

Mestrado Integrado em Engenharia Química

Desenvolvimento de estruturas têxteis com elevado isolamento térmico

Tese de Mestrado

desenvolvida no âmbito da disciplina de

Dissertação em Ambiente Empresarial

Lília Rosa dos Santos Pinto de Almeida



Universidade do Porto
Faculdade de Engenharia

FEUP

Departamento de Engenharia Química

Orientador na FEUP: Doutor Manuel Fernando Pereira

Orientador na empresa: Doutora Andrea Carneiro

Fevereiro de 2010

*Aos meus pais,
Aos meus irmãos,
Ao António.*

*“Só quero saber aquilo que consigo fazer no ar, e o que não consigo, mais nada.
Só quero saber.”*

Richard Bach, Fernão Capelo Gaivota

Agradecimentos

Ao longo destes seis meses em que estive envolvida neste projecto de desenvolvimento tive a oportunidade de contar com o apoio de muitas pessoas que, directa ou indirectamente, contribuíram para a realização desta tese de mestrado.

Aos meus orientadores, Andrea Carneiro e Prof. Manuel Fernando Pereira, desejo agradecer todo o apoio, orientação e ensinamentos dedicados. Não posso deixar também de agradecer ao Tiago Sotto Mayor pela orientação e apoio crítico durante o desenvolvimento da metodologia de utilização da sonda *Therm 2227-2*.

Desejo agradecer de uma forma muito especial à minha amiga e colega de trabalho Bruna Moura, por toda a amizade, dedicação e acompanhamento na utilização dos equipamentos de processamento, bem como pela caracterização das amostras por TGA.

Gostaria de agradecer ao José Carlos Gomes e ao Armando Ferreira o apoio ao laboratório, ao Nelson Duraes pela ajuda no equipamento *Hot Melt* e ao José Fernando por se ter disponibilizado em caracterizar as amostras por microscopia óptica. A todos os restantes colegas de trabalho do CeNTI, que me acompanharam durante estes meses, o meu sincero agradecimento.

Gostaria de agradecer ao CITEVE a utilização do agitador mecânico de ampolas de decantação, da racla, do equipamento *Mathis* para o processo de esgotamento, do secador e da máquina de uniões por ultrasons.

Um