


APLICAÇÃO E AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DE PCMS NANOENCAPSULADOS EM TÊXTEIS

 <https://doi.org/10.56238/arev7n5-390>

Data de submissão: 27/04/2025

Data de publicação: 27/05/2025

Fernando Soares de Lima

Mestre em Processos Industriais

Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo – IPT

E-mail: nandosl@ipt.br

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/6360213698489441>

Sirlene Maria da Costa

Pós-doutorado em Tecnologia Bioquímica Farmacêutica

Escola de Artes, Ciências e Humanidades da Universidade de São Paulo

E-mail: sirlene@usp.br

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/3653275277718256>

Silgia Aparecida da Costa

Pós-doutorado em Biomateriais

Escola de Artes, Ciências e Humanidades da Universidade de São Paulo

E-mail: silgia@usp.br

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/8121489511788009>

Adriano Marim de Oliveira

Doutor em Engenharia de Materiais

Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo – IPT

E-mail: amarim@ipt.com

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/4491298319412591>

RESUMO

O desenvolvimento de tecidos inteligentes, que atuam ativamente às situações as quais são submetidos, tem sido alvo de pesquisas em diversas áreas industriais. Dentre esses materiais, destacam-se os têxteis contendo materiais de mudança de fase (PCMs, do inglês Phase Change Materials), que atuam na regulação térmica por meio da transição sólido-líquido, absorvendo e liberando calor durante esse processo. Este estudo teve como objetivo selecionar, encapsular e avaliar o desempenho de PCMs aplicados a têxteis, visando o controle térmico.

Foram selecionadas ceras como materiais de mudança de fase, encapsuladas por meio da técnica de polimerização interfacial, formando microcápsulas capazes de reter o PCM durante os ciclos térmicos. A caracterização térmica foi realizada por calorimetria exploratória diferencial (DSC), enquanto a morfologia e distribuição de tamanho das partículas foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração a laser. Posteriormente, os PCMs encapsulados foram aplicados em um tecido plano, sendo avaliados quanto à condutividade térmica e capacidade de armazenamento de calor por meio de técnicas como termografia infravermelha e medição da condutividade e efusividade térmica.

Os resultados indicaram que os artigos têxteis contendo PCMs encapsulados apresentaram absorção de calor mais lenta, maior capacidade de retenção térmica e liberação gradual do calor armazenado, quando comparados aos tecidos sem PCMs. Os resultados demonstram que a incorporação de PCMs

encapsulados em tecidos representa uma estratégia promissora para aplicações em que o controle térmico é desejável, como vestuário funcional e materiais técnicos.

Palavras-chave: Materiais de Mudança de Fase (PCM). Encapsulação. Tecidos Inteligentes. Regulação Térmica.

1 INTRODUÇÃO

A busca por materiais funcionais com propriedades térmicas controladas tem impulsionado a pesquisa na área têxtil, especialmente no desenvolvimento de tecidos inteligentes que proporcionam maior conforto e eficiência energética. Entre estas tecnologias, destacam-se os materiais de mudança de fase (*Phase Change Materials* - PCMs), capazes de absorver, armazenar e liberar calor durante a transição de fase sólido-líquido, promovendo um controle térmico mais eficiente. Essa capacidade permite que os tecidos impregnados com PCMs atuem como reguladores térmicos passivos, retardando variações bruscas de temperatura e garantindo maior conforto ao usuário (DAS et al., 2024).

A incorporação de PCMs em têxtil tem sido estudada visando aplicações de diversas áreas, como vestuário esportivo, roupas de proteção, uniformes militares, materiais para climatização passiva e têxteis de uso hospitalar (VARSHNEY et al., 2024). Essas aplicações se justificam pela necessidade de maior estabilidade térmica em ambientes de temperaturas variáveis, onde o uso de materiais convencionais não é capaz de proporcionar o mesmo nível de conforto térmico. Além disso, o uso de PCMs reduz a demanda energética em sistemas de climatização, o que os torna atrativos para o desenvolvimento sustentável de novos materiais.

Embora os benefícios dos PCMs sejam amplamente reconhecidos, sua aplicação direta em tecidos enfrenta desafios técnicos. Um dos principais problemas é a estabilidade dos PCMs durante os ciclos térmicos, pois, na transição de fase, muitos materiais sofrem vazamento e degradação, reduzindo sua eficácia a longo prazo (Iqbal et al., 2019). Para contornar essas limitações, a encapsulação dos PCMs tem se tornado uma estratégia amplamente estudada, permitindo a proteção do material ativo dentro de uma matriz polimérica, garantindo maior estabilidade e prolongando sua vida útil (PAUSE, 2010).

Dentre as técnicas de encapsulação, destacam-se a microencapsulação, a macroencapsulação e o encapsulamento em fibras ocas. A microencapsulação é a mais utilizada na indústria têxtil devido à sua capacidade de produzir cápsulas de tamanho reduzido, melhorando a adesão aos tecidos e permitindo um controle mais eficiente da liberação de calor (SHAHID et al., 2024). Os polímeros mais comuns para a formação das cápsulas incluem poliuretano, poliestireno e poliacrilato, que garantem boa resistência mecânica e estabilidade térmica. Outra técnica promissora é a incorporação de PCMs em fibras têxteis, seja por revestimento ou pela adição de materiais de mudança de fase diretamente na estrutura das fibras durante sua fabricação (LIMA, 2013).

Além da estabilidade térmica, a eficiência dos PCMs encapsulados também depende da sua capacidade de armazenamento e liberação de calor. Materiais com alta entalpia de fusão são

preferidos, pois conseguem armazenar mais energia térmica sem comprometer a integridade do tecido. Estudos recentes demonstram que a escolha adequada do PCM e da técnica de encapsulação pode impactar diretamente a durabilidade e a eficácia térmica dos tecidos modificados (XU et al., 2024).

A crescente demanda por materiais inovadores na indústria têxtil tem impulsionado o desenvolvimento de novos métodos para aprimorar a aplicação de PCMs em tecidos. As pesquisas nesta área buscam soluções que maximizem a estabilidade térmica dos PCMs encapsulados, melhorem a adesão ao substrato têxtil e otimizem o desempenho do material final (HOSSAIN ET AL., 2023). Além disso, há um esforço contínuo para desenvolver processos industriais economicamente viáveis que permitam a produção em larga escala desses materiais, sem comprometer suas propriedades térmicas e mecânicas (TRAN et al., 2019).

Este estudo tem como objetivo a seleção dos materiais a ser encapsulado, a encapsulação e avaliação do desempenho dos PCMs aplicados em tecidos de algodão para aprimorar suas propriedades térmicas. Foram analisadas duas ceras como materiais de mudança de fase, encapsuladas por meio da técnica de polimerização interfacial. O desempenho térmico dos materiais encapsulados foi caracterizado por meio de calorimetria exploratória diferencial (DSC), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração a laser. Além disso, os PCMs encapsulados foram aplicados ao tecido, e sua eficiência térmica foi avaliada por técnicas de termografia infravermelha e medições de condutividade e efusividade térmica.

A proposta desta pesquisa visa contribuir para o avanço do conhecimento sobre materiais têxteis inteligentes, promovendo o desenvolvimento de produtos inovadores com capacidade de regulação térmica otimizada. Com isso, espera-se viabilizar a aplicação de PCMs encapsulados na indústria têxtil, favorecendo seu uso em segmentos diversos, desde vestuário técnico até materiais voltados para o conforto térmico em ambientes controlados.

2 METODOLOGIA

2.1 MATERIAIS

O Palmitato de Cetila (CPC) foi fornecido pela empresa Dhaymers, é um éster graxo, formado pela reação entre o ácido palmítico e o álcool cetílico, sendo um sólido ceroso, branco, com odor leve, de uso comum em cosméticos e produtos farmacêuticos que apresentou um ponto de fusão entre 48 °C e 53 °C, com entalpia de fusão de 174,97 J/g e foi selecionado pela sua alta capacidade de armazenamento de calor e estabilidade térmica em ciclos de aquecimento e resfriamento.

