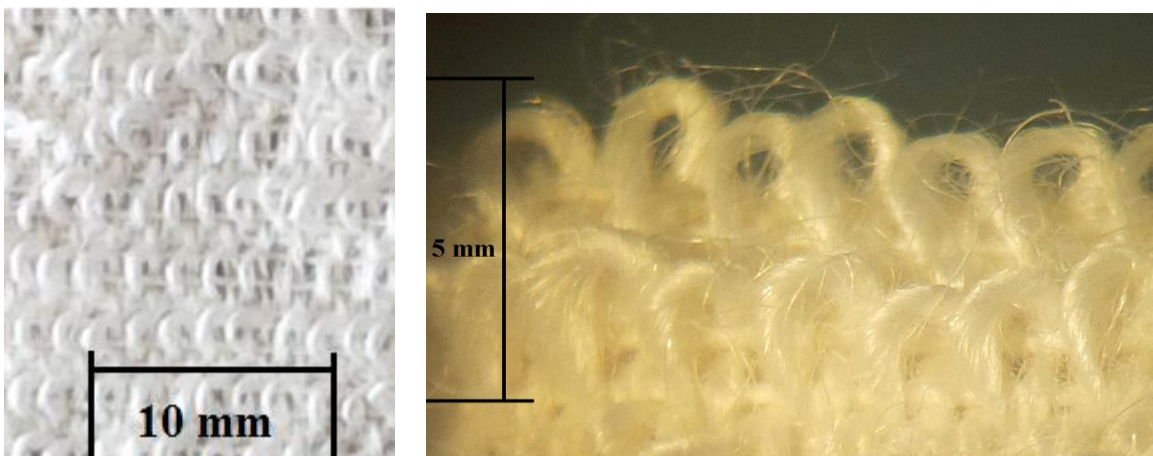
2.1. – 2.5. paveiksluose pateikti tirtųjų žalių kilpinių audinių sandaros vaizdai. Matyti, kad žalių kilpinių audinių kilpų paviršius nevienodas, plaukeliai pasišiaušę, yra daug verpalo paviršiuje esančių ramės pluošto plaukelių.



2.1. pav. Kilpinio audinio vaizdas; ataudų tankumas 8 cm^{-1} , kilpos aukštis 6 mm.



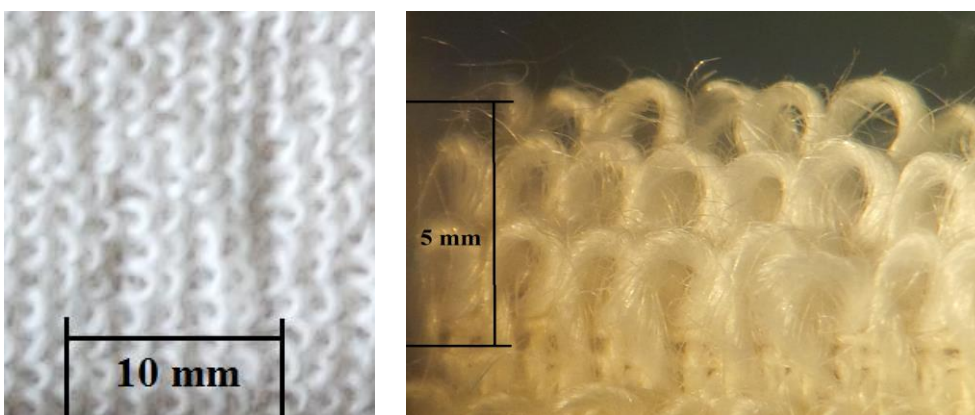
2.2. pav. Kilpinio audinio vaizdas; ataudų tankumas 10 cm^{-1} , kilpos aukštis 6 mm.



2.3. pav. Kilpinio audinio vaizdas; ataudų tankumas 12cm^{-1} , kilpos aukštis 6 mm.

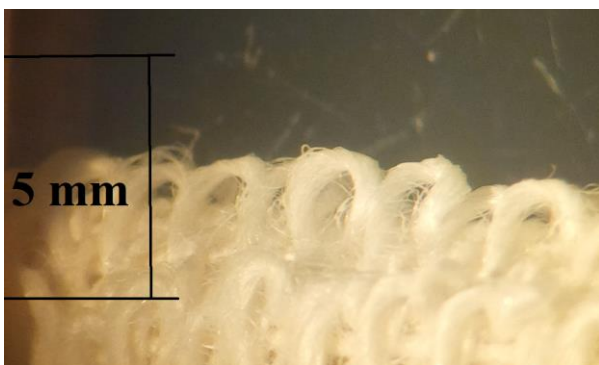


2.4. pav. Kilpinio audinio vaizdas; ataudų tankumas 14 cm^{-1} , kilpos aukštis 6 mm.

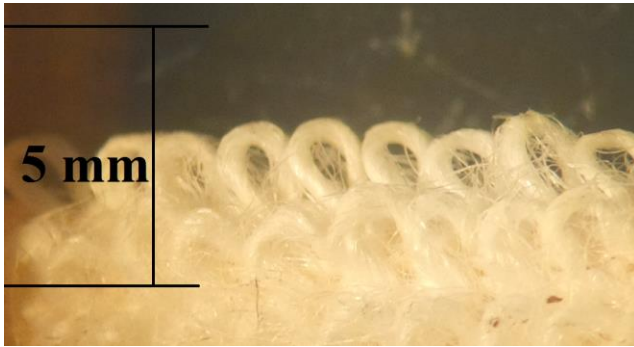


2.5. pav. Kilpinio audinio vaizdas; ataudų tankumas 16 cm^{-1} , kilpos aukštis 6 mm.

2.6 – 2.7 paveiksluose pateikti tirtų mikrokapsuliuotų kilpinių audinių sandaros vaizdai, naudojant skirtingas rišiklio koncentracijas. Pastebėta, kad kilpinių audinių kilpos tolygesnės, nėra plaukelių, kurie būtų verpalo/ audinio paviršiuje. Kilpų forma labiau matoma bei matiškesnė. Po mikrokapsuliacijos kilpinių audinių bandiniai gauti standesni.



2.6. pav. Kilpinio audinio vaizdas; ataudų tankumas tankumas 8 cm^{-1} , kilpos aukštis 6 mm, rišiklio koncentracija 20 g/l.



2.7. pav. Kilpinio audinio vaizdas; ataudų tankumas 16 cm^{-1} , kilpos aukštis 6 mm, rišiklio koncentracija 35 g/l.

2.1.3. Mikrokapsulės su eteriniais aliejais

Mikrokapsulės su eteriniais aliejais labai plačiai analizuojamos šių laikų technologinėje sferoje. Naudojamos įvairios eterinių aliejų ir mikrokapsulių apvalkalo kombinacijos. Pasirinkti eteriniai aliejai yra įterpiami į apvalkalą, vadinamą mikrokapsulė. Šiame darbe analizuojamos dviejų rūšių eteriniai aliejai – eukaliptų ir levandų – mikrokapsulės. Pagal gamintojo LJS duomenis:

- pH: 6 – 7,
- medžiaga nedegi,
- medžiagos pavidalas – pieno konsistencijos pasta,
- kietosios dalies – 50 %.

2.2. Audinių mikrokapsuliavimas

Audinių mikrokapsuliavimas atliktas impregnuojant MK, naudojant skirtingas rišiklio koncentracijas. Mikrokapsulių koncentracija – 30g/l, rišiklio koncentracija keista intervale: nuo 20g/l iki 95g/l. Padengti audinių bandiniai buvo džiovinami laisvoje formoje, po to laboratorinėje krosnyje SNOL $105 \div 110^\circ\text{C}$ temperatūroje (1 min), fiksuojami 150°C temperatūroje (2 min). Naudotas rišiklis – ITOBINDER (LJS, JK).

2.3. Audinių laidumo orui nustatymo metodika

Tekstilės audinių laidumas orui eksperimentai atliekami pagal Lietuvos standartą LST EN ISO 9237: 1997(D). Šis standartas reglamentuoja plokščių tekstilės medžiagų ir siuvinių laidumo orui matavimo būdą.

Laidumas orui – greitis oro srauto, kuris nustatytais bandinio ploto, slėgių skirtumo ir laiko sąlygomis prasiskverbia per medžiagą statmenai paviršiaus plotui.

Matuojamas oro srauto, prasiskverbiančio per nustatytą medžiagos plotą, esant nustatytam slėgių skirtumui, debitas. Parengiamojo kondicionavimo, laikymo (klimatė) ir bandymo klimatas turi atitikti ISO 139 reikalavimus.

Naudojamas prietaisas SEM GmbH, Q = 1/min; 20°C, 1013 bar. Slėgis palaikomas 1,00 – 1,10 mbar, medžiagos plotas 5 cm².

Pateikiamas aritmetinis vidurkis, variacijos koeficientas ir pasikliovimo ribos, esant 95% patikimumo lygmeniui. Laidumas orui R, išreikštas mm/s (dm³/m²s), apskaičiuojamas pagal formulę:

$$R = \frac{\bar{q}_v}{A} \cdot 167, \quad (2.1)$$

Čia: \bar{q}_v - oro srauto debito aritmetinis vidurkis, dm³/min (l/min);

A – bandomasis plotas, cm²;

167 – perskaičiavimo iš dm³/cm² * min arba l/cm²*min į mm/s koeficientas.

Bandiniai buvo kondicionuojami 24 val. Visi bandymai atlikti, esant kondicinėms sąlygoms:

- Santykinėje drėgmėje 65±2 %,
- 20 ± 2° C temperatūroje,
- 24 val.

Kiekvienam kilpinio audinio variantui paimta po 6 bandinius, kuriems atlikta matematinė analizė. Iš viso bandymų skaičius - 78.

2.4. Audinių paviršinio tankio nustatymo metodika

Audinių paviršinis tankis nustatytas pagal standartą EN 12127: 1997. Naudotos elektroninės svarstyklės KERN EW 150-3M (KERN / Sohn GmbH, Vokietija), tikslumas 0,001g. Bandiniai buvo kondicionuojami 20 ± 2 ° C temperatūroje, santykinėje drėgmėje 65 ± 2% 24 val. Bandymai atlikti taip pat esant šioms kondicinėms sąlygoms. Bandinių skaičius – 6.

2.5. SEM analizė

Mikrokapsulių ir mikrokapsuliuotų audinių analizė atliekama skenuojančiu elektroniniu mikroskopu FEI Quanta 200 FEG (Vokietija) su rentgeno spindulių energijos dispersijos spektrometru Bruker Xflash 4030, 10 – 20 kV greitinimo įtampa. Skenuojantis elektroninis mikroskopas Quanta 200 FEG (2.6. pav), yra vienas iš pagrindinių nano technologijų įrankių, t.y. nano struktūrų ir nano prietaisų, paviršiaus vaizdinimo priemonė. Jame naudojamas modernus lauko

emisijos elektronų šaltinis leidžiantis dirbti kontroliuojamo slėgio vandens garų atmosferoje, todėl šiuo mikroskopu galima tirti elektriškai nelaidžius objektus su aukšta 1,2 nm skiriamąja geba (skiriamoji geba – minimalus registruojamas matmuo).



2.8.pav. Skenuojantis elektroninis mikroskopas FEI Quanta 200 FEG (SEM).

Mikrokapsulės buvo tiriamos, esant didinimui: 10 000x, audiniai, esant didinimui: 500x – 5 000x, greitinimo įtampa 500 – 5000 kV.

2.6. Eksperimentų statistinė ir matematinė analizė

Matematinės statistikos požiūriu, bandymų rezultatus sudaro atsitiktinių dydžių visuma. Ar šie atsitiktiniai dydžiai turi tam tikrą ryšį, galima sužinoti tikimybių teorijos bei matematinės statistikos metodais [39].

Prieš atlikdami eksperimentinių rezultatų analizę, apskaičiuojama vidutinė atliktų bandymų savybės vertė – aritmetinis vidurkis \bar{x} :

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}; \quad (2.3)$$

Čia n – elementariųjų bandymų eksperimento taške skaičius.

Atliekant rezultatų analizę, svarbu žinoti ir rezultatų sklaidą. Sklaida gali būti įvertinama santykiniais ir absoliutiniais sklaidos dydžiais. Apskaičiuojamas absoliutinis vidutinis kvadratinis nuokrypis S bei kvadrato vertė – dispersija S^2 , kurios įvertina, elementariųjų bandymų verčių nutolimą nuo aritmetinio vidurkio[39].

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}; \quad (2.4)$$

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}; \quad (2.5)$$

Čia $n-1$ – vadinamas laisvės laipsnių skaičius.

Taip pat apskaičiuojama tekstilės tyrimuose absoliutinė atsitiktinė paklaida Δ_α ir santykinė atsitiktinė paklaida δ_α . Kartu apskaičiuojama ir variacijos koeficientas V , kuris įvertina sklaidą atsižvelgiant ir į elementariųjų bandymų skaičių ir į vidutinę bandymų vertę [39].

$$\Delta_\alpha = \frac{t_\alpha S}{\sqrt{n}} \% ; \quad (2.6)$$

$$\delta_\alpha = \frac{\Delta_\alpha}{\bar{x}} = \frac{t_\alpha S}{\bar{x}\sqrt{n}} 100\% ; \quad (2.7)$$

$$V = \frac{S}{\bar{x}} 100\% ; \quad (2.8)$$

Taikyti eksperimento rezultatams matematinę analizę galima tik tuomet, kai eksperimento taškų dispersijos yra vienaarūšės, t.y. tos pačios eilės. Tai patikrinama Kočreno kriterijumi.

$$G = \frac{S_{\max}^2}{\sum S^2}; \quad (2.9)$$

Čia S_{\max}^2 - maksimalioji eksperimento taškų dispersija;

$\sum S^2$ - visų eksperimento taškų dispersijų suma.