A Manteiga de ucuúba (CMU), foi fornecida pela empresa Beraca, é uma gordura vegetal extraída da semente da ucuúba, com faixa de fusão entre 43 °C e 47 °C e entalpia de fusão de 80,38 J/g,

sendo selecionada por ser de origem natural, possuir faixa térmica compatível com conforto humano, ter boa estabilidade química e aplicação sustentável como alternativa às ceras sintéticas.

Também foram utilizados o metacrilato de metila (BASF BRASIL S.A – grau técnico) como monômero e hidroxietilmetacrilato – HEMA (Aldrich) como monômero funcional, sílica coloidal (NALCO BRASIL, 30 % m/m em água) como colóide protetor e o persulfato de potássio (VETEC, 99%) como iniciador da reação de polimerização.

Os materiais de mudança de fase (*Phase Change Materials* - PCMs) utilizados no preparo das microcápsulas, foram selecionados de acordo com as propriedades e condições apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Propriedades e condições avaliadas para seleção dos materiais de mudança de fase (*Phase Change Materials* - PCMs)

| Propriedades | Condições avaliadas na seleção |
|---|--|
| Faixa de temperatura de fusão compatível com aplicações têxteis | A temperatura de transição dos materiais próxima à temperatura da pele humana, preferencialmente entre 28 °C e 45 °C, de forma a proporcionar conforto térmico ao usuário. |
| Alta entalpia de fusão | Materiais com elevada capacidade de armazenamento de calor latente foram priorizados, pois garantem maior eficiência térmica. |
| Estabilidade térmica e química | As ceras selecionadas deveriam resistir a múltiplos ciclos térmicos sem degradação ou perda de desempenho. |
| Compatibilidade com o processo de encapsulação | Os materiais devem apresentar boas características de emulsificação e permitir a formação de microcápsulas estáveis por polimerização interfacial. |
| Disponibilidade comercial e custo acessível | A escolha também considerou a viabilidade econômica para aplicações industriais. |

Fonte: o autor.

As análises térmicas das ceras também foram realizadas para selecionar os materiais a serem usados como PCMs. As ceras foram analisadas por calorimetria exploratória diferencial (DSC), utilizando o equipamento DSC/TGA 1 Star System (Mettler-Toledo). As amostras, com massa entre 5 e 10 mg, foram acondicionadas em cadinhos de alumina abertos. O método consistiu em 3 ciclos em uma rampa de aquecimento de 25 °C a 100 °C, seguida de resfriamento de 100 °C a 25 °C, ambas a uma taxa de 5 °C/min, sob fluxo de nitrogênio a 50 mL/min, sendo este equipamento disponibilizado pelo Laboratório de Processos Químicos e Tecnologia de Partículas do IPT.

A aquisição e análise dos dados foram realizadas pelo software STARE e os gráficos obtidos permitiram identificar os picos de fusão (endotérmicos) e solidificação (exotérmicos), caracterizando a transição de fase dos materiais. A entalpia de fusão foi determinada pela área sob o pico endotérmico na curva de aquecimento, permitindo estimar a quantidade de calor absorvido pelas ceras durante a

transição de fase. Nestas condições foram selecionadas as ceras Palmitato de Cetila (CPC) e a manteiga de ucuúba (CMU).

2.2 PRODUÇÃO DAS MICROCAPSULAS

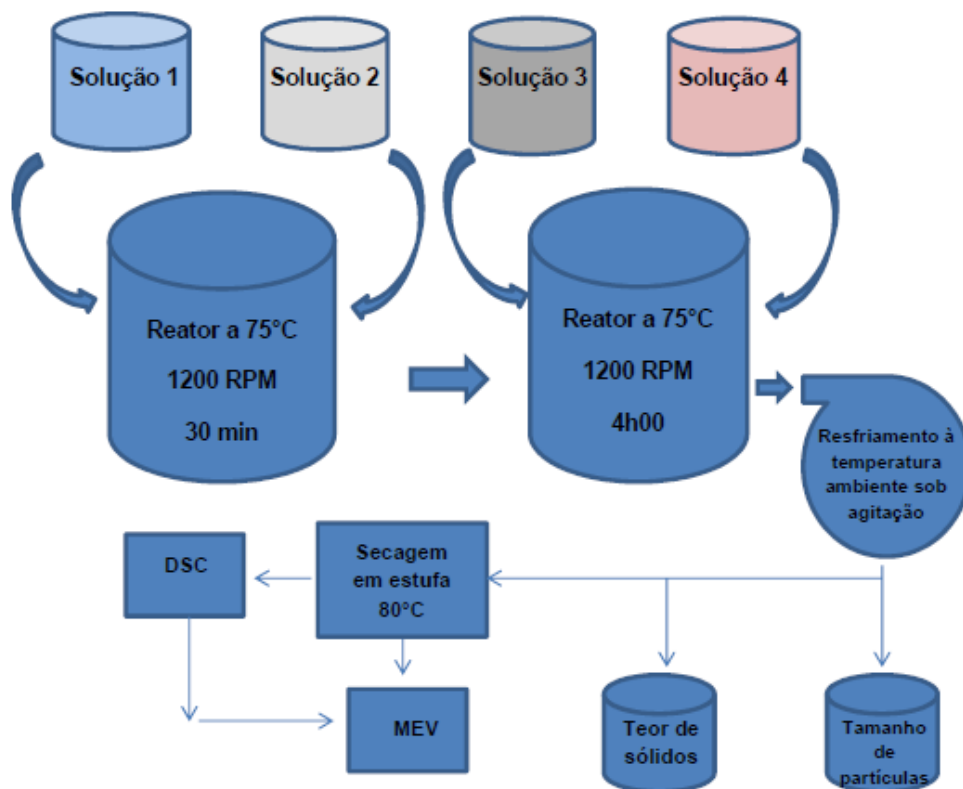
A encapsulação dos materiais de mudança de fase (PCMs) foi realizada por polimerização interfacial, utilizando formulações distintas com o objetivo de otimizar a estabilidade coloidal, a eficiência de encapsulação e a conversão de monômeros.

A produção seguiu as seguintes etapas, também demonstradas na Figura 1:

- **Fusão da cera e preparação da emulsão:** A cera (CPC ou CMU) foi adicionada a um reator encamisado de 350 mL contendo água e sílica coloidal. O sistema foi mantido a 75 °C, sob agitação a 1200 rpm por 30 minutos, até fusão completa da cera.
- **Adição de reagentes:** Foram então adicionados os monômeros (metacrilato de metila e HEMA) e, de forma fracionada, o iniciador persulfato de potássio, dissolvido em água. A reação prosseguiu por 4 horas a 75 °C, sob a mesma agitação.
- **Resfriamento e secagem:** Após a reação, a mistura foi resfriada até temperatura ambiente, com agitação constante, e posteriormente levada à estufa a 80 °C para secagem até formação de pó ou material pastoso.
- **Análises para avaliação dos parâmetros de controle:** Após o resfriamento e antes da secagem, os materiais foram analisados quanto ao teor de sólidos utilizando balança do analisador de umidade por infravermelho, marca METTLER TOLEDO, modelo HB43-S e tamanho de partículas utilizando o analisador Microtrac S3500, marca Horiba Instruments Inc. Após a secagem foram realizadas análises de microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV-FEG) utilizando equipamento modelo FEI QUANTA 3D FEG, disponível no Laboratório de Processos Químicos e Tecnologia de Partículas do IPT e novamente DSC.

Foi utilizado um reator encamisado com banho térmico, condensador com banho de resfriamento, vedação para evitar perdas voláteis, e sistema de agitação com impelidor tipo disco (CAWLESS).

Figura 1 - Fluxograma das etapas de produção dos PCMs.



Fonte: o autor.

Ao longo da produção foram utilizadas quatro soluções, conforme apresentado na Figura 1, acrescidas ao reator em diferentes momentos, sendo estas: Solução 1 (Água + sílica coloidal), Solução 2 (Cera CPC ou CMU), Solução 3 (Metacrilato de metila + monômero funcional HEMA) e Solução 4 (Persulfato de potássio + água).

Após a síntese, as microcápsulas contendo os materiais de mudança de fase foram secas a 80 °C em estufa até a obtenção de pó ou massa pastosa. O tamanho médio das partículas foi determinado por difração a laser, com dispersão das amostras em água sob ultrassom. O teor de sólidos foi obtido por análise gravimétrica, com secagem das amostras em estufa a 100 °C por 24 horas. A análise térmica foi realizada por DSC, nas mesmas condições aplicadas às ceras puras, para verificar a manutenção da entalpia de fusão e da estabilidade térmica após a encapsulação. Por fim, a morfologia das microcápsulas foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com o uso do equipamento Jeol, modelo JSM-6510, permitindo a observação da integridade da parede polimérica e distribuição das partículas encapsuladas.

2.3 TEOR DE SÓLIDOS DOS PCMS ENCAPSULADOS E EFICIÊNCIA DA POLIMERIZAÇÃO

A análise de teor de sólidos das suspensões contendo PCMs encapsulados foi utilizada para estimar a eficiência da polimerização, por meio da comparação entre o valor teórico e o experimental obtido. A diferença entre esses valores indica a fração de monômero que se perdeu por volatilização ou que não participou da reação. A eficiência foi calculada com base na Equação 1, e os resultados estão apresentados na Tabela 2, incluindo os valores teóricos, experimentais e o percentual de encapsulação alcançado nas diferentes formulações.

$$EP = \frac{(TSe - TSsm)}{TSm} \times 100 \quad \text{Equação 1}$$

Em que - EP: Eficiência de polimerização; TSe: Teor de sólidos experimental; TSsm: Teor de sólidos sem monômero; TSm: Teor de sólidos do monômero.

2.4 APLICAÇÃO DOS PCMS ENCAPSULADOS EM TECIDO DE ALGODÃO

As aplicações dos PCMs encapsulados foram realizadas em um tecido plano com composição 100% algodão, gramatura média de 121 g/m² e espessura média de 0,31 mm, com padronagem tipo tela. Foram utilizados corpos de prova de (10 x 10) cm e para fixação dos PCMs encapsulados nos tecidos, foi utilizada a resina Acrylux HTX 52 (Lumen Química). Foram preparados três tipos diferentes de corpos de prova: Um corpo de prova do tecido sem aplicação de resina ou PCM, um corpo de prova do tecido com somente a aplicação de 10% (m/m) da resina e um corpo de prova do tecido com a aplicação de 10% (m/m) da resina e 30 % (m/m) de PCM. As soluções preparadas foram depositadas sobre os corpos de prova para obtenção de um *pick-up* de 100%, que posteriormente foram secos em estufa a 100 °C por 30 min.

2.5 ANÁLISES TÉRMICAS DO TECIDO CONTENDO PCMS ENCAPSULADOS

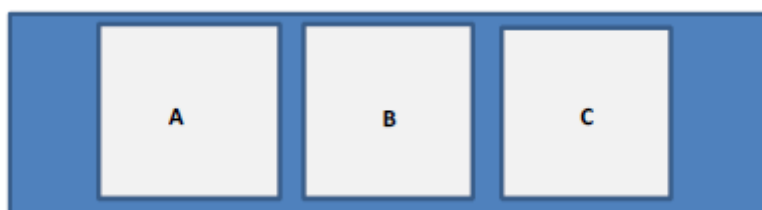
O tecido impregnado com PCM encapsulado foi analisado quanto ao seu comportamento térmico na absorção e liberação de calor, além do calor transferido nestes materiais, para tal foram utilizadas duas análises diferentes: a termografia por infravermelho e o TCI – *Thermal Conductivity Analyser*.

A análise de termografia por infravermelho foi utilizada para avaliar o comportamento térmico dos tecidos contendo PCMs encapsulados durante os processos de aquecimento e resfriamento. O equipamento utilizado foi uma câmera termográfica FLIR® modelo T600, que permitiu a detecção da radiação infravermelha emitida pelos corpos de prova e sua conversão em imagens térmicas.

Para a realização do ensaio, os tecidos foram posicionados sobre uma placa metálica, a qual foi aquecida sobre uma chapa a aproximadamente 100 °C por 30 segundos. Após esse tempo, a placa foi retirada e resfriada à temperatura ambiente (~20 °C). As imagens térmicas foram capturadas em intervalos regulares: aos 10, 20 e 30 segundos durante o aquecimento, e nos tempos de 1 min, 2 min e 3 min durante o resfriamento.

Foram comparadas três condições de amostras: tecido sem nenhuma aplicação (controle), tecido com aplicação de somente 10% m/m de resina, para avaliar a influência desta no material, e tecido com aplicação de 10% m/m de resina e 30% m/m de PCM encapsulado. O comportamento térmico foi avaliado por meio do ponto de maior temperatura em cada imagem e a análise gráfica dos perfis térmicos foi realizada utilizando o software FLIR ThermoCAM Quickview®. A Figura 2 apresenta a disposição dos corpos de prova na placa, onde a posição A é o tecido considerado “controle” (sem nenhuma aplicação), a posição B é o tecido contendo a aplicação de 10% m/m da resina apenas e a posição C o tecido contendo a aplicação de 10% m/m da resina e 30% m/m de PCM.

Figura 2 - Posicionamento dos tecidos na análise de termografia por infravermelho



Fonte: o autor.

A avaliação da condutividade térmica e da efusividade dos tecidos tratados foi realizada para investigar o comportamento do fluxo de calor através dos materiais, especialmente após a impregnação de PCMs encapsulados.

A condutividade térmica mede a capacidade do tecido de transferir calor por condução em estado estacionário, sendo essencial para compreender a velocidade de resposta térmica do material. Tecidos contendo PCMs tendem a apresentar condutividade mais baixa, o que significa menor propagação imediata de calor, uma característica desejável pois favorece o armazenamento e liberação controlada de energia térmica.

Já a efusividade térmica representa a capacidade do tecido de trocar calor com o ambiente ou com a pele humana. Materiais com menor efusividade são percebidos como mais "quentes" ao toque, enquanto os de maior efusividade parecem mais "frios". Essa propriedade é relevante para o conforto

térmico percebido, e sua medição permite verificar se o tecido tratado com PCM, modifica efetivamente a sensação térmica na prática.

Os ensaios foram realizados com o equipamento TCi™ da C-Therm Technologies, que opera por meio do método transiente do plano de origem. As amostras foram posicionadas sobre o sensor, e sete medições sucessivas foram realizadas para cada material, sendo descartado o primeiro valor e considerados os seis seguintes, de acordo com a metodologia recomendada pelo fabricante do equipamento.

Os dados obtidos permitiram comparar os tecidos sem tratamento, com aplicação apenas de resina e com aplicação de resina mais 30% (m/m) de PCM encapsulado.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 TEOR DE SÓLIDOS DOS PCMS ENCAPSULADOS E EFICIÊNCIA DA POLIMERIZAÇÃO

Na Tabela 2, pode-se observar os valores teóricos, experimentais e o percentual de encapsulação alcançado nas formulações.

Tabela 2 - Caracterização dos PCMs encapsulados quanto ao teor de sólidos formado e a eficiência de polimerização

| Composição da cera | Teor de sólidos Teórico (%) | Teor de sólidos experimental (%) | Teor de sólidos do monômero (%) | Teor de sólidos sem monômero (%) | Eficiência da polimerização (%) |
|---------------------|-----------------------------|----------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|
| Palmitato de cetila | 10,9 | 8,96 | 5,7 | 5,3 | 64,21 |
| Manteiga de ucuúba | 10,9 | 7,63 | 5,7 | 5,2 | 42,63 |

Fonte: o autor.