Jei $G < G_{\text{lent}}$, tai dispersijos yra vienaarūšės, G_{lent} reikšmės, esant pasikliaujamajai tikimybei 0,95. Jei $G > G_{\text{lent}}$, siūloma didinti eksperimento taškų skaičių.

Palyginus eksperimento dispersijas, galima pereiti prie vieno svarbiausių tekstilės eksperimento analizės rodiklio – eksperimento informatyvumo. Eksperimento informatyvumas parodo, ar atlikto eksperimento rezultatai yra informatyvūs, t.y. ar pagal juos tyrėjas gali nustatinėti objektyvias empirines priklausomybes. Eksperimento informatyvumas patikrinamas Fišerio kriterijumi:

$$F = \frac{S_v^2}{S_y^2}, \quad (2.10)$$

Čia $S_v^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{X})^2}{N-1}$, $S_y^2 = \frac{\sum S^2}{N}$ - vidutinė bandymų dispersija, N - eksperimento taškų skaičius,

\bar{X} - visų eksperimento taškų rezultatų aritmetinis vidurkis:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^N \bar{x}_i}{N} ; \quad (2.11)$$

Tik informatyviame eksperimentui verta nustatyti lygtį tarp tekstilės gaminio savybės ir kintamojo faktoriaus. Tokia pagal eksperimento rezultatus apskaičiuota lygtis vadinama empirine lygtimi.

Lygties atitikimo eksperimentiniams taškams įvertinti naudojamas determinacijos koeficientas R^2 :

$$R^2 = 1 - \frac{\sum (y_{ei} - y_{ti})^2}{\sum y_{ei}^2 - \frac{(\sum y_{ei})^2}{N}} ; \quad (2.12)$$

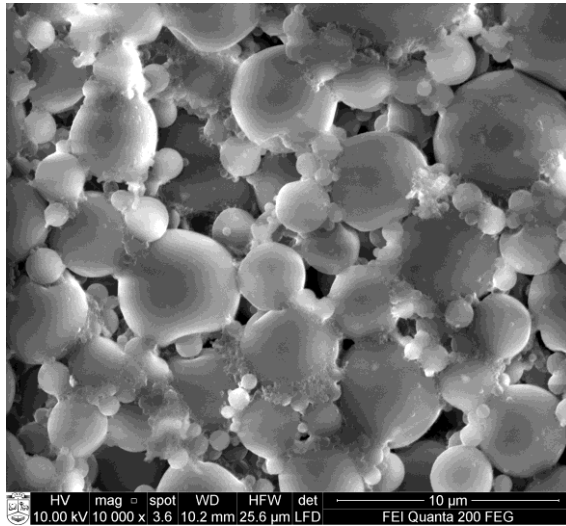
Jo vertė būna 0 ir 1. Kuo labiau R^2 vertė artimesnė 1, tuo labiau apskaičiuota empirinė lygtis atitinka eksperimentinius rezultatus, t.y. parodo, kad tirta savybė tikrai kinta pagal pasirinktą lygtį.

3. Eksperimentinė dalis

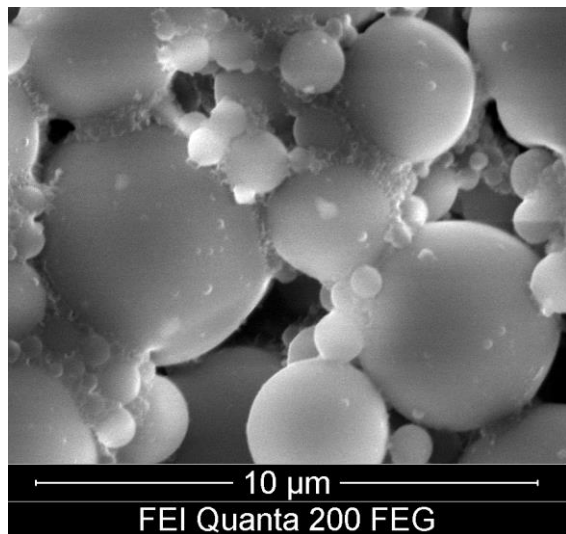
3.1. Mikrokapsulių skersmens ir jo pasiskirstymo tyrimas

3.1.1. Mikrokapsulių su eukalipto eteriniu aliejumi skersmens ir jo pasiskirstymo tyrimas

Eukaliptų eteriniais aliejais mikrokapsulių skersmenų matavimai atlikti, išanalizavus 10 SEM nuotraukų. Mikrokapsulės nufotografuotos SEM, ir *Liucia* (VGA versija 5.00 (Čekija)) programa išmatuoti MK skersmenys. 3.1 pav. pateiktas MK su eukaliptų eteriniais aliejais vaizdas.



3.1. pav. Mikrokapsulių nuotrauka su eukaliptų eteriniais aliejais, nufotografuota su SEM (10 000 x didinimas), greitinimo įtampa - 1000 kV.



3.2. pav. Eukaliptų mikrokapsulių padidintas vaizdas (SEM), 10 000x didinimas, greitinimo įtampa – 1000 kV.

SEM analizė parodė, kad eukaliptų eterinių aliejų MK yra taisyklingos formos, lygaus paviršiaus be pažeidimų MK sienelėse, įvairaus dydžio (3.1.-3.2.pav.)

Atliktų eksperimentų kiekis šioms mikrokapsulėms yra $n = 1573$.

$$n = 1573;$$

$$\bar{x} = 1,465 \mu\text{m};$$

$$S = 1,228 \mu\text{m};$$

$$S^2 = 1,660 \mu\text{m}^2;$$

$$V = 83,82\% ;$$

Stjudento kriterijų t_α priimame 1,98, todėl, kad matavimų skaičius didesnis nei 100.

$$\Delta_\alpha = 0,06 \mu\text{m} ;$$

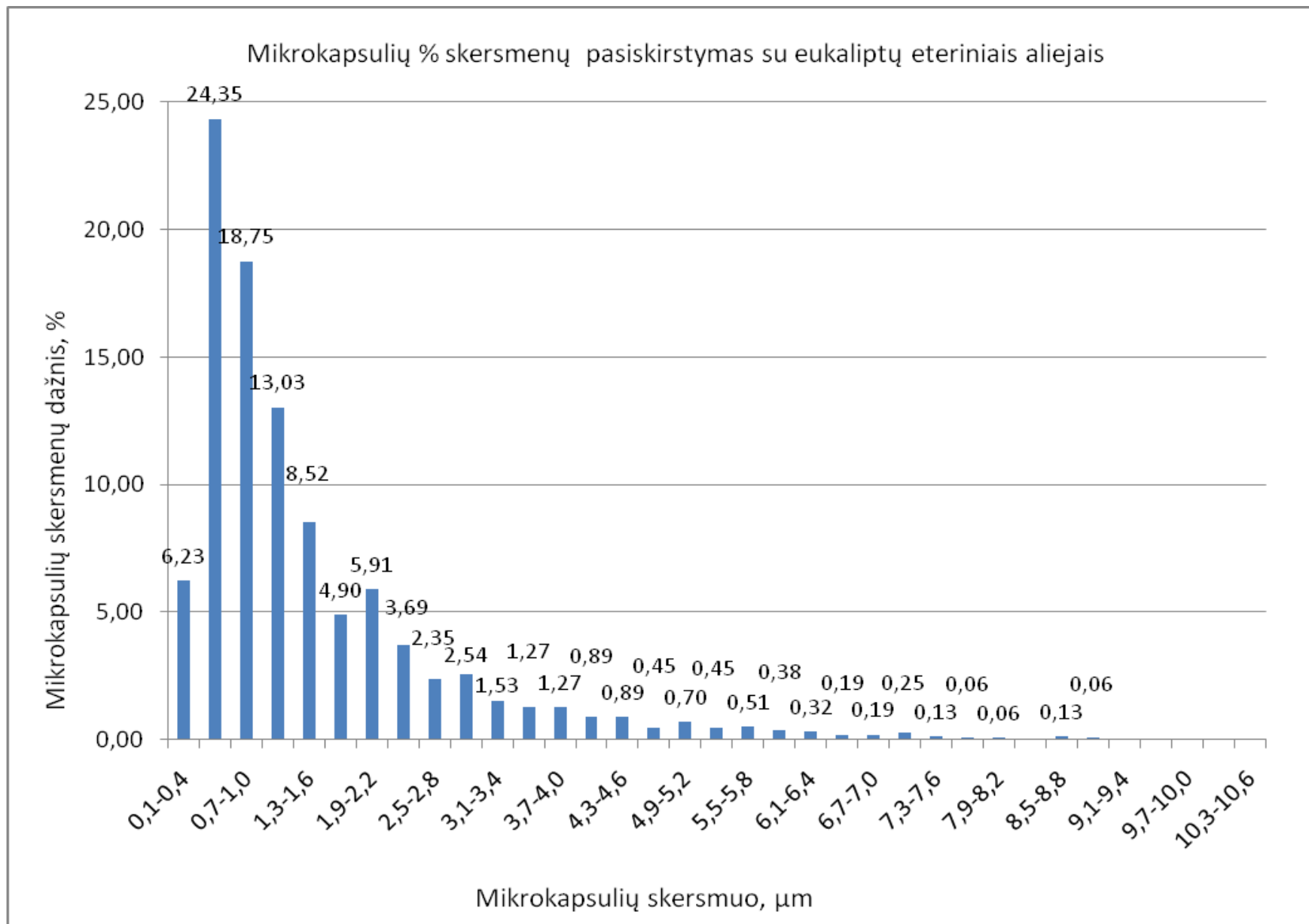
$$\delta_\alpha = 4,10\% ;$$

3.3 pav. pateiktas MK su eukaliptų eteriniais aliejais skersmenų pasiskirstymo diagrama.

Atlikus šį tyrimą nustatyta, kad daugiausia MK, kurių skersmuo intervale: 0,4 iki 0,7 μm , t.y. net 24,35 %. Mažiausiai yra MK, kurių skersmuo 7,9 – 8,2 μm . Pakankamai didelis kiekis MK, kurių skersmuo 0,7 – 1,0 μm . Matyti, kad MK kiekis mažėja, didėjant MK skersmeniui. Diagramoje (3.3. pav) esančios vietos be rezultatų reiškia, kad tokio skersmens MK visai nėra, taigi, nerasta MK, kurių skersmenys būtų: 8,2 – 8,5 μm , 9,1 -10,6 μm

Iš pateiktos diagramos matyti, kad mikrokapsulių skersmens pasiskirstymas yra staiga padidėjantis, po to tolygiai mažėjantis dydis. Galima teigti, kad toks mikrokapsulių pasiskirstymas yra normalinis. Daugiausiai mikrokapsulių yra intervale nuo 0,4 iki 1,3 μm .

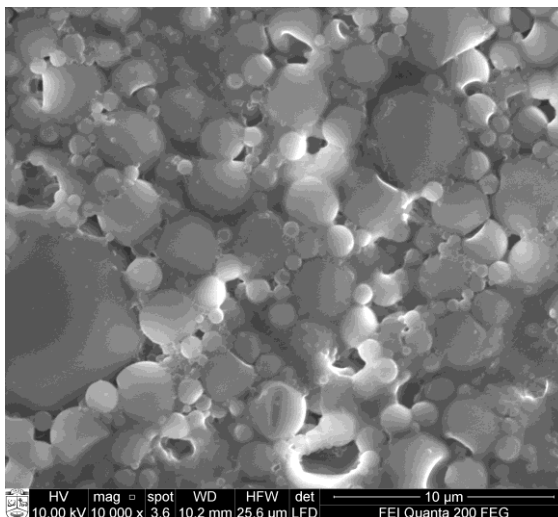
Didžiausio skersmens MK siekia 8,87 μm , mažiausias skersmuo yra 0,194 μm , taigi mikrokapsulių skersmuo skiriasi apie keturiasdešimt penkis kartų.



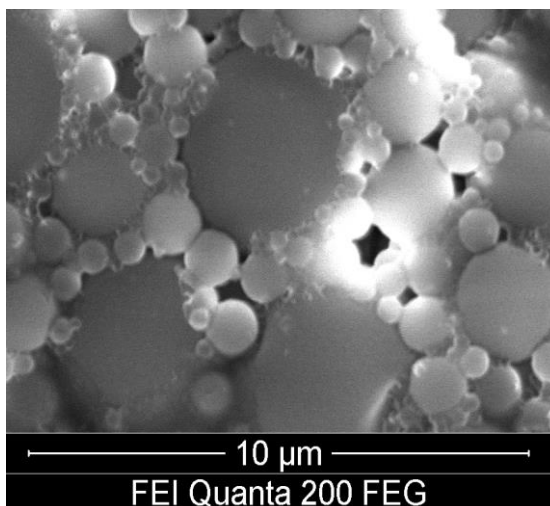
3.3 pav. Mikrokapsulių su eukaliptų eteriniais aliejais skersmenų pasiskirstymo diagrama(gauti rezultatai patenka į reikšmių ribas, kurių apibrėžtis $0,1 \leq x < 0,4$. $0,4 \leq x < 0,7$ ir t.t).

3.1.2. Mikrokapsulių su levandų eteriniu aliejumi skersmens ir jo pasiskirstymo tyrimas

Levandų eteriniais aliejais mikrokapsulių skersmenų matavimai atlikti, išanalizavus 10 SEM nuotraukų. Mikrokapsulės nufotografuotos SEM, ir *Liucia* (VGA versija 5.00 (Čekija)) programa išmatuoti MK skersmenys. 3.4. pav. pateiktas MK su levandų eteriniais aliejais SEM vaizdas.



3.4. pav. Mikrokapsulių nuotrauka su levandų eteriniais aliejais, nufotografuota su SEM (10 000 x didinimas), greitinimo įtampa - 1000kV.



3.5. pav. Levandų mikrokapsulių padidintas vaizdas (SEM), 10 000 x didinimas, greitinimo įtampa – 1000 kV.

3.4.-3.5. paveiksluose MK pasiskirsčiusios tolygiau, mažai pasitaiko didesnio skersmens MK. MK išlaiko taisyklingą sferinę formą, sienelės lygaus paviršiaus be pažeidimų.

Toliau atliekami skaičiavimai mikrokapsulėms su levandų eteriniais aliejais. Atliktų eksperimentų kiekis šioms mikrokapsulėms yra $n = 1729$.

$n = 1729$;

$$\bar{x} = 1,018 \mu\text{m};$$

$$S = 0,796 \mu\text{m};$$

$$S^2 = 0,634 \mu\text{m}^2;$$

$$V = 78,19\%;$$

Stjudento kriterijų t_α priimame 1,98, todėl, kad matavimų skaičius didesnis nei 100.

$$\Delta_\alpha = 0,04 \mu\text{m};$$

$$\delta_\alpha = 3,93\%;$$

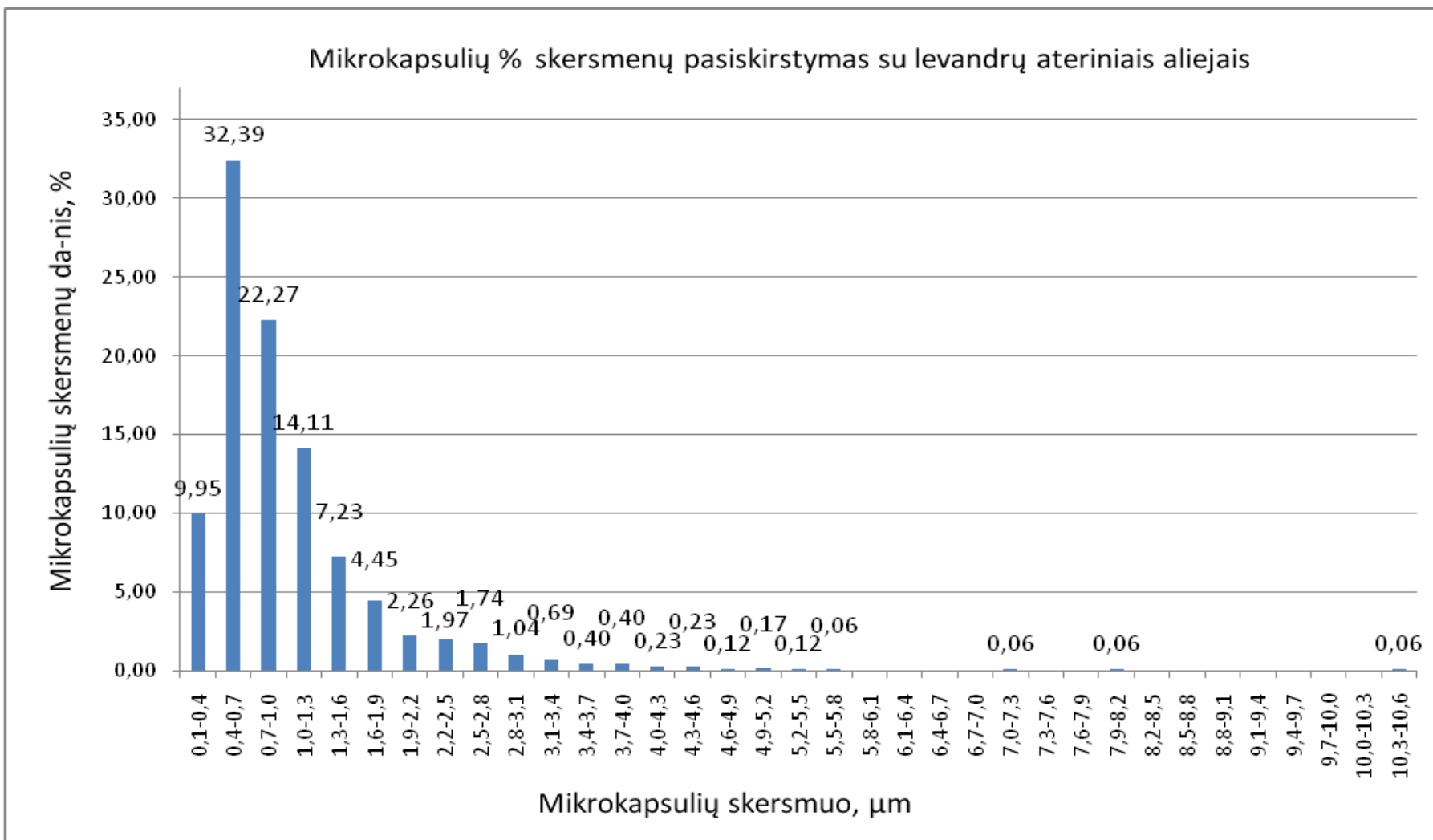
3.4 pav. pateikta Mk su levandų eteriniais aliejais skersmenų pasiskirstymo diagrama.

Atlikus šį tyrimą nustatyta, kad daugiausia MK, kurių skersmuo intervale: 0,4 iki 0,7 μm , t.y. net 32,39 %. Mažiausiai yra MK, kurių skersmuo 7,0 – 7,3, 7,9 – 8,2, 10,3 – 10,6 μm . Jų kiekis siekia tik 0,06 %. Pakankamai didelis kiekis MK, kurių skersmuo 0,7 – 1,0 μm , t.y. 22,27 %. Toliau matyti, kad MK kiekis mažėja didėjant MK skersmeniui ir retai pasitaiko labai didelio skersmens MK.

Daugiausiai mikrokapsulių yra intervale nuo 0,4 iki 1,3 μm . Padidėjimas staigus, o vėliau tolygus mikrokapsulių mažėjimas prasideda nuo 1,6 μm . Toks mikrokapsulių pasiskirstymas atitinka normalinį dėsnį.

Didžiausio skersmens MK yra 8,87 μm , mažiausios skersmens yra 0,148 μm . Tiriant MK morfologiją nustatyta, kad levandų aliejaus MK yra sferinės taisyklingos formos. MK sienelės nepažeistos.

Ištirtos mikrokapsulės, nepriklausomai koks eterinio aliejaus užpildas buvo mikrokapsulėje, išlaiko sferinę formą ir pasižymi panašaus dydžio pasiskirstymu. Abiejų rūšių mikrokapsulių daugiausia yra esant jų skersmens dydžiui 0,4 – 0,7 μm intervale. Tačiau tokio dydžio mikrokapsulių daugiau yra levandų MK, jų sudaro 32,39 % visų levandų MK. Eukaliptų šio dydžio MK sudaro tik 24,35%. Toliau levandų ir eukaliptų MK skersmenų kiekis turi tendenciją mažėti. Matyti, kad didesnio skersmens mikrokapsulių yra mažiau. Didžiausia aptikta levandų mikrokapsulė esanti 10,3 – 10,6 μm intervale, ji sudaro tik 0,06 % visų levandų MK. Eukaliptų didžiausia MK aptikta 8,8 – 9,1 μm intervale, ji sudaro taip pat tik 0,06 % visų eukaliptų MK. Taip pat pastebima, kad levandų MK skersmens dydžio pasiskirstymas vienodesnis, t.y. mažai pasitaikančių didesnio skersmens MK. Šito nematyti eukaliptų MK. Eukaliptų MK didesniu skersmeniu pasitaiko daugiau. 3.3.-3.6. paveikslai pasižymi tendencingu didėjimu ir mažėjimu atitinkantis matematinį dėsnį – pasiskirstymas normalinis. Apie tokio dydžio MK buvimą rasta ir publikacijose [28, 36].

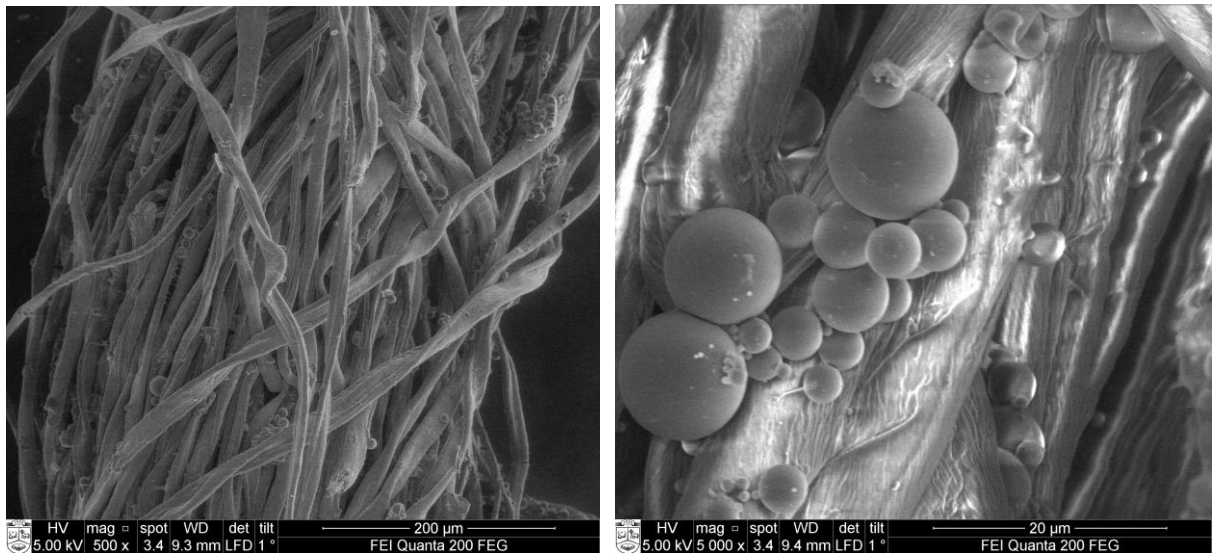


3.6. pav. Mikrokapsulių su levandų eteriniais aliejais skersmenų pasiskirstymo diagrama (gauti rezultatai patenka į reikšmių ribas, kurių apibrėžtis $0,1 \leq x < 0,4$, $0,4 \leq x < 0,7$ ir t.t).

3.2. Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių SEM tyrimo rezultatai

Įterpus eukaliptų mikrokapsules į ramės/ medvilnės kilpinius audinius buvo atlikta šių audinių SEM analizė: 3.7 – 3.8 paveiksle pateiktos medvilnės ir ramės verpalų SEM vaizdai, MK koncentracija – 30g/l, rišiklio koncentracija – 80 g/l. Mikrokapsulės pasiskirsčiusios ant kilpinių audinių siūlų, tarp siūlus sudarančių plaukelių.

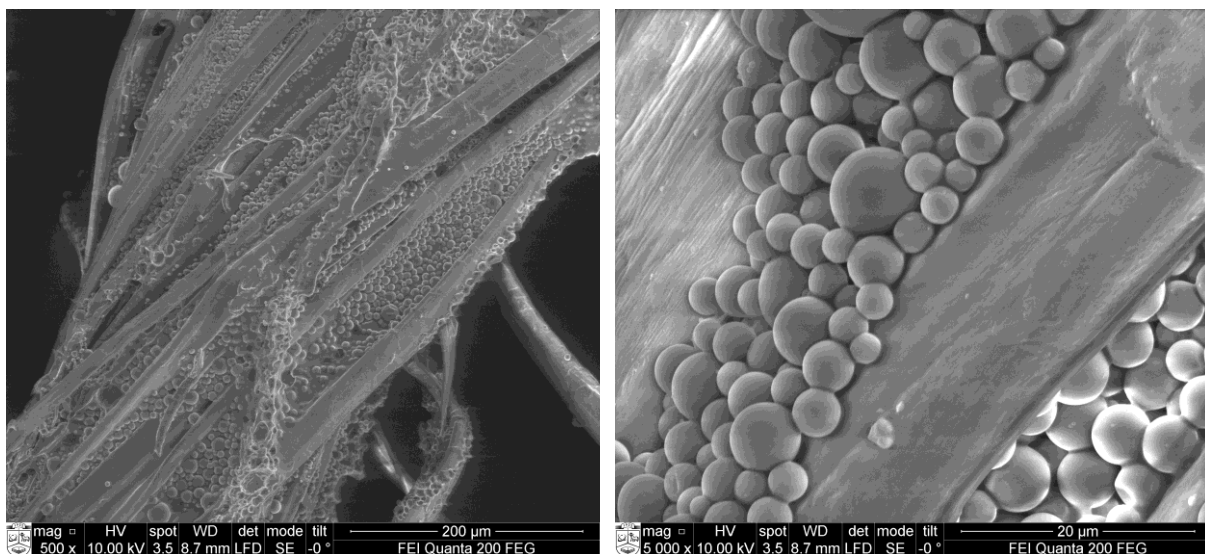
3.7. paveiksle matomas netolygus mikrokapsulių pasiskirstymas, MK prisikabinusios nevienodu kiekiu per visą verpalų plaukelių plotą. Taip yra dėl medvilninių plaukelių paviršiaus, jis yra lygesnio paviršiaus ir MK įsitvirtina tose vietose kur verpalų plaukeliai susisuka sudarydami nelygų paviršių.



3.7. pav. Mikrokapsuliuotų audinių pagrindo siūlų (medvilnės verpalų) SEM nuotraukos, 500 x ir 5 000 x didinimas, greitinimo įtampa – 500 kV.