As formulações apresentaram eficiências de polimerização (EP) de 64,21% e 42,63%, respectivamente. Esses resultados estão em conformidade com dados da literatura em que, Sari et al. (2009) relataram uma EP de 43% na produção de cápsulas contendo n-octacosanol, encapsulado em poli(metacrilato de metila), esse valor está próximo ao obtido na formulação de manteiga de ucuúba. Fang et al. (2009) encontraram 53,5% em cápsulas micrométricas, enquanto Sánchez et al. (2007) relataram 49% para cápsulas de cerca de 10 µm. Assim, os valores obtidos neste estudo situam-se dentro da faixa considerada tecnicamente aceitável, especialmente quando se considera que as cápsulas produzidas estão em escala nanométrica.

A análise da EP forneceu um indicativo quanto a eficácia do processo de encapsulamento. Valores entre 40% e 65% são consistentes com sistemas que envolvem emulsão polimérica e monômeros voláteis, como é o caso da polimerização interfacial empregada. Portanto, os resultados

obtidos confirmam que a metodologia adotada foi adequada para obter cápsulas com rendimento comparável ao encontrado por outros autores.

3.2 SECAGEM EM ESTUFA

A avaliação visual das amostras após a secagem em estufa foi um importante indicativo da eficiência da encapsulação dos PCMs. Nas formulações de palmitato de cetila e manteiga de ucuúba, observou-se a formação de pó seco, observado pelo exemplo da formulação usando palmitato de cetila apresentado na Figura 3a, indicando que a cera foi corretamente encapsulada pela matriz polimérica. A ausência de resíduos visíveis de cera fundida na superfície das amostras sugere que o material ativo foi contido dentro das microcápsulas, e que, mesmo após exposição à temperatura superior ao ponto de fusão dos PCMs, não houve extravasamento do conteúdo.

Esse comportamento contrasta com a formulação utilizada de exemplo, e apresentada na Figura 3 b, de uma amostra com a manteiga de ucuúba, que durante as etapas de definição dos parâmetros de estudo, houve a formação de coágulos, podendo ser associado à presença de cera não encapsulada, que funde durante a secagem, indicando encapsulação incompleta ou ineficiente.

Dessa forma, o resultado da secagem em estufa não apenas validou a eficiência do processo, como também serviu como critério para selecionar as formulações mais adequadas para caracterizações posteriores. O sucesso das formulações nesse ensaio também corrobora a adequação da proporção monômero/cera utilizada e do uso do monômero funcional HEMA, que demonstrou favorecer a formação de cápsulas estáveis e completas. Na Figura 3 é possível observar o comportamento das formulações após o processo de secagem.

Figura 3 - Aparência de PCMs encapsulados após secagem em estufa



(a) Encapsulado de PCM de palmitato de cetila, após secagem em estufa com formação de pó



(b) Formulação com a manteiga de ucuúba em que não houve encapsulação (exemplo), com a formação de coágulos

Fonte: o autor.

3.3 TAMANHO MÉDIO DE PARTÍCULAS

As formulações foram analisadas quanto ao tamanho médio das partículas por meio da técnica de difração a laser, após apresentarem bom desempenho no teste de secagem em estufa. Os resultados indicaram que a formulação contendo manteiga de ucuúba gerou as menores partículas, com diâmetro médio de 7,27 μm , enquanto a formulação contendo palmitato de cetila apresentou partículas com 22,13 μm de diâmetro médio, conforme apresentado na Tabela 3.

Tabela 3 - Tamanho médio de partículas dos materiais encapsulados

| Formulação | D10 < 10% (μm) | D10 < 50% (μm) | D10 < 90% (μm) | Diâmetro médio (μm) |
|---------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|
| Palmitato de cetila | 2,32 | 23,83 | 38,66 | 22,13 |
| Manteiga de ucuúba | 0,85 | 3,62 | 18,45 | 7,27 |

Fonte: o autor.

A diferença observada foi atribuída à viscosidade da cera fundida no momento da emulsificação. A manteiga de ucuúba, possui o ponto de fusão mais baixo ($\sim 45^\circ\text{C}$), e viscosidade menor, facilitando a formação de gotas menores durante a emulsão e resultando em partículas encapsuladas menores. Já o palmitato de cetila, com ponto de fusão maior ($\sim 54^\circ\text{C}$), forma uma emulsão mais viscosa, favorecendo a formação de partículas maiores.

Essa relação entre temperatura de fusão, viscosidade e tamanho de partícula está de acordo com o que é descrito por Nosari (2012), que relaciona diretamente a menor viscosidade à formação de partículas mais finas durante processos de encapsulação. Ressalta-se, no entanto, que os valores obtidos por difração a laser podem representar aglomerados, e não partículas isoladas, sendo necessário complementá-los com dados de MEV para maior precisão.

Do ponto de vista da aplicação têxtil, partículas menores são desejáveis por causarem menor interferência no toque, caimento e aspecto do tecido.

3.4 ANÁLISE DOS PCMS ENCAPSULADOS POR MEV

Para análise das amostras no MEV, foi utilizado o material após a secagem em estufa, que passou por lavagem em solvente, em que cerca de 0,5 g das amostras secas foram adicionadas em um tubo de ensaio juntamente com hexano suficiente para cobrir toda a amostra. Esta mistura foi então agitada e este procedimento foi repetido três vezes. Posteriormente este material passou por ciclos aquecimento e resfriamento no DSC, de forma a avaliar sua integridade após estresse térmico.

Conforme apresentado na Figura 4, do PCM da cera palmitato de cetila, obtida por MEV, o encapsulado apresentou partículas bem definidas, com morfologia regular e dimensões na escala

nanométrica, atingindo cerca de 120 nm. Os resultados indicam que a técnica de encapsulação foi eficaz na formação de nanocápsulas, com distribuição uniforme e integridade estrutural. Além disso, observou-se que as cápsulas mantiveram sua estrutura física intacta mesmo após a submissão a três ciclos térmicos consecutivos na análise de DSC, evidenciando boa estabilidade térmica do sistema.

Figura 4 - Microscopia do PCM de cera palmitato de cetila encapsulado

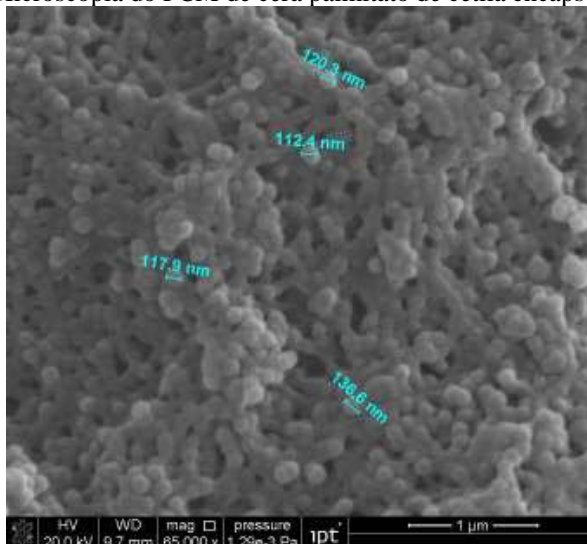


Imagem microscópica de MEV do PCM da cera palmitato de cetila produzido utilizando monômero funcional HEMA, obtida com aumento de 65 000 x.

Fonte: o autor.

Conforme apresentado na Figura 5, o PCM encapsulado com manteiga de ucuúba e monômero funcional HEMA também resultou na formação de partículas bem definidas, com tamanhos variando entre 50 e 85 nm, caracterizando-se na escala nanométrica. A microscopia indica que a encapsulação foi eficaz, com formação de cápsulas regulares e distribuídas de forma homogênea. Assim como na formulação com palmitato de cetila, verificou-se que o material manteve sua estrutura física intacta após três ciclos térmicos de aquecimento e resfriamento realizados na análise de DSC, evidenciando a estabilidade morfológica do sistema.

Figura 5 – Microscopia do PCM de cera manteiga de ucuúba encapsulado

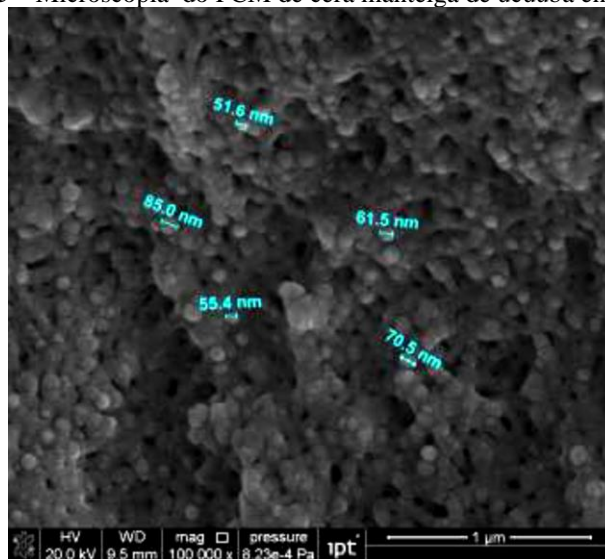


Imagem microscópica de MEV do PCM da cera manteiga de ucuúba produzido utilizando monômero funcional HEMA, com aumento de 100.000 vezes.

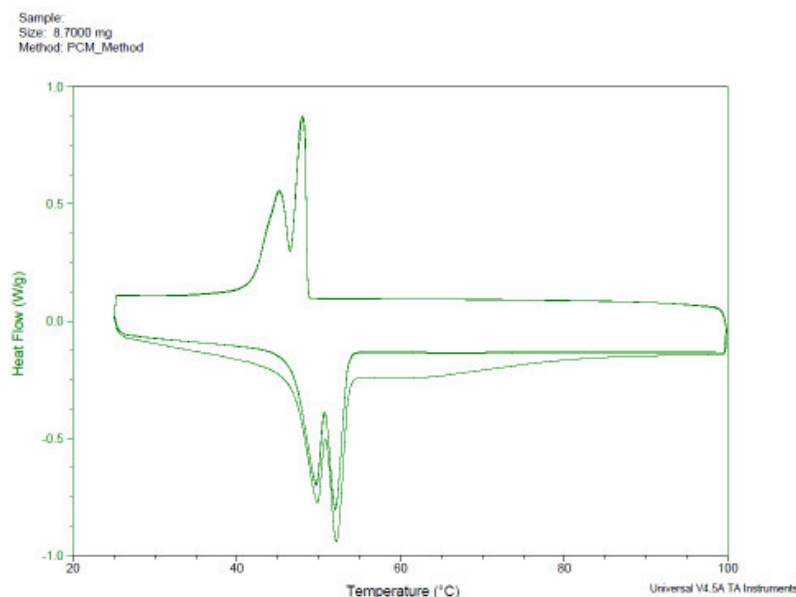
Fonte: o autor.

3.5 CARACTERIZAÇÃO DOS PCMS ENCAPSULADOS POR DSC E EFICIÊNCIA DA ENCAPSULAÇÃO

Os materiais encapsulados foram submetidos a três ciclos térmicos consecutivos de análise de DSC, com variação de temperatura de 25 °C a 100 °C e taxa de 5 °C/min, a fim de avaliar sua estabilidade térmica e estrutura após o processo. As curvas obtidas confirmaram que a morfologia das cápsulas foi preservada mesmo após os ciclos. A análise de DSC também permitiu determinar a entalpia de fusão dos PCMs encapsulados, essencial para o cálculo da eficiência de encapsulação, conforme proposto por Sari et al. (2010). A quantidade de PCM retida dentro das cápsulas impacta diretamente a capacidade de armazenamento térmico do sistema. A Figura 6 ilustra, por meio de curvas sobrepostas, os três ciclos térmicos do PCM encapsulado de palmitato de cetila, revelando a consistência do comportamento térmico ao longo das análises.

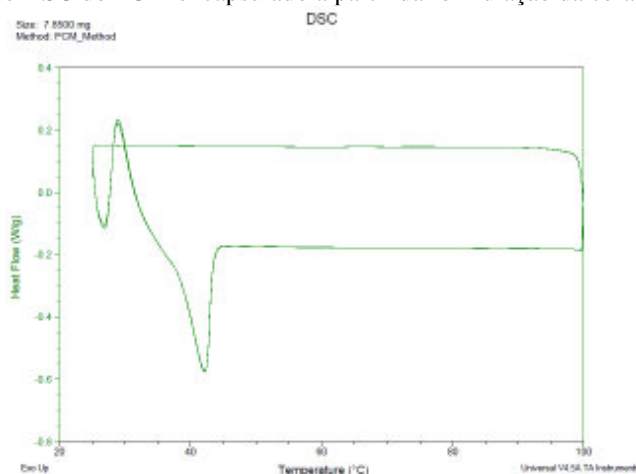
A curva de DSC da Figura 6, apresenta picos de fusão e recristalização consistentes ao longo dos três ciclos térmicos, onde os encapsulados de palmitato de cetila apresentaram temperaturas em torno de 54 °C e os de manteiga de ucuúba em torno de 45 °C, indicando estabilidade do PCM encapsulado e ausência de alterações nas temperaturas de transição. De acordo com Sari et al. (2010), esse comportamento sugere que a estrutura da cápsula permaneceu íntegra, sem sinais de degradação química. O mesmo padrão foi observado na formulação contendo manteiga de ucuúba encapsulada, conforme apresentado na Figura 7.

Figura 6 - Curva de DSC do PCM encapsulado a partir da formulação da cera palmitato de cetila



Fonte: o autor.

Figura 7 - Curva de DSC do PCM encapsulado a partir da formulação da cera manteiga de ucuúba



Fonte: o autor.

A eficiência de encapsulação (EE) dos materiais de mudança de fase (PCMs) encapsulados foi determinada com base na razão entre a entalpia de fusão do PCM encapsulado e a entalpia da cera pura utilizada, conforme descrito por Sari et al. (2010). Essa métrica permite avaliar o rendimento funcional do encapsulamento, ou seja, a quantidade de material ativo efetivamente retida nas cápsulas com capacidade de armazenar energia térmica.

A entalpia de fusão da cera pura foi de 174,97 J/g para o palmitato de cetila e 80,38 J/g para a manteiga de ucuúba. Após encapsulação, os valores observados foram 78,75 J/g para a formulação utilizando o palmitato de cetila e de 36,20 J/g para a formulação usando manteiga de ucuúba. Com

base nesses dados, a eficiência de encapsulação (EE) foi calculada utilizando a Equação 2, sugerida por Sari et al (2010).

$$EE = \frac{\Delta H_{\text{encapsulado}}}{\Delta H_{\text{cera pura}}} \times 100 \quad \text{Equação 2}$$

Aplicando a equação:

Formulação com palmitato de cetila: $EE = (78,75 / 174,97) \times 100 \approx 45,03\%$

Formulação com manteiga de ucuúba: $EE = (36,20 / 80,38) \times 100 \approx 45,06\%$

Ambos os sistemas apresentaram uma eficiência de encapsulação de aproximadamente 45%, valor considerado satisfatório para sistemas poliméricos obtidos por polimerização interfacial em escala nanométrica. Esses resultados estão em conformidade com estudos anteriores. Por exemplo, Fang et al. (2009) e Sánchez et al. (2007) relataram valores de 53,5% e 49%, respectivamente, para cápsulas em escalas micrométrica e submicrométrica.