3.8. paveiksle mikrokapsulės išsidėsčiusios tolygiau ir didesniais kiekiais tai yra dėl ramės plaukelių nevienodo paviršiaus. Ramės plaukeliai turi daug grublėtumo, todėl suteikiamas efektingesnis MK įkibimas į šiuos pluoštus.

3.7.-3.8.paveiksluose matyti MK išlieka sferinės formos. MK morfologijai būdinga: kapsulių sinelės nepažeistos, lygios. Atlikus SEM analizę nustatyta, kad daugiausia MK yra ant ramės verpalų nei medvilnės, esant naudojamoms vienodoms mikrokapsuliacijos sąlygoms.



3.8.pav. Mikrokapsuliuotų audinių kilpinių siūlų (ramės verpalų) SEM nuotraukos, 500 x ir 5 000 x didinimas, greitinimo įtampa – 500kV.

3.3. Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui tyrimas

3.2. lentelėje pateikti mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui rezultatai pagal kurią

3.2. lentelė. Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui rezultatai.

Kilpinio audinio charakteristika	Rišiklio koncentracija, g/l	x, $\text{dm}^3/\text{m}^2\text{s}$	S	S^2	Δa	V, %	δa , %
Pa=8 cm^{-1} , K.a.=6 mm	m1	1029,83	0,98	0,97	1,22	3,19	3,96
	m2	1057,67	1,21	1,47	1,50	3,82	4,75
	m3	1074,37	1,72	2,97	2,14	5,35	6,65
	m4	1063,23	0,98	0,97	1,22	3,09	3,83
	m5	1141,17	0,98	0,97	1,22	2,88	3,57
	m6	1146,73	1,21	1,47	1,50	3,53	4,38
Pa=10 cm^{-1} , K.a.=6 mm	m1	706,97	0,41	0,17	0,51	1,93	2,39
	m2	662,43	0,75	0,57	0,93	3,80	4,71
	m3	690,27	0,52	0,27	0,64	2,50	3,10
	m4	723,67	0,52	0,27	0,64	2,38	2,96
	m5	706,97	1,17	1,37	1,45	5,52	6,85
	m6	679,13	0,52	0,27	0,64	2,54	3,15
Pa=12 cm^{-1} , K.a.=6 mm	m1	656,87	1,03	1,07	1,28	5,25	6,52
	m2	651,30	0,84	0,70	1,04	4,29	5,32
	m3	668,00	0,63	0,40	0,78	3,16	3,92
	m4	662,43	0,41	0,17	0,51	2,06	2,55
	m5	634,60	1,10	1,20	1,36	5,77	7,16
	m6	645,73	0,82	0,67	1,01	4,22	5,24

3.2. lentelės tęsinys

Pa=14 cm ⁻¹ , K.a.=6 mm	m1	350,70	0,55	0,30	0,68	5,22	6,47
	m2	300,60	0,63	0,40	0,78	7,03	8,72
	m3	328,43	0,98	0,97	1,22	10,00	12,41
	m4	356,27	0,52	0,27	0,64	4,84	6,01
	m5	328,43	0,41	0,17	0,51	4,15	5,15
	m6	328,43	0,75	0,57	0,93	7,66	9,50
Pa=16 cm ⁻¹ , K.a.=6 mm	m1	244,93	0,52	0,27	0,64	7,04	8,74
	m2	233,80	0,63	0,40	0,78	9,04	11,21
	m3	228,23	0,75	0,57	0,93	11,02	13,67
	m4	239,37	0,75	0,57	0,93	10,50	13,04
	m5	256,07	0,52	0,27	0,64	6,74	8,36
	m6	233,80	0,63	0,40	0,78	9,04	11,21

3.16 pav. pateikta mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui priklausomybė nuo rišiklio koncentracijos ir ataudų tankumo, esant pastoviam kilpos aukščiui 6 mm. Kiekvieno kilpinio audinio, pagal jo ataudų tankumą, maksimali ir minimali reikšmė priklausomai nuo rišiklio koncentracijos:

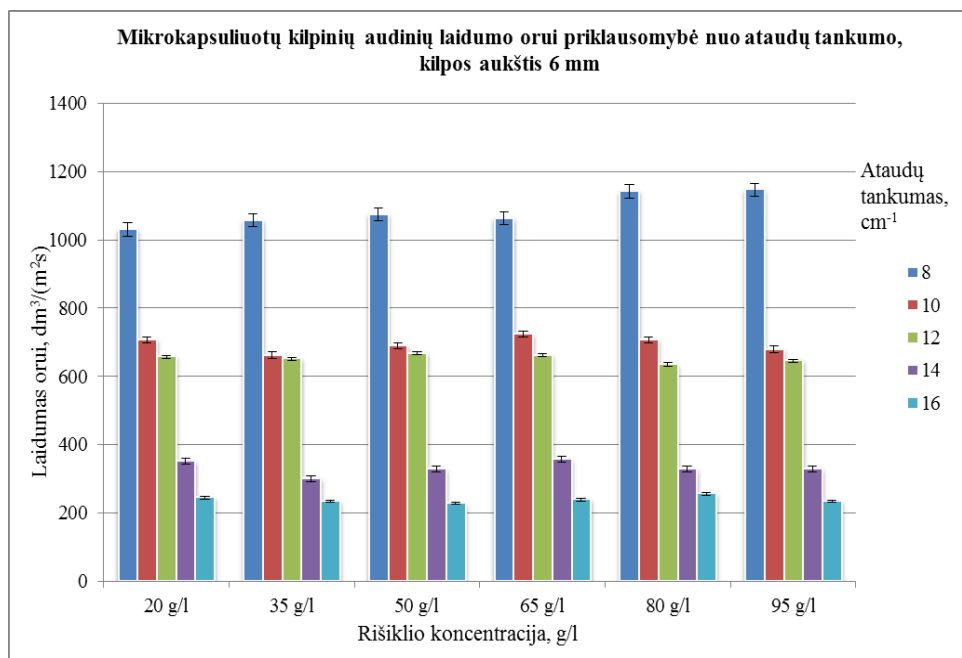
8 cm⁻¹ – 1146,73 dm³/m²s (95 g/l) ir 1029, 83 dm³/m²s (20 g/l);

10 cm⁻¹ – 723,67 dm³/m²s (65 g/l) ir 662,43 dm³/m²s (35 g/l);

12 cm⁻¹ – 668 dm³/m²s (50 g/l) ir 634,6 dm³/m²s (80 g/l);

14 cm⁻¹ – 356,27 dm³/m²s (65 g/l) ir 300,6 dm³/m²s (35 g/l);

16 cm⁻¹ – 256,07 dm³/m²s (80 g/l) ir 228, 23 dm³/m²s (50 g/l).

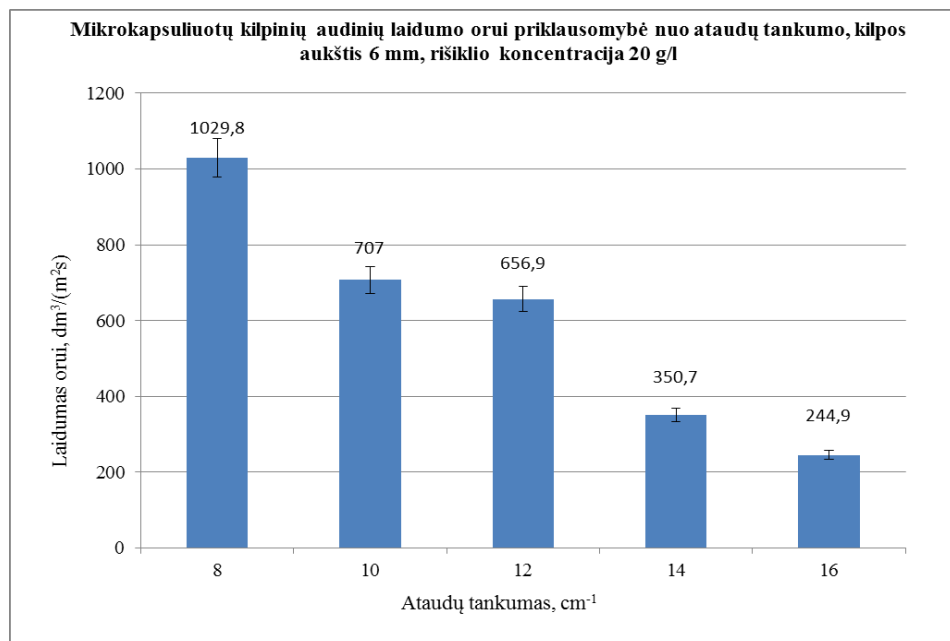


3.9. pav. Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui priklausomybė nuo ataudų tankumo ir koncentracijos, esant pastoviam kilpos aukščiui 6 mm.

Norint sužinoti, kurių kilpinių audinių laidumo orui reikšmės kito mažiausiai, kintant užnešamo rišiklio koncentracijai, apskaičiuotos kiekvieno kilpinio audinio didžiausios reikšmės atžvilgiu procentinis pokytis su mažiausia. Gautos reikšmės: 8 cm^{-1} – 10 %, 10 cm^{-1} – 8,4 %, 12 cm^{-1} – 5 %, 14 cm^{-1} – 15 %, 16 cm^{-1} – 10,8 %. Iš gautų duomenų matyti, kad stabiliausiai išsilaikė laidumas orui kilpinio audinio, kai ataudų tankumas 12 cm^{-1} . Visų kitų rūšių kilpinių audinių laidumo orui kitimas statistiškai reikšmingas.

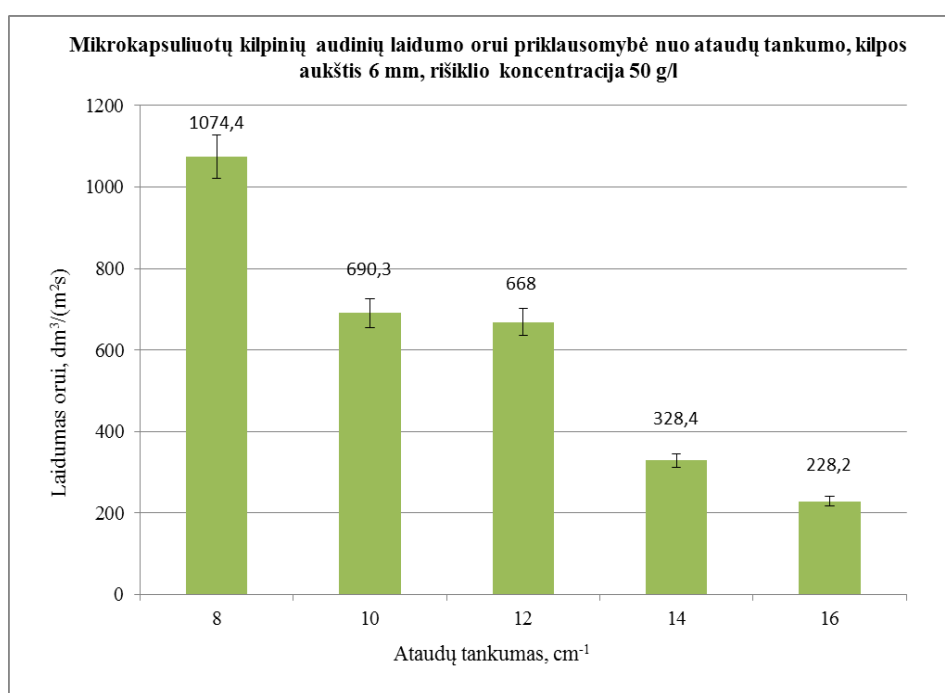
Matyti, kad visų kilpinių audinių laidumo orui reikšmės nežymiai didėja, didėjant rišiklio koncentracijai. Bet šis didėjimas yra skirtingas, esant skirtingam ataudų tankumui. Didžiausios reikšmės gaunamos, esant rišiklio koncentracijai 65 – 80 g/l.

Pasirinktos trys rišiklio koncentracijos 20, 50 ir 95 g/l ir analizuotos plačiau. 3.10. paveiksle matomas proporcingas laidumo orui mažėjimas, didėjant ataudų tankumui. Iš diagramos matyti, kad didžiausias laidumas orui yra kilpinio audinio, kurio ataudų tankumas 8 cm^{-1} . Vertinant kilpinio audinio, kurio ataudų tankumas 8 cm^{-1} atžvilgiu, pokytis tarp kitų kilpinių audinių turinčių ataudų tankumus: 10 cm^{-1} – 31,34 %, 12 cm^{-1} – 36,21 %, 14 cm^{-1} yra tris kartus mažesnis, 16 cm^{-1} yra keturis ir dviem dešimtosiomis karto mažesnis. Todėl galime teigti, kad jo reikšmė su kitomis lyginamomis reikšmėmis statistiškai reikšmingos. Statistiškai nereikšmingais laidumo orui pokyčiais galime laikyti kilpinius audinius, kurių ataudų tankumas 10 cm^{-1} ir 12 cm^{-1} , tuo tarpu, kai ataudų tankumas 14 cm^{-1} ir 16 cm^{-1} , laidumo orui pokytis yra statistiškai reikšmingas.



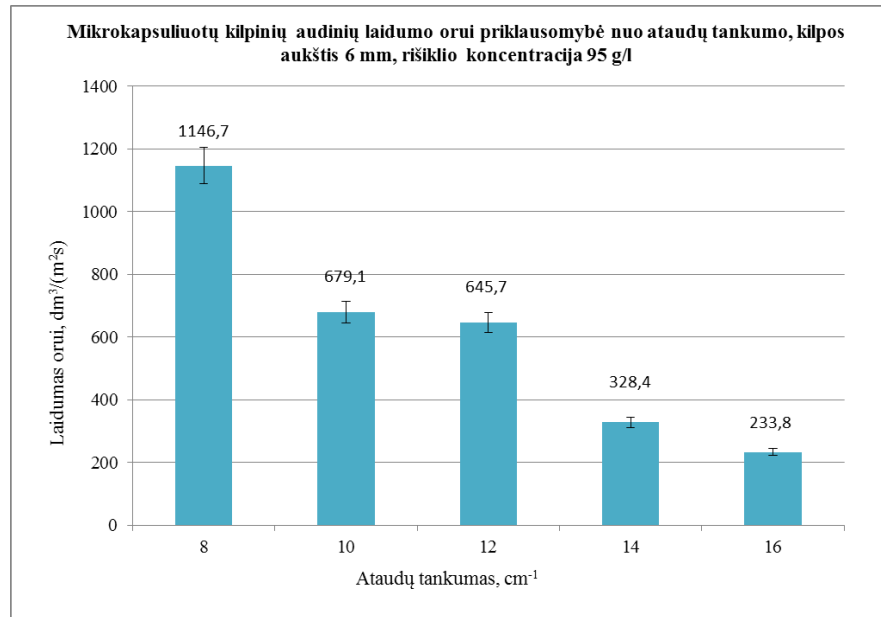
3.10. pav. Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui priklausomybė nuo ataudų tankumo, k.a. = 6 mm, rišiklio koncentracija 20 g/l.

3.11. paveiksle pastebima panaši tendencija, kaip ir 3.10. paveiksle. Didėjant ataudų tankumui, mažėja laidumo orui reikšmės. Vertinant kilpinio audinio laidumo orui rodiklį ataudų tankumu 8 cm^{-1} atžvilgiu pokytis tarp kitų kilpinių audinių turinčių ataudų tankumus: 10 cm^{-1} – 35,75 %, 12 cm^{-1} – 37,82 %, 14 cm^{-1} yra trim ir dviem dešimtosiomis mažesnis, 16 cm^{-1} yra keturiais ir septyniom dešimtosiomis karto mažesnis. Todėl galime teigti, kad jo reikšmė su kitomis lyginamomis reikšmėmis statistiškai reikšmingos. Statistiškai nereikšmingais laidumo orui pokyčiais galime laikyti kilpinius audinius, kurių ataudų tankumas 10 cm^{-1} ir 12 cm^{-1} . Tuo tarpu laidumo orui pokyčiais galime laikyti kilpinius audinius statistiškai reikšmingais, esant ataudų tankumui 14 cm^{-1} ir 16 cm^{-1} .



3.11. pav. Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui priklausomybė nuo ataudų tankumo, k.a. = 6 mm, rišiklio koncentracija 50 g/l.

3.12. paveiksle išlieka ta pati tendencija kaip, 3.10. ir 3.11. paveiksle. Didėjant ataudų tankumui, mažėja laidumo orui reikšmės. Vertinant kilpinio audinio ataudų tankumu 8 cm^{-1} atžvilgiu minimalus ir maksimalus pokytis tarp kitų kilpinių audinių yra: 10 cm^{-1} – 40,7 %, 16 cm^{-1} yra keturis ir devyniom dešimtosiom karto mažesnis. Todėl galime teigti, kad jo reikšmė su kitomis lyginamomis reikšmėmis statistiškai reikšmingos. Kaip 3.10. ir 3.11. paveiksluose kilpiniai audiniai ataudų tankumais 10 cm^{-1} ir 12 cm^{-1} laidumo orui pokyčiais galime vertinti statistiškai nereikšmingais, tuo tarpu laidumo orui pokyčiais kilpiniai audiniai ataudų tankumais 14 cm^{-1} ir 16 cm^{-1} yra statistiškai reikšmingi.



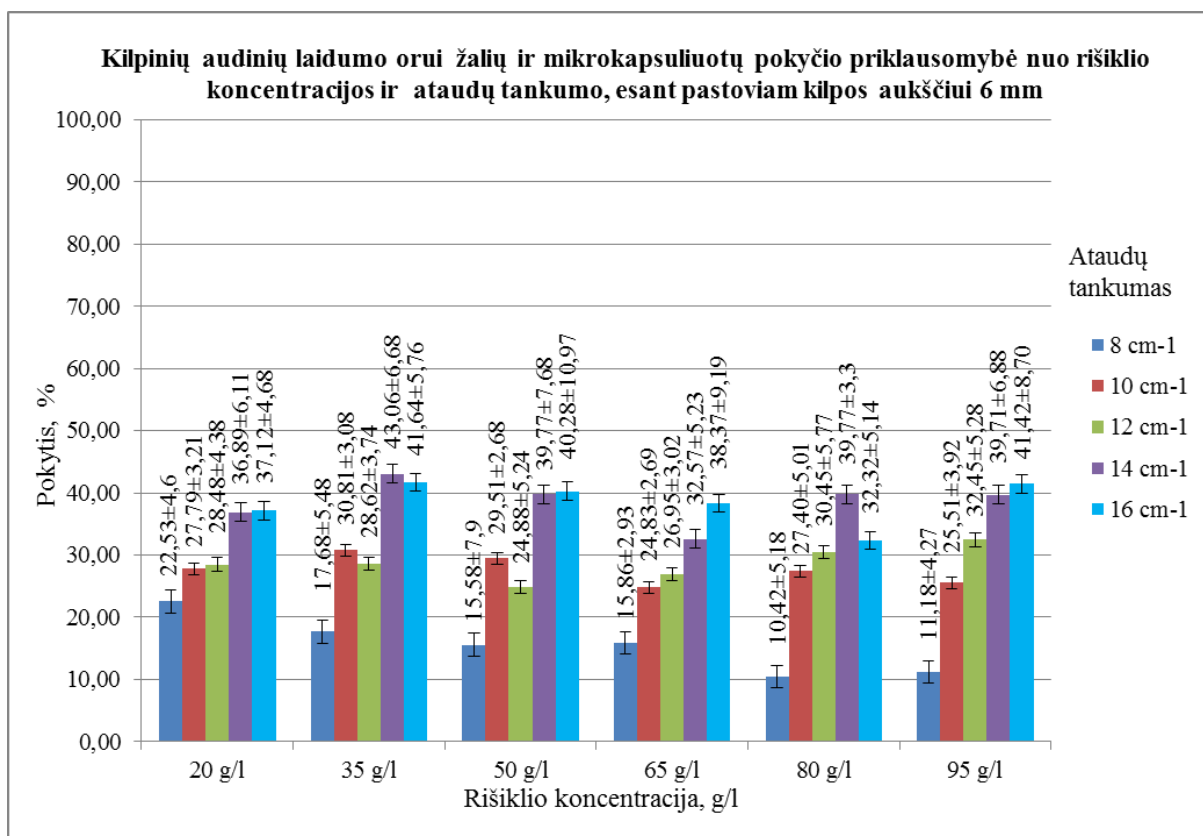
3.12. pav. Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui priklausomybė nuo ataudų tankumo, k.a. = 6 mm, rišiklio koncentracija 95 g/l.

3.4. Žalių ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui pokyčio analizė

3.13. paveiksle matyti laidumo orui žalių ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių pokyčio priklausomybė nuo rišiklio koncentracijos ir ataudų tankumo. Atlikus žalių ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui palyginimą nustatyta, kad laidumas orui sumažėjo priklausomai nuo ataudų tankumo:

- 8 cm⁻¹ : nuo 22,53 % (rišiklio konc. 20 g/l) iki 10,42 % (rišiklio konc. 80 g/l);
- 10 cm⁻¹ : nuo 30,81 % (rišiklio konc. 35 g/l) iki 24,83 % (rišiklio konc. 65 g/l);
- 12 cm⁻¹ : nuo 32,45 % (rišiklio konc. 95 g/l) iki 24,88 % (rišiklio konc. 50 g/l);
- 14 cm⁻¹ : nuo 43,06 % (rišiklio konc. 35 g/l) iki 32,57 % (rišiklio konc. 65 g/l);
- 16 cm⁻¹ : nuo 41,64 % (rišiklio konc. 35 g/l) iki 32,32 % (rišiklio konc. 80 g/l).

Pagal esamas pokyčių reikšmes, apskaičiuotas pokytis tarp didžiausios ir mažiausios reikšmės: 8 cm⁻¹ – 50 %, 10 cm⁻¹ – 19,4 %, 12 cm⁻¹ – 23,32 %, 14 cm⁻¹ – 18,1 %, 16 cm⁻¹ – 22,38 %. Mažiausias pokytis tarp esamų laidumo orui reikšmių vienodam ataudų tankumui matomas kilpinių audinių 10 cm⁻¹ ir 14 cm⁻¹, todėl galime vertinti, kad laidumo orui pokytis statistiškai nepriklausomas nuo rišiklio koncentracijos. Kitų ataudų tankumų kilpiniai audiniai laidumo orui pokyčiai yra statistiškai reikšmingi. Didžiausias pokytis gautas iš visų kilpinių audinių - 43,06 %, esant rišiklio koncentracijai 35 g/l, ataudų tankumui 14 cm⁻¹, mažiausias - 10,42 %, esant rišiklio koncentracijai 80 g/l, ataudų tankumui 8 cm⁻¹.



3.13. pav. Žalių ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo pokyčio priklausomybė nuo rišiklio koncentracijos ir ataudų tankumo, esant pastoviam kilpos aukščiui 6 mm.

3.5. Mikrokapsuliuotų audinių paviršinio tankio analizė

Šiai analizei panaudoti kilpiniai audiniai, kurių kilpos aukštis 6 mm, o ataudų tankumai: 8 – 16 cm⁻¹. 3.3. lentelėje apskaičiuoti reikšmių vidurkiai, dispersija, santykinė ir absoliučioji paklaida ir kt.

3.3 lentelė. Žalių ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių išmatuoti paviršiniai tankiai ir apskaičiuoti statistiniai duomenys.

Kilpinio audinio charakteristika	Rišiklio konc., g/l	x, g/m ²	S	S ²	Δa	V, %	δa, %
Pa=8 cm ⁻¹ , K.a.=6 mm	m1	310,10	14,56	211,94	15,27	4,69	4,92
	m2	328,96	14,04	197,14	14,73	4,27	4,48
	m3	326,25	11,05	122,19	11,60	3,39	3,55
	m4	334,69	21,06	443,40	22,09	6,29	6,60
	m5	335,21	8,67	75,10	9,09	2,59	2,71
	m6	365,52	19,42	377,10	20,37	5,31	5,57
Pa=10 cm ⁻¹ , K.a.=6 mm	m1	250,31	3,93	15,43	4,12	1,57	1,65
	m2	261,04	9,23	85,26	9,69	3,54	3,71
	m3	266,77	19,04	362,41	19,97	7,14	7,49

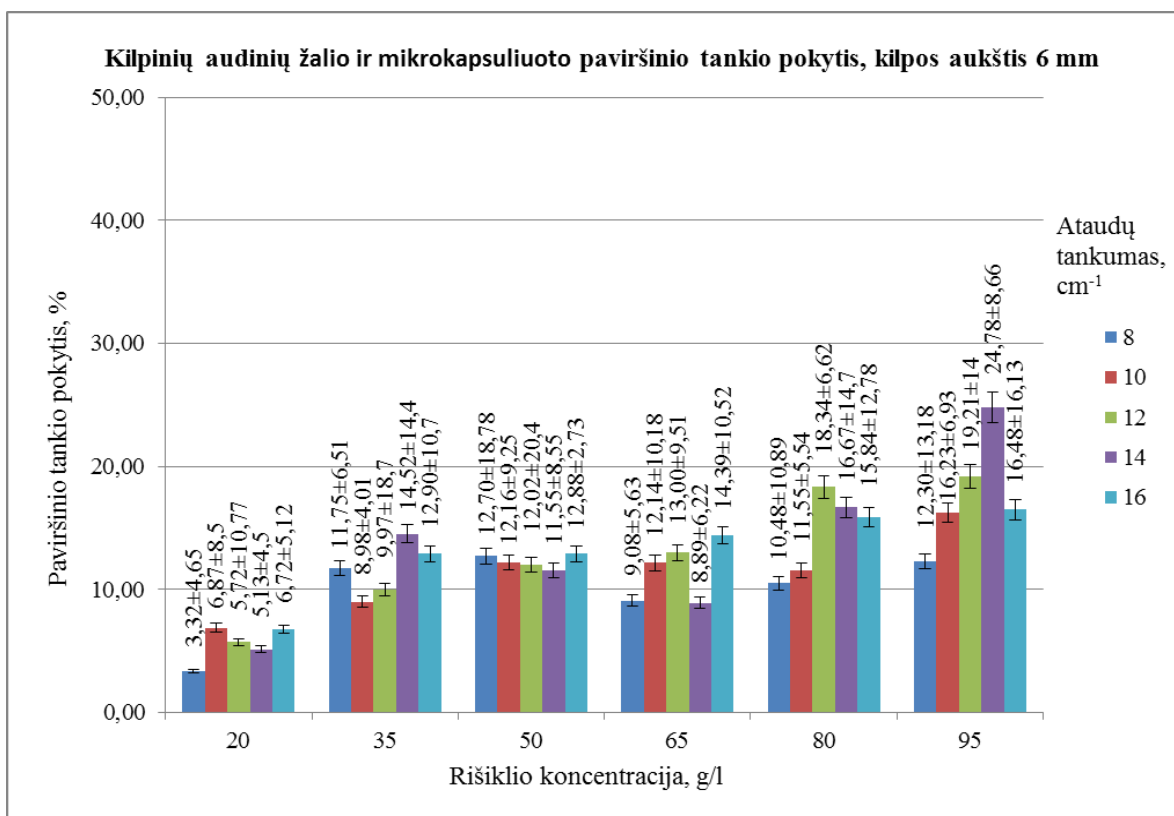
3.3. lentelės tęsinys

	m4	264,58	5,03	25,26	5,27	1,90	1,99
	m5	268,85	13,76	189,44	14,44	5,12	5,37
	m6	271,25	17,93	321,41	18,81	6,61	6,93
Pa=12 cm ⁻¹ , K.a.=6 mm	m1	311,79	20,56	422,88	21,57	6,60	6,92
	m2	326,22	39,51	1561,01	41,44	12,11	12,70
	m3	319,78	40,14	1610,96	42,10	12,55	13,17
	m4	320,71	18,32	335,71	19,22	5,71	5,99
	m5	344,48	22,88	523,66	24,00	6,64	6,97
	m6	335,22	20,31	412,70	21,31	6,06	6,36
Pa=14 cm ⁻¹ , K.a.=6 mm	m1	457,71	17,90	320,57	18,78	3,91	4,10
	m2	502,08	21,37	456,67	22,42	4,26	4,46
	m3	480,10	24,59	604,60	25,79	5,12	5,37
	m4	483,65	21,06	443,66	22,09	4,36	4,57
	m5	493,85	34,32	1177,72	36,00	6,95	7,29
	m6	503,96	15,74	247,76	16,51	3,12	3,28
Pa=16 cm ⁻¹ , K.a.=6 mm	m1	417,19	21,74	472,77	22,81	5,21	5,47
	m2	473,96	24,65	607,45	25,85	5,20	5,45
	m3	448,23	31,26	977,41	32,79	6,97	7,32
	m4	427,29	14,13	199,64	14,82	3,31	3,47
	m5	462,08	32,94	1084,95	34,55	7,13	7,48
	m6	484,69	22,38	500,90	23,48	4,62	4,84