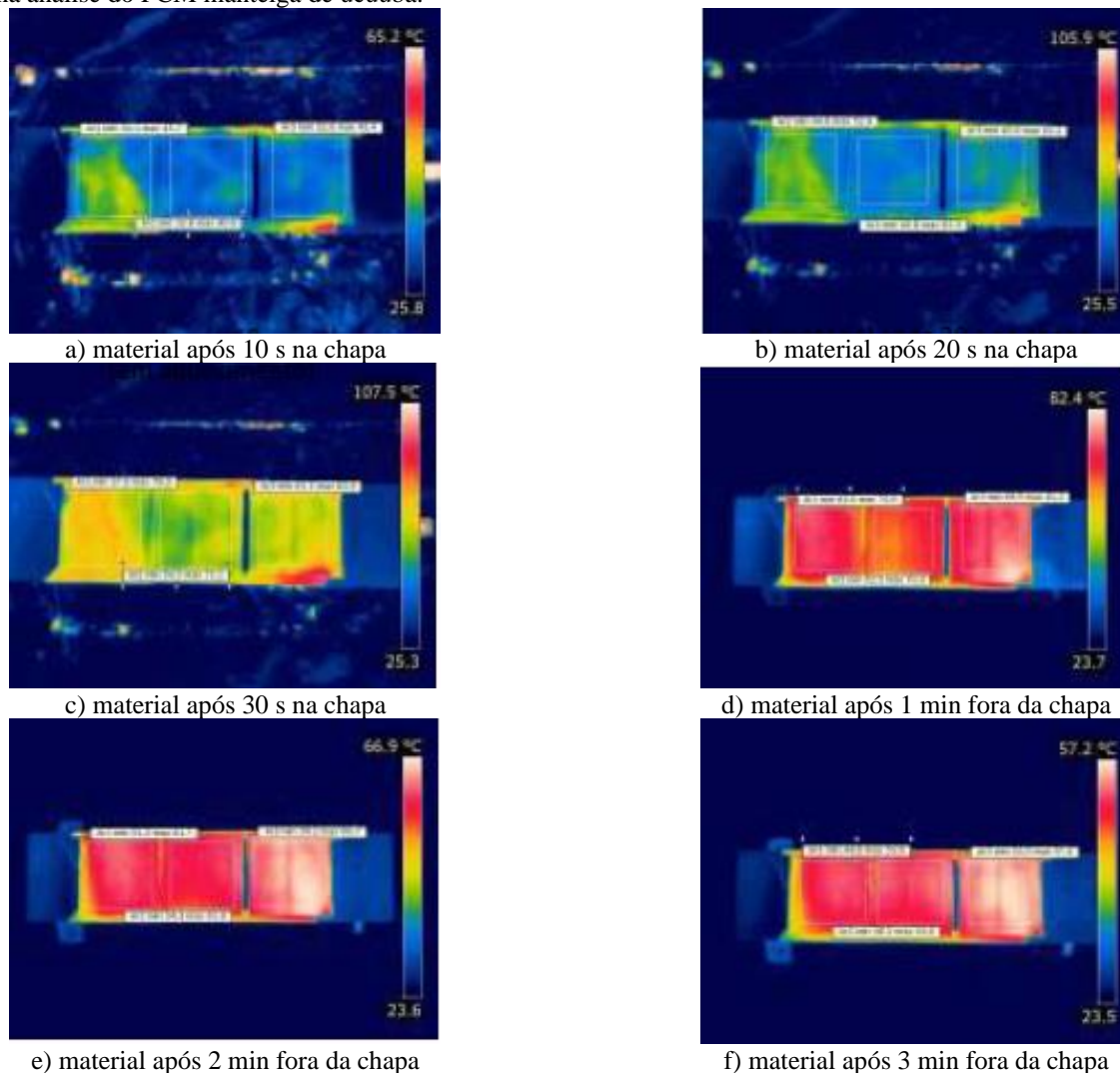
A obtenção de valores próximos ao encontrado na literatura, somada à estabilidade morfológica observada por MEV e o desempenho térmico analisado por DSC, confirma a eficácia do método de encapsulamento adotado neste estudo e sua viabilidade para aplicação em sistemas têxteis com propriedades de armazenamento térmico.

3.6 ANÁLISE DE TERMOGRAFIA POR INFRAVERMELHO DOS TECIDOS CONTENDO PCM ENCAPSULADO

A Figura 8 apresenta o comportamento térmico dos corpos de prova da análise de termografia de infravermelho realizada na comparação do corpo de prova contendo PCM de manteiga de ucuúba, em comparação com um tecido contendo apenas resina e outro tecido sem aplicação (controle).

O gráfico apresentado na Figura 9 apresenta os comportamentos térmicos dos corpos de prova na análise de termografia de infravermelho realizada na comparação do corpo de prova de tecido plano contendo PCM manteiga de ucuúba, em comparação com um tecido plano contendo apenas resina e outro tecido plano sem aplicação (controle).

Figura 8 - Comportamento térmico dos tecidos contendo diferentes formulações em chapa aquecedora ao longo do tempo, na análise do PCM manteiga de ucuúba.

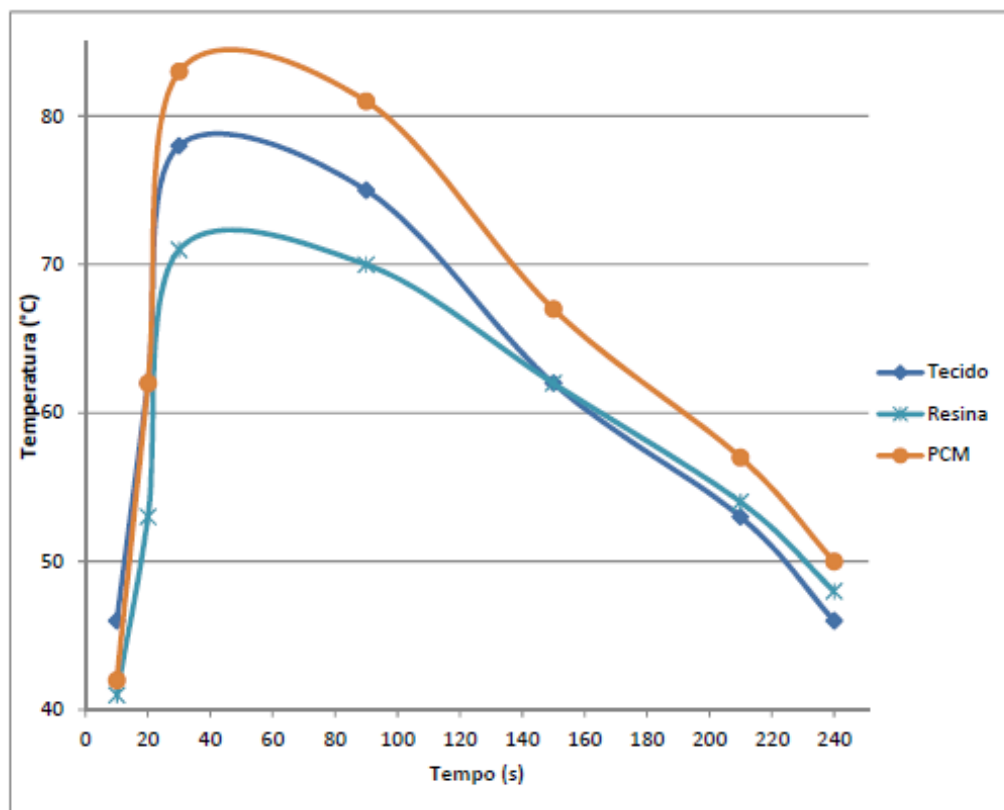


Comportamento térmico comparativo de um tecido plano sem nenhuma aplicação (à esquerda), um tecido plano contendo apenas a resina (central) e um tecido contendo PCM de manteiga de ucuúba (à direita).

Fonte: o autor.

A avaliação do comportamento térmico superficial dos tecidos, por meio de imagens termográficas (Figuras 8 e 9), revelou diferenças entre as amostras tratadas e não tratadas. Durante o aquecimento inicial (primeiros 20 segundos), o tecido sem aplicação (controle) apresentou maior absorção de calor, atingindo temperaturas mais elevadas que os demais. Em contrapartida, os tecidos tratados com resina e resina + PCM encapsulado apresentaram menor elevação térmica, sendo que o tecido com aplicação apenas de resina demonstrou comportamento mais isolante.

Figura 9 - Curvas de temperaturas comparativas de tecido plano contendo PCM de manteiga de ucuúba ao longo do tempo



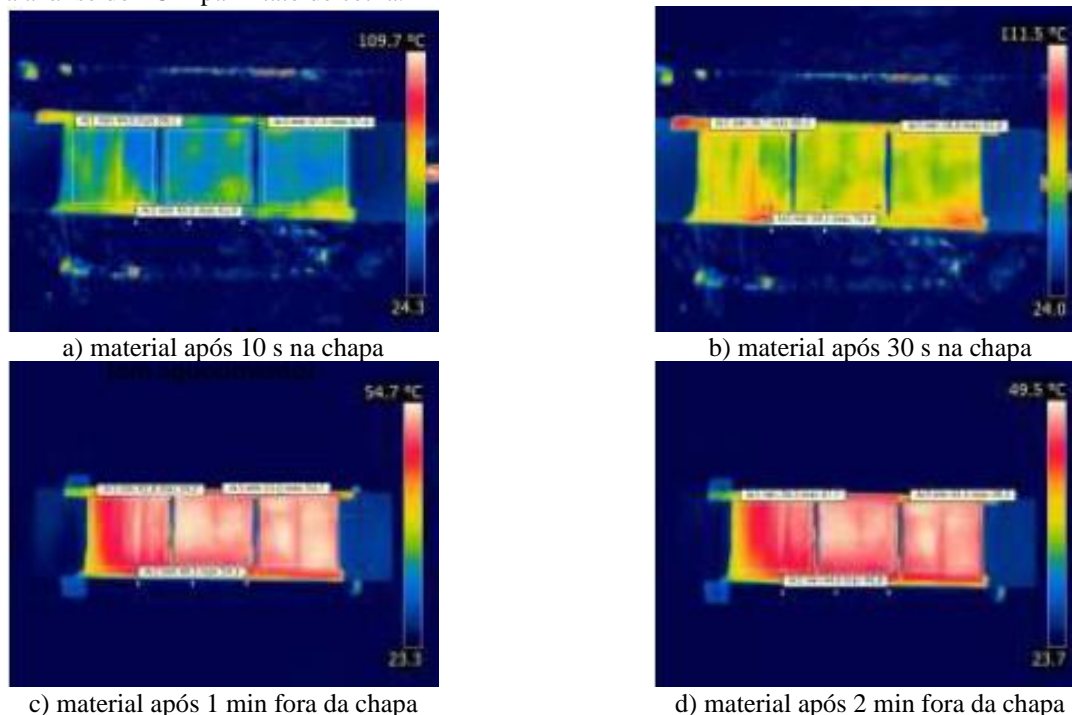
Fonte: o autor.

No caso específico da formulação com PCM encapsulado com manteiga de ucuúba (Figura 9), observou-se uma absorção de calor mais lenta durante o aquecimento, comportamento atribuído à energia necessária para a fusão da cera presente nas microcápsulas. Esse processo de transição de fase atua como um atenuador térmico, reduzindo a velocidade de aquecimento do tecido.

Durante o resfriamento, o tecido contendo PCM se destacou por manter a temperatura superficial mais elevada ao longo do tempo. Esse comportamento indica que o calor absorvido na fase de aquecimento foi armazenado na forma de calor latente e liberado gradualmente. Em contraste, os tecidos sem PCM apresentaram uma queda mais rápida da temperatura. Esses resultados indicam a eficiência do PCM encapsulado na regulação térmica do tecido, contribuindo para uma troca de calor mais controlada com o ambiente.

Da mesma forma, as Figuras 10 e 11, apresentam as imagens obtidas por termografia no infravermelho e os dados obtidos destas imagens realizada na comparação do corpo de prova de tecido plano contendo PCM de palmitato de cetila, em comparação com um tecido plano contendo apenas resina e outro tecido plano sem aplicação (branco).

Figura 10 - Comportamento térmico dos tecidos contendo diferentes formulações em chapa aquecedora ao longo do tempo, na análise do PCM palmitato de cetila.



Comportamento térmico comparativo de um tecido plano sem nenhuma aplicação (à esquerda), um tecido plano contendo apenas a resina (central) e um tecido contendo PCM de palmitato de cetila (à direita).

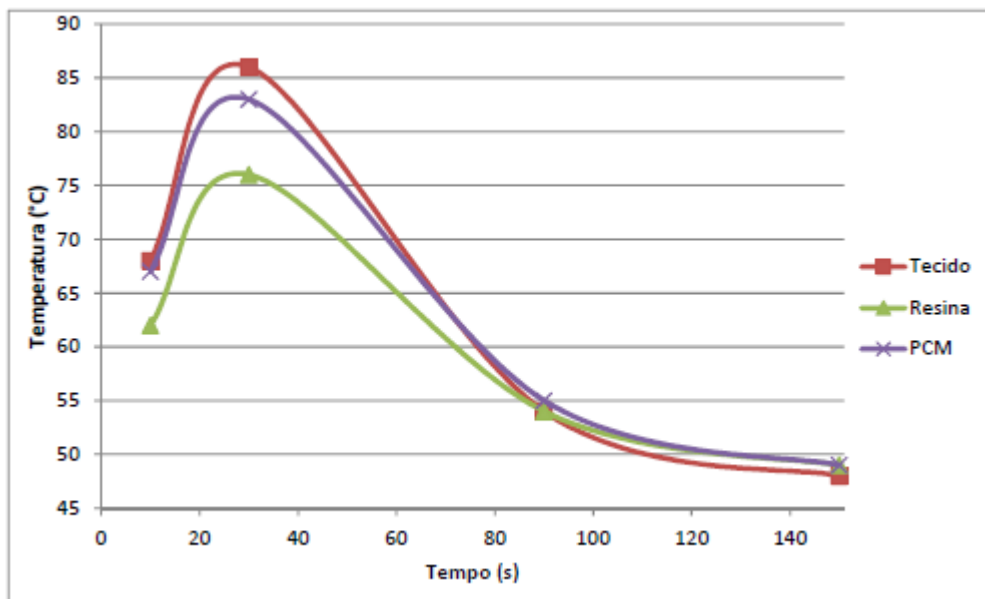
Fonte: o autor.

Os resultados observados para a formulação com palmitato de cetila foram semelhantes aos obtidos para a formulação com manteiga de ucuúba onde o tecido controle absorveu mais calor nos primeiros instantes do aquecimento, apresentando maior elevação de temperatura superficial, enquanto os tecidos com PCM e com resina apresentaram menor aquecimento inicial.

A presença do PCM encapsulado promoveu, após determinado tempo, acúmulo de calor no interior das microcápsulas, liberado posteriormente de forma mais lenta durante o resfriamento. Esse comportamento confirma a capacidade do PCM de armazenar calor latente durante a fusão e liberá-lo gradualmente, proporcionando efeito de regulação térmica no tecido.

Os dados mostram que o tecido com resina isolada mantém temperaturas consistentemente inferiores às demais amostras, sugerindo que a resina atua como barreira térmica, sem contribuir de forma relevante para o armazenamento de calor. Portanto, nas amostras com PCM, a elevação e retenção térmica observadas podem ser atribuídas exclusivamente à presença do material de mudança de fase, validando sua funcionalidade.