Žalių ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių paviršinio tankio pokytis pateiktas 3.14. paveiksle. Matyti, kad didėjant rišiklio koncentracijai, didėja audinių paviršinis tankis, šis dydis didėja tolygiai. Rastas mažiausias ir didžiausias kilpinių audinių paviršinio tankio pokytis, kai rišiklio koncentracija 20 g/l kilpinių audinių paviršinis tankis padidėja 3,32 – 6,87 %, tuo tarpu didžiausias paviršinio tankio pokytis matomas, esant rišiklio koncentracijai 95 g/l, kuri padidėja 12,30 – 24,78 %. Galime teigti, kad užnešant rišiklio nuo 35 g/l iki 65 g/l, paviršinio tankio pokytis padidėjimas gaunamas panašus. Naudojant 80 g/l koncentracijos rišiklį ir daugiau, visų kilpinių audinių paviršinis tankis didėja statistiškai reikšmingai. Atlikus žalių ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių paviršinio tankio palyginimą nustatyta, kad paviršinis tankis padidėjo priklausomai nuo rišiklio koncentracijos:

- 8 cm⁻¹ : nuo 3,32 % (rišiklio konc. 20 g/l) iki 12,70 % (rišiklio konc. 50 g/l);
- 10 cm⁻¹ : nuo 6,87 % (rišiklio konc. 20 g/l) iki 16,23 % (rišiklio konc. 95 g/l);
- 12 cm⁻¹ : nuo 5,72 % (rišiklio konc. 20 g/l) iki 18,34 % (rišiklio konc. 80 g/l);
- 14 cm⁻¹ : nuo 5,13 % (rišiklio konc. 20g/l) iki 24,78 % (rišiklio konc. 95 g/l);
- 16 cm⁻¹ : nuo 6,72 % (rišiklio konc. 20 g/l) iki 16,48 % (rišiklio konc. 95 g/l).

Didžiausias paviršinio tankio pokytis - 24,78 % (rišiklio konc. 95 g/l, ataudų tankumas 14 cm⁻¹), mažiausias - 3,32 % (rišiklio konc. 20 g/l, ataudų tankumas 8 cm⁻¹).



3.14. pav. Kilpinių audinių žalio ir mikroapsuliuoto paviršinio tankio pokytis, kilpos aukštis 6 mm.

3.6. Mikroapsuliuotų kilpinių audinių rodiklių matematinė analizė

Mikroapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui matematinė analizė

Kilpiniams audiniams atlikta laidumo orui matematinė analizė, priklausoma nuo rišiklio koncentracijos naudojant skirtingus kilpinių audinių ataudų tankumus.

3.4. lentelė. Mikroapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui matematinės analizės rezultatai.

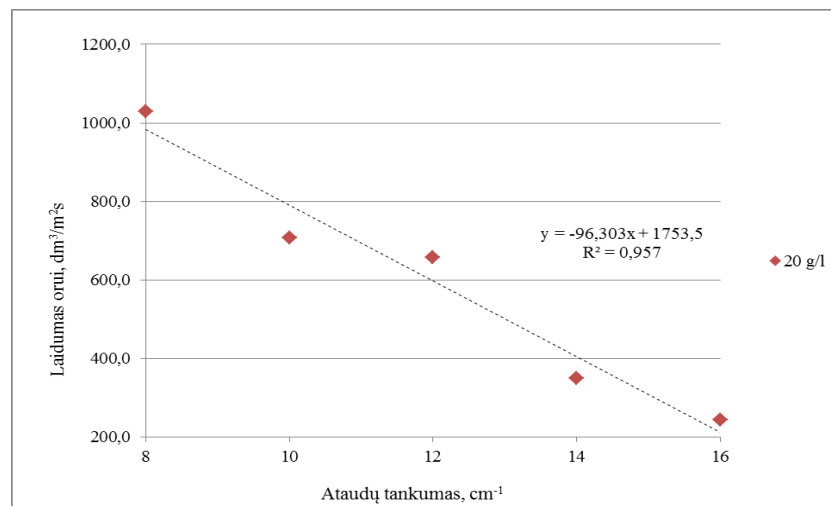
Rišiklio konc., g/L	Apskaičiuotas		Apskaičiuotas	
	Kočreno kriterijus	Dispersijų vienaarūšiškumas	Fišerio kriterijus	Informatyvumas
20	0,0147		6,00	
35	0,0179	Dispersijos – vienaarūšės, nes $G < G_{lent}$	6,00	Modelis informatyvus, $F > F_{lent}$
50	0,0352		5,98	
65	0,0123		6,01	
80	0,0147		6,00	

3.4. lentelės tęsinys

95	0,0153	6,01
Lentelinis Kočreno kriterijus: 0,5063		
Lentelinis Fišerio kriterijus: 5,05		

Atlikus matematinę analizę gauta, kad naudojant rišiklio koncentracijas 20 – 95 g/l, pagal ataudų tankumus laidumo orui reikšmių dispersijos vienaarūšės, o eksperimentas - informatyvus. Tyrimai rodo, kad egzistuoja ryšys tarp laidumo orui rodiklio ir ataudų tankumo, keičiant rišiklio koncentracijas. Naudojant skirtingas rišiklio koncentracijas, gautos Kočreno reikšmės $G = 0,0123 - 0,0352$. G_{lent} lygi 0,5063. Apskaičiuotos reikšmės atitinka sąlygą: $G < G_{lent}$. Kadangi gautos dispersijos vienaarūšės, tikrinamas modelio indormatyvumas pagal Fišerio kriterijų. Gautos Fišerio kriterijaus reikšmės $F = 5,98 - 6,01$. F_{lent} lygi 5,05. Kad modelis būtų informatyvus, turi būti tenkinama sąlyga: $F > F_{lent}$. Kadangi skaičiavimai parodė, kad ši sąlyga tenkinama, modelis - informatyvus. Kadangi modelis informatyvus buvo sudaryta lygtis tarp kilpinių audinių ataudų tankumo ir šių audinių laidumo orui reikšmių. Lygties atitikimo eksperimentiniams taškams įvertinti apskaičiuotas apibrėžties koeficientas.

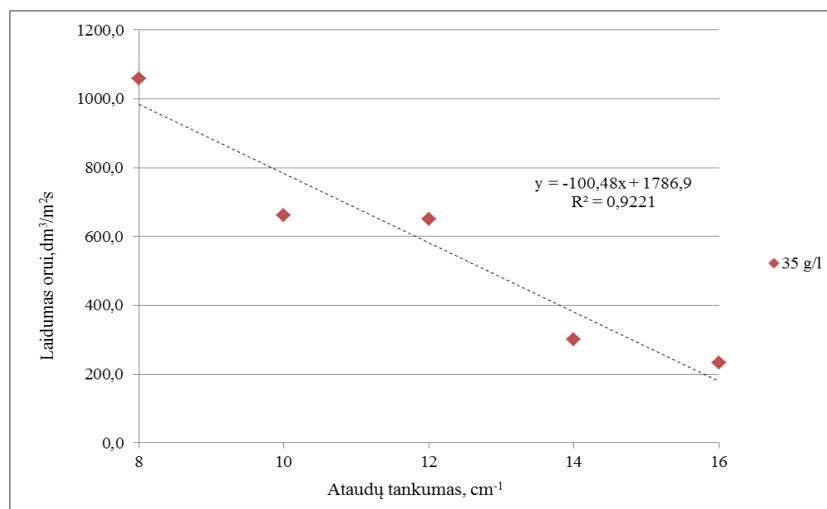
Esant rišiklio koncentracijai 20 g/l, tiesinės lygties priklausomybė pavaizduota grafiškai (3.15. pav). Matyti, kad taškai yra pasiskirstę tolygiai. Gauta tiesinė lygtis ir apibrėžties koeficientas. Gautas apibrėžties koeficientas $R^2 = 0,957$, kuris artimas vienetui, todėl galima teigti, kad tirtas rodiklis tikrai kinta pagal pasirinktą lygtį.



3.15. pav. Kilpinių audinių tiesinės lygties priklausomybė nuo ataudų tankumo ir laidumo orui reikšmių, rišiklio koncentracija 20 g/l.

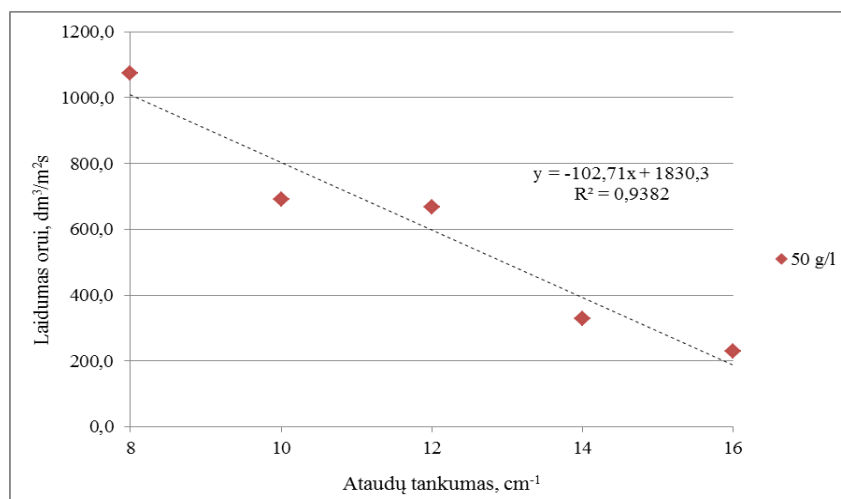
Esant rišiklio koncentracijai 35 g/l pavaizduota tiesinės lygties priklausomybė (3.16. pav) nuo ataudų tankumo ir laidumo orui reikšmių. Matyti, kad taškai yra išsidėstę tolygiai. Gauta tiesinė

lygtis ir apibrėžties koeficientas. Apibrėžties koeficientas $R^2 = 0,9221$ yra artimas vienetui, todėl galima teigti, kad tirtas rodiklis kinta pagal pasirinktą lygtį.



3.16. pav. Kilpinių audinių tiesinė lygties priklausomybė nuo ataudų tankumo ir laidumo orui reikšmių, rišiklio koncentracija 35 g/l.

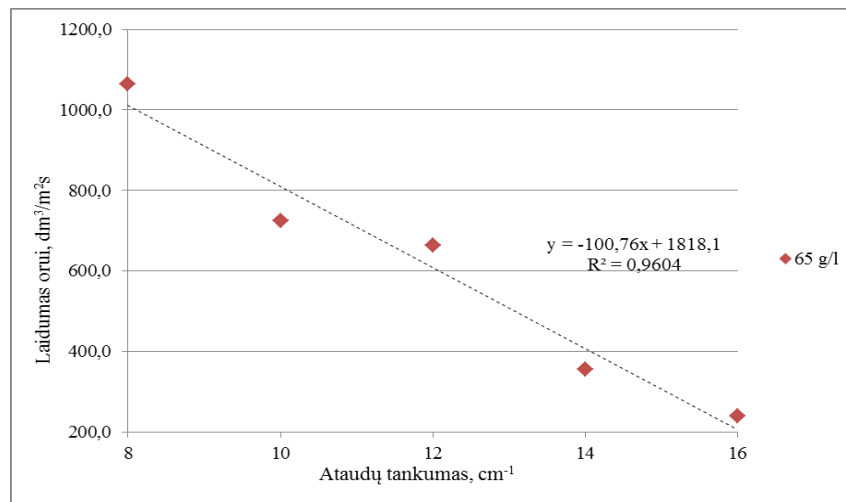
Esant rišiklio koncentracijai 50 g/l, pavaizduota tiesinės lygties priklausomybė (3.17. pav) grafiškai. Apibrėžties koeficientas ($R^2 = 0,9382$) yra artimas vienetui, todėl galima teigti, kad tirtas rodiklis kinta pagal pasirinktą lygtį.



3.17. pav. Kilpinių audinių tiesinė lygties priklausomybė nuo ataudų tankumo ir laidumo orui reikšmių, rišiklio koncentracija 50 g/l.

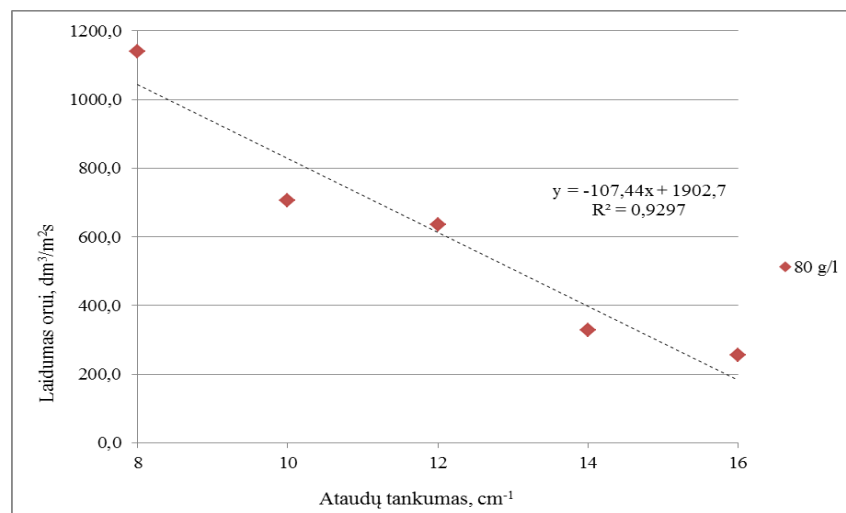
Naudojant rišiklio koncentraciją 65 g/l, pavaizduota tiesinės lygties priklausomybė (3.18. pav) nuo ataudų tankumo ir laidumo orui reikšmių. Taškai išsidėstę tolygiai, todėl galime vertinti, kad eksperimentinių taškų sklaida labai maža. Gauta tiesinė lygtis ($y = -102,71x + 1830,3$) ir apibrėžties koeficientas ($R^2 = 0,9604$). Apibrėžties koeficientas gautas labai artimas vienetui, tai patvirtina

teiginį, kad eksperimentinių taškų sklaida maža. Iš to galima teigti, kad tirtas rodiklis kinta pagal pasirinktą lygtį ir galime naudoti rodiklio prognozavimui.



3.18. pav. Kilpinių audinių tiesinė lygties priklausomybė nuo ataudų tankumo ir laidumo orui reikšmių, rišiklio koncentracija 65 g/l.

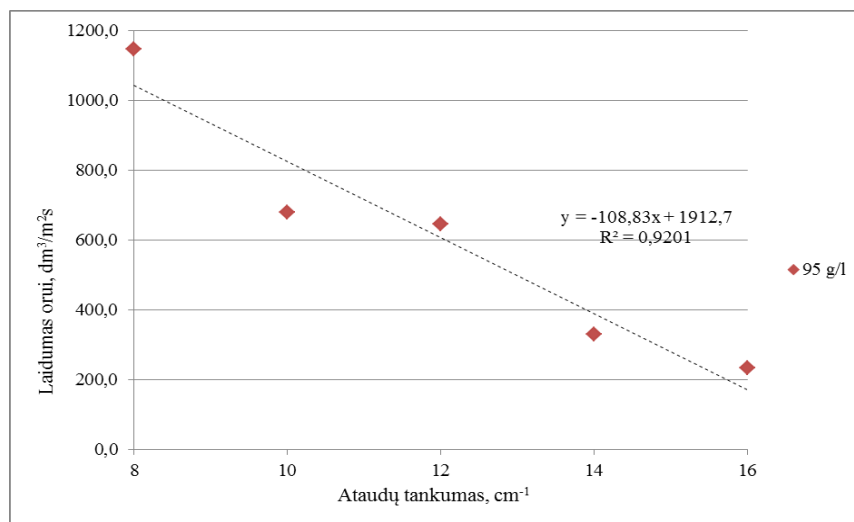
3.19. paveiksle taipogi pavaizduota tiesinės lygties priklausomybė (3.19. pav) nuo ataudų tankumo ir laidumo orui reikšmių, esant rišiklio koncentracijai 80 g/l. Taškai išsidėstę taip pat tolygiai kaip 3.15. ir 3.18. paveiksluose. Gauta tiesinė lygtis ir apskaičiuotas apibrėžties koeficientas, kuris yra $R^2 = 0,9297$. Gautas apibrėžties koeficientas artimas vienetui, todėl galime vertinti, kad tirtas rodiklis kinta pagal pasirinktą lygtį: $y = -100,76x + 1818,1$.



3.19. pav. Kilpinių audinių tiesinė lygties priklausomybė nuo ataudų tankumo ir laidumo orui reikšmių, rišiklio koncentracija 80 g/l.

3.20. paveiksle pavaizduota tiesinės lygties priklausomybė, esant rišiklio koncentracijai 95 g/l. Matomas minimalus taškų išsibarstymas nuo tiesės. Kadangi modelis informatyvus, gauta tiesinė lygtis ir apibrėžties koeficientas ($R^2 = 0,9201$). Yra tenkinama sąlyga: apibrėžties koeficientas

artimas vienetui. Todėl galime vėl patvirtinti, kad tirtas rodiklis tikrai kinta pagal pasirinktą lygtį ir galima naudoti rodiklio prognozavimui.



3.20. pav. Kilpinių audinių tiesinė lygties priklausomybė nuo ataudų tankumo ir laidumo orui reikšmių, rišiklio koncentracija 95 g/l.

Apibendrinant galime teigti, kad yra ryšys tarp kilpinių audinių ataudų tankumo ir laidumo orui, fiksuojant skirtingą kiekį rišiklio. Gautos apibrėžties reikšmės $R^2 = 0,9604 - 0,9201$ artimos vienetui, eksperimentinių taškų sklaida maža, todėl galime teigti, kad empirinės lygtys atitinka eksperimentinius rezultatus, t.y. parodo kad laidumas orui tikrai kinta pagal pasirinktas lygtis. Priklausomybė gali būti naudojama rodiklio prognozavimui.

Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių paviršinio tankio matematinė analizė

Kilpiniams audiniams atlikta paviršinio tankio matematinė analizė, priklausoma nuo rišiklio koncentracijos, esant skirtingiems kilpinių audinių ataudų tankumams.

3.5. lentelė. Mikrokapsuliuotų kilpinių audinių paviršinio tankio matematinės analizės rezultatai.

Rišiklio		Apskaičiuotas		
konc., g/L	Apskaičiuotas Kočreno kriterijus	Dispersijų vienarūšiškumas	Fišerio kriterijus	Informatyvumas
20	0,0754	Dispersijos – vienarūšės, nes $G < G_{lent}$	5,80	Modelis informatyvus, $F > F_{lent}$
35	0,0641		5,72	
50	0,1298		5,53	
65	0,0667		5,81	

3.5. lentelės tęsinys.

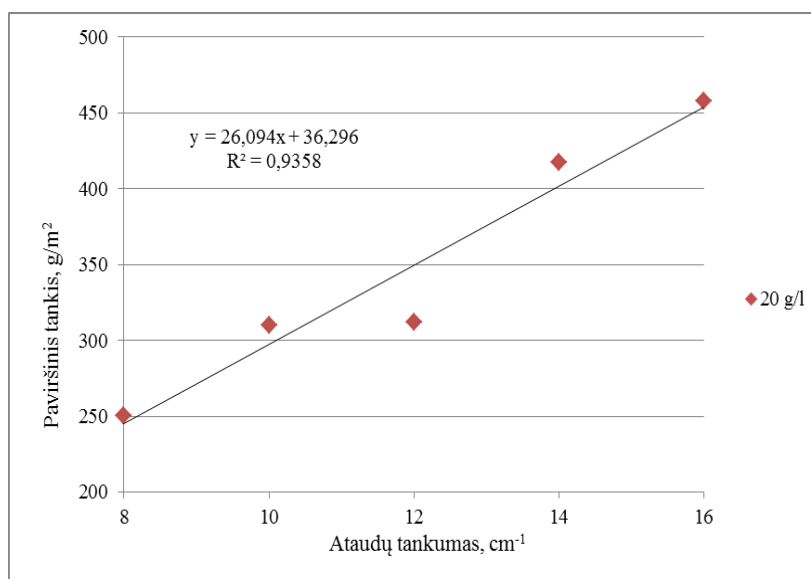
80	0,1504	5,64
95	0,0588	5,81

Lentelinis Kočreno kriterijus: 0,5063

Lentelinis Fišerio kriterijus: 5,05

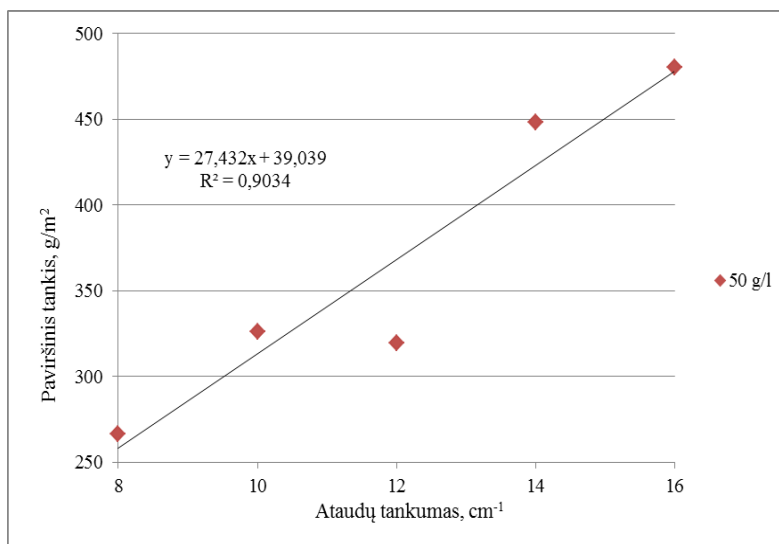
Atlikus matematinę analizę gauta, kad naudojant rišiklio koncentracijas 20 – 95 g/l, pagal ataudų tankumus paviršinio tankio reikšmių dispersijos yra vienaarūšės, o eksperimentas - informatyvus. Tyrimai rodo, kad egzistuoja ryšys tarp paviršinio tankio rodiklio ir ataudų tankumo, keičiant rišiklio koncentracijas. Naudojant skirtingas rišiklio koncentracijas, gautos Kočreno kriterijaus reikšmės $G = 0,0588 - 0,1504$. G_{lent} lygi 0,5063. Apskaičiuotos reikšmės atitinka sąlygą: $G < G_{lent}$. Kadangi gautos dispersijos vienaarūšės, tikrinamas modelio informatyvumas pagal Fišerio kriterijų. Gautos Fišerio kriterijaus reikšmės $F = 5,53 - 5,81$. F_{lent} lygi 5,05. Kad modelis būtų informatyvus, turi būti tenkinama sąlyga $F > F_{lent}$. Skaičiavimai parodė, kad ši sąlyga tenkinama, modelis – informatyvus. Todėl buvo sudarytos lygtys tarp kilpinių audinių ataudų tankumų ir šių audinių paviršinių tankių. Lygties atitikimo eksperimentiniams taškams įvertinti apskaičiuotas apibrėžties koeficientas.

Esant rišiklio koncentracijai 20 g/l nubrėžta tiesinės lygties priklausomybė (3.21. pav) nuo ataudų tankumo ir paviršinio tankio reikšmių. Matoma, kad išsidėstę taškai yra tolygūs. Gauta tiesinė lygtis ir apibrėžties koeficientas. Apibrėžties koeficientas ($R^2 = 0,9358$) artimas vienetui, todėl galima teigti, kad tirtas rodiklis kinta pagal pasirinktą lygtį: $y = 26,094x + 36,296$.

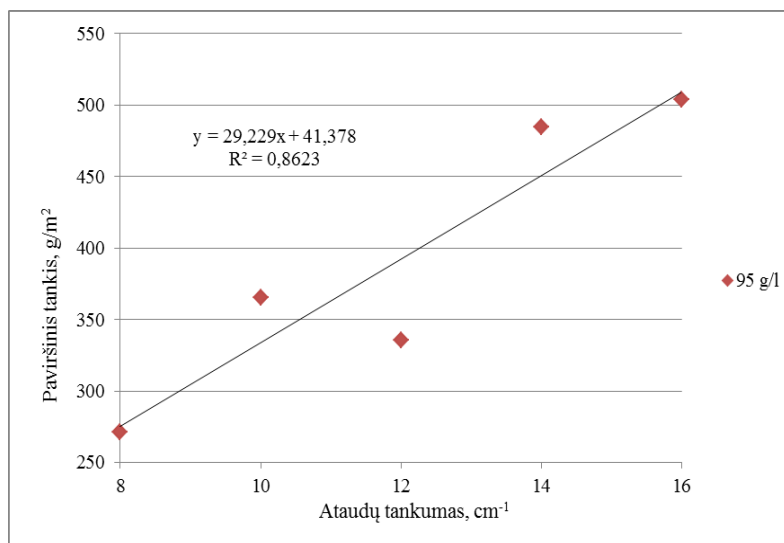


3.21. pav. Kilpinių audinių tiesinė lygties priklausomybė nuo ataudų tankumo ir paviršinio tankio reikšmių, rišiklio koncentracija 20 g/l.

3.22. paveiksle pateikta tiesinės lygties priklausomybė, esant rišiklio koncentracijai 50 g/l. Taškai taipogi išsidėstę tolygiai kaip ir 3.21. paveiksle, minimalus taškų išsibarstymas nuo tiesės. Gautas apibrėžties koeficientas ($R^2 = 0,9201$) artimas vienetui. Todėl pasitvirtina teiginys, kad tirtas rodiklis kinta pagal pasirinktą lygtį ir galime naudoti rodiklio prognozavimui.