Figura 11 - Curvas de temperaturas comparativas de tecido plano contendo PCM de palmitato de cetila ao longo do tempo



Fonte: o autor.

3.7 ANÁLISE DA CONDUTIVIDADE E DA EFUSIVIDADE DOS ARTIGOS TÊXTEIS CONTENDO PCMS ENCAPSULADOS

Os tecidos contendo PCMs encapsulados foram analisados quanto a condutividade e efusividade de forma comparativa com os tecidos sem aplicação (controle) e os tecido contendo apenas resina. Na Tabela 4 encontram-se os resultados de efusividade e condutividade dos materiais analisados.

Pode-se observar na Tabela 4, que os tecidos contendo PCMs apresentam condutividade térmica um pouco menor, em comparação aos tecidos sem a aplicação (controle). Isso indica que, quando submetido a uma fonte de calor, o tecido com PCM resiste mais à condução térmica, retardando a passagem do calor em relação ao tecido controle. Esse comportamento é desejável em aplicações práticas, pois permite que o PCM atue como barreira térmica temporária, absorvendo calor durante o aquecimento e liberando-o de forma gradual no resfriamento.

Ao comparar esses resultados com os obtidos por termografia infravermelha, observa-se que, mesmo com menor condutividade, os tecidos com PCM foram capazes de armazenar maior quantidade de calor. Isso sugere que o calor absorvido é retido no interior das microcápsulas e não é imediatamente dissipado, como ocorre nos tecidos sem PCM, onde o calor se propaga com mais rapidez e sem controle.

Tabela 4 - Avaliação da Efusividade e da condutividade térmica dos tecidos contendo PCMs

| Tecidos | Efusividade (W√s/m²K) | Condutividade (W/mK) |
|--------------------------------------|---|---------------------------------|
| Sem aplicação (controle) | 180 | 0,08 |
| Com resina | 183 | 0,08 |
| Com resina + PCM palmitato de cetila | 150 | 0,07 |
| Com resina + PCM manteiga de ucuúba | 140 | 0,07 |

Fonte: o autor.

Em relação aos dados de efusividade apresentados na Tabela 4, sabe-se que efusividade térmica está diretamente relacionada à sensação de "frio" ou "quente" ao toque. Materiais com maior efusividade tendem a absorver rapidamente o calor da pele, proporcionando sensação de frescor. Já materiais com menor efusividade, como os tecidos com PCM encapsulado, absorvem o calor de forma mais lenta, sendo percebidos como mais "quentes".

Essa redução de efusividade nos tecidos com PCM indica que a presença das cápsulas modifica a dinâmica de troca térmica com o ambiente. O PCM, ao passar por sua mudança de fase, absorve calor internamente (como calor latente), sem transferi-lo imediatamente para o meio externo, o que retarda a troca térmica superficial.

4 CONCLUSÃO

O presente trabalho demonstrou a viabilidade de aplicação de materiais de mudança de fase (PCMs) encapsulados em substratos têxteis com o objetivo de promover controle térmico. As ceras selecionadas, palmitato de cetila e manteiga de ucuúba, apresentaram comportamento térmico compatível com aplicações têxteis, sendo encapsuladas com sucesso por meio de polimerização interfacial.

As formulações obtiveram bons resultados em termos de eficiência de polimerização, formação de nanocápsulas estáveis, e eficiência de encapsulamento, em torno de 45%, valores compatíveis com a literatura. As análises morfológicas (MEV) e térmicas (DSC) confirmaram a estabilidade das cápsulas e a retenção do comportamento térmico desejado.

Quando aplicados aos tecidos, os PCMs encapsulados promoveram modificações relevantes nas propriedades térmicas dos materiais. Os tecidos tratados apresentaram menor condutividade e efusividade térmica, além de comportamento térmico diferenciado durante o aquecimento e o resfriamento, conforme demonstrado por análises de termografia. Esse conjunto de resultados evidencia o potencial dos PCMs encapsulados para uso em materiais têxteis funcionais, com aplicações em conforto térmico e vestuário técnico.

AGRADECIMENTOS

Ao Instituto de Pesquisa Tecnológica – IPT, pelo suporte em todas as análises para a condução da pesquisa.

Ao Laboratório de Tecnologia Têxtil e Produtos de Proteção (LTP) do IPT pela disponibilização da infraestrutura de trabalho.

Ao Laboratório de Processos Químicos e Tecnologia de Partículas do IPT, pela disponibilização da infraestrutura de trabalho.

À Escola de Artes, Ciência e Humanidades EACH da Universidade de São Paulo, pelo apoio na Pesquisa.

Às empresas Lumen Química e Dhaymers, pelo fornecimento dos reagentes utilizados.

REFERÊNCIAS

- DAS, Anik et al. An overview of phase change materials, their production, and applications in textiles. *Results in Engineering*, Dhaka, v. 25, n. 103603, p. 1-33, Dec. 2024.
- FANG, Guiyin et al. Preparation and characterization of novel nanocapsules with n-octadecane core and poly(methyl methacrylate) shell as thermal energy storage materials. *Energy*, Oxford, v. 34, n. 10, p. 1345–1351, Oct. 2009.
- HOSSAIN, Md. Tanvir et al. Fabrications, Classifications, and Environmental Impact of PCM-Incorporated Textiles: Current State and Future Outlook. *ACS Omega*, v. 8, n. 45164–45176, p. 1-13, 2023.
- IQBAL, Kashif et al. Phase change materials, their synthesis and application in textiles—a review. *The Journal of The Textile Institute*, v. 110, n. 8, p. 1-33, Jan. 2019.
- LIMA, Fernando Soares de. *Aplicação e avaliação das propriedades de PCMs encapsulados em artigos têxteis*. Dissertação (Mestrado em Processos Industriais) – Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, São Paulo, 2013.
- NOSARI, I. M. *Desenvolvimento de microcápsulas de parafina com parede de poli (metil metacrilato) para incorporação em compósitos de matriz epóxi*. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2012.
- PAUSE, B. Phase change materials and their application in coatings and laminates for textiles. In: SMITH, W. (Ed.). *Smart textile coatings and laminates*. Cambridge: Woodhead Publishing, 2010. Cap. 9, p. 236-250.
- SÁNCHEZ, C. et al. Encapsulation of PCMs by interfacial polymerization. *Progress in Organic Coatings*, Amsterdam, v. 59, n. 1, p. 52–57, July 2007.
- SARI, Ahmet et al. Microencapsulated n-octacosane as phase change material for thermal energy storage. *Solar Energy*, Oxford, v. 83, n. 10, p. 1757–1763, Oct. 2009.
- SARI, A.; ALKAN, C.; KARAIPEKLI, A. Preparation, characterization and thermal properties of PMMA/n-heptadecane microcapsules as novel solid–liquid microPCM for thermal energy storage. *Applied Energy*, Tokat, p. 1529–1534, 2010.
- TRAN, Nguyen Hoai An; KIRSTEN, Martin; CHERIF, Chokri. New fibers from PCM using the conventional melt spinning process. *AIP Conference Proceedings*, [local de publicação não especificado], v. 2055, n. 060002, p. 1-5, Jan. 2019.
- VARSHNEY, Gunjan; SINGH, Pooja; YADAV, Sarla; KAUR, Raminder. A review on unleashing the potential solution of thermal comfort: Exploring the cutting-edge progress of advanced engineering application of phase change materials integrated textiles. *Sustainable Energy Technologies and Assessments*, v. 72, n. 104089, p. 1-14, Nov. 2024.
- XU, Chengwei et al. 3D cotton-like phase change fibers via electrospinning for thermal management of textile. *Journal of Energy Storage*, v. 84, n. 110991, p. 1-10, Feb. 2024.