3.22. pav. Kilpinių audinių tiesinė lygties priklausomybė nuo ataudų tankumo ir paviršinio tankio reikšmių, rišiklio koncentracija 50 g/l.



3.23. pav. Kilpinių audinių tiesinė lygties priklausomybė nuo ataudų tankumo ir paviršinio tankio reikšmių, rišiklio koncentracija 95 g/l.

Užfiksavus rišiklį, kurio koncentracija 95 g/l, ant kilpinių audinių pavaizduota tiesinės lygties priklausomybė (3.21. pav) nuo ataudų tankumo ir paviršinio tankio reikšmių. Gautas apibrėžties koeficientas $R^2 = 0,8623$, kuris mažesnis nei prieš tai buvusių. Kadangi matyti, kad keletas taškų ganėtinai nutolę nuo tiesės dėl eksperimentinių taškų sklaidos. Bet šią reikšmę galime vertinti kaip artimą vienetui ir tirtas rodiklis kinta pagal pasirinktą lygtį: $y = 29,229x + 41,378$.

Apibendrinant galime teigti, kad yra ryšys tarp kilpinių audinių ataudų tankumo ir paviršinio tankio, fiksuojant skirtingą rišiklio kiekį. Gautos apibrėžties koeficiento reikšmės $R^2 = 0,9429 - 0,8623$. Nepaisant to, kad kai kuriems taškams gauta didesnė eksperimentinių taškų sklaida, apibrėžties koeficientai tenkina sąlygą, yra artimi vienetui. Todėl galime teigti, kad gautos empirinės lygtys atitinka eksperimentinius rezultatus, t.y. parodo kad paviršinis tankis tikrai kinta pagal pasirinktas lygtis. Priklausomybė gali būti naudojama rodiklio prognozavimui.

Išvados

1. Nustatyta, kas levandų ir eukaliptų mikrokapsulės, skirtos įterpti į tekstilines medžiagas yra panašios savo dydžiu. Abiejų minėtų rūšių mikrokapsulių skersmuo dažniausiai yra 0,4 – 0,7 μm ir sudarė 32,39 % ir 24,35 %. Atitinkamai rasta, kad levandų ir eukaliptų mikrokapsulės yra sferinės formos, nepriklausomai nuo jų dydžio. Sienele – lygi, nepažeistas paviršius. Vienodesniu MK skersmens dydžio pasiskirstymu pasižymėjo MK su levandų eteriniais aliejais. MK su levandu eteriniu aliejumi skersmuo yra nuo 0,1 iki 10,6 μm, o MK su eukaliptų eteriniu aliejumi skersmuo yra nuo 0,1 iki 9,1 μm.
2. Nustatyta, kad mikrokapsuliuotų ramės/medvilnės kilpinių audinių laidumas orui sumažėjo: esant ataudų tankumui 8 cm⁻¹ : nuo 1286,83 iki 1029,83 dm³/(m²s), esant ataudų tankumui 10 cm⁻¹ : nuo 961,18 iki 662,43 dm³/(m²s), esant ataudų tankumui 12 cm⁻¹ : nuo 916,64 iki 634,6 dm³/(m²s), esant ataudų tankumui 14 cm⁻¹ : nuo 541,82 iki 300,6 dm³/(m²s), esant ataudų tankumui 16 cm⁻¹ : nuo 390,59 iki 228,23 dm³/(m²s).
3. Didinant kilpinių audinių ataudų tankumą nuo 8 iki 16 cm⁻¹ rasta, kad mikrokapsuliuotų audinių laidumas orui intensyviai sumažėjo: nuo 1146,73 – 1029,83 iki 256,07 – 228,23 dm³/(m²s), kai rišiklio koncentracija yra nuo 20 iki 95 g/l.
4. Nustatyta, kad kilpinių audinių ataudų tankumo įtaka didžiausia kilpiniams audiniams, kurie buvo mikrokapsuliuoti, esant 35 g/l rišiklio koncentracijai; gautas pokytis sudarė 30,81 – 43,06 %.
5. Atlikus žalių ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių laidumo orui palyginimą nustatyta, kad laidumas orui sumažėjo priklausomai nuo ataudų tankumo: 8 cm⁻¹ : nuo 22,53 % (rišiklio konc. 20 g/l) iki 10,42 % (rišiklio konc. 80 g/l); 10 cm⁻¹ nuo 30,81 % (rišiklio konc. 35 g/l) iki 24,83 % (rišiklio konc. 65 g/l); 12 cm⁻¹ nuo 32,45 % (rišiklio konc. 95 g/l) iki 24,88 % (rišiklio konc. 50 g/l); 14 cm⁻¹ nuo 43,06 % (rišiklio konc. 35 g/l) iki 32,57 % (rišiklio konc. 65 g/l); 16 cm⁻¹ nuo 41,64 % (rišiklio konc. 35 g/l) iki 32,32 % (rišiklio konc. 80 g/l). Didžiausias gautas pokytis - 43,06 %, mažiausias - 10,42 %.
6. Pasirinktai kilpinių audinių grupei, kurių kilpos aukštis 6 mm, ataudų tankumas 8 – 16 cm⁻¹, atliktas paviršinio tankio tyrimas. Atlikus žalių ir mikrokapsuliuotų kilpinių audinių paviršinio tankio palyginimą nustatyta, kad paviršinis tankis padidėjo priklausomai nuo rišiklio koncentracijos. Didžiausias paviršinio tankio gautas pokytis - 24,78 % (rišiklio konc. 95 g/l, ataudų tankumas 14 cm⁻¹), mažiausia - 3,32 % (rišiklio konc. 20 g/l, ataudų tankumas 8 cm⁻¹).

7. Atlikta rezultatų matematinė analizė parodė, kad tirti eksperimentai yra informatyvūs, dispersijos vienaarūšės. Apskaičiuotos empirinės lygtys ir apibrėžties koeficientai patvirtino ryšį tarp kilpinių audinių ataudų tankumų ir laidumo orui, esant skirtingiems rišiklio koncentracijoms. Rasta, kad ryšį tarp ataudų tankumo ir laidumo orui aprašo tiesinės lygtys, kurių apibrėžties koeficientai kinta $R^2 = 0,9604 - 0,9201$ priklausomai nuo rišiklio koncentracijos (20 – 95 g/l), esant visiems kilpinių audinių ataudų tankumams (8 – 16 cm⁻¹). Taip pat rasta, kad ryšį tarp ataudų tankumo ir paviršinio tankio aprašo tiesinės lygtys, kurių apibrėžties koeficientai kinta $R^2 = 0,9429 - 0,8623$ priklausomai nuo rišiklio koncentracijos (20 – 95 g/l), visiems kilpinių audinių ataudų tankumams (8 – 16 cm⁻¹). Taigi, mikrokapsuliuotiems kilpiniams audiniams laidumą orui ir paviršinį tankį galima prognozuoti, naudojant gautomis empirinėmis lygtimis, o sudarytos priklausomybės gali būti naudojamos rodiklių prognozavimui.

Literatūra

1. Chinta SK, P. P. Wane, Use of microencapsulation in textile, *Indian Journal of Engineering*, vol 3, no. 7, 2013, p. 37 – 40.
2. S. Š. Marinkovic, D. Bezbradica, P. Škundric, Microencapsulation in the textile industry, *Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, 2006, p. 58 – 62.
3. N. V. N. Jyothi, P. M. Prasanna, S. N. Sakarkar, K. S. Prabha, P. S. Ramaiah, G. Y Srawan, Microencapsulation techniques, factors influencing encapsulation efficiency, *Journal of Microencapsulation*, 2010, p. 187 – 197.
4. L. Lane, Newton Le Willows, Application of microencapsulation in textiles, *International Journal of Pharmaceutics*, 2002 , p. 55 – 62.
5. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, vol 16, Magnetic materials to Mutagenic Agents, 1992.
6. Sodium alginate, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03], Prieiga per internetą:
<http://www.fao.org/docrep/w6355e/w6355e0x>
7. Sacharozė, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://lt.wikipedia.org/wiki/Sacharoz%C4%97>
8. Agarozė, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://bitesizebio.com/10248/agarose-gels-do-not-polymerise/>
9. Nitroceliuliozė, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://www.google.com/patents/US20040076593>
10. Celiuliozės acetatas, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Cellulose_acetate.svg
11. Celuliozės acetato hidratas, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://www.freelithub.com/6238/chemical-cellulose-acetate-butyrate.html>
12. Miristilo alkoholis, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://www.scbt.com/datasheet-213413-1-tetradecanol.html>
13. Polisinai, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/biofiles/poly-lysine.html>
14. Polistirenas, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://lt.wikipedia.org/wiki/Polistirenas>
15. Micrapsules and microspheres, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
http://www.venturecenter.co.in/techrx/pdfs/TechShowcase_Microsphere.pdf

16. Silicone resin, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
http://en.wikipedia.org/wiki/Silicone_resin
17. Aromaterapijos istorija, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://pirtis.lt/lt/sveikata/aromaterapija/aromaterapijos-istorija>
18. Truputis istorijos, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://www.marmozel.lt/idomybes/truputis-istorijos>
19. Patricia Davis. *Aromaterapija nuo A iki Ž*. Meilės kelias, 2004.
20. Ką žinojote ir ko dar nežinojote apie eterinius aliejus, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://ekologija.blogas.lt/ka-zinojot-ir-ko-dar-nezinojot-apie-eterinius-aliejus-6119.html>
21. R. Mickienė, A. Springorum, B. Bakutis, J. Hartung, Eterinių aliejų antimikrobinis aktyvumas, [interaktyvus], 2008 [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
http://www.lgi.lt/pages/darbai/2008_52/86_93_Mickiene.pdf
22. Eteriniai aliejai, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://www.bionaturoaze.lt/lt/parduotuves/eteriniai-aliejai.htm>
23. Eteriniai aliejai, [interaktyvus], [žiūrėta 2015-05-03]. Prieiga per internetą:
<http://www.aromanatural.lt/eteriniai-aliejai.html>
24. Y.Hennequin, N.Pannacci, C. P. de Torres, G. Tetradis Meris, S. Chapuliot, E. Bouchaud, P. Tabeling, Synthesizing Microcapsules with Controlled Geometrical and Mechanical Properties with Microfluidic Double Emulsion Technology, *Langmuir Article*, 2009, p. 7857 – 7861 .
25. M. M. M. Specos, G. Escobar, P. Marino, C. Puggia, M.V. D. Tesoriero, L. Hermida. Aroma Finishing of Cotton Fabrics by Means of Microcapsulation Techniques, *Journal of Industrial Textiles*, vol. 40, no. 1, 2010, p. 13 – 32 .
26. K. Keyan, T. Ramachandran, O.L. Shumugasundaram, M. Balasubramaniam, T. Ragavendra, Microencapsulation of PCMs in Textiles: A Review, *Journal of Textile and Apparel Technology and Management*, vol. 7, 2012, p. 1 – 10.
27. S. Mondal, Phase change materials for smart textiles – An overview, *Applied Thermal Engineering*, 2007, p. 1 – 15.
28. F. Salaun, E. Devaux, S. Bourbigot, P. Rumeau. Thermoregulating response of cotton fabric containing microencapsulated phase change materials, *Thermochimica Acta*, 2010, p. 82 – 93.
29. Michael O. Hunt, Gregory P. Weeks, Louise Arrowsmith, Mary J. Wahlstrom, Binder of an alkoxyated fatty acid amide, alkyl sulfonate salt and a glyoxal type wrinkle resistant resin or an imidazole type wrinkle resistant resin; improved washfastness, US 7282473 B2, 2004.

30. S. Fabien, The Manufacture of Microencapsulated Thermal Energy Storage Compounds Suitable for Smart Textile, a book *Developments in Heat Transfer*, 2011.
31. S. S. Bansode, S. K. Banarjee, D. D. Gaikwad, S. L. Jadhav, R. M. Thorat. Microencapsulation: a review, *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*, 2010 ,
32. Jyothi Sri. S, A. Seethadevi, K. Suria Prabha, P. Muthuprasanna, P. Pavitra, Microencapsulation: a review, *International Journal of Pharma and Bio Sciences*, 2012 .
33. B. Voncina, O. Kreft, V. Kokol, W. Chen, Encapsulation of Rosemary Oil in Ethylcellulose Microcapsules, *Textile and Polymer Journal*, vol. 1, no. 1, 2009, p. 13 -19.
34. P. Monllor, L. Sanchez, F. Cases, M. A. Bonet, Thermal Behavior of Microcapsulated Fragrances on Cotton Fabrics. *Textile Research Journal*, 2009, p. 364-380.
35. S. N. Rodrigues, I. Fernandes, I. M. Martins, V. G. Mata, F. Barreiro and A. E. Rodrigues , Microencapsulation of Limonene for Textile Application, *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 2008, p. 4142 – 4147.
36. S. N. Rodrigues, I. P. Fernandes, I. M. Martins, P. B. Gomes, V. G. Mata, F. Barreiro and A. E. Rodrigues, Scentfashion: microencapsulated perfumes for textile application, *Chemical Engineering Journal*, 2009, p.463 472.
37. C. Panisello, B. Pena, G. G. Oriol, M. Constanti, T. Gumi, R. Garcia-Valls, Polysulfone/Vanillin Microcapsules for Antibacterial and Aromatic Finishing of Fabrics, *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 2013, p. 9995 – 10003.
38. B. Boh, E. Knez, Microencapsulated antimicrobials on non-woven textiles for shoe insoles, *XVth International Workshop on Bioencapsulation*, 2007, p. 1 - 4.
39. R. Milašius, *Tekstilės eksperimento teorija ir praktika*, 2011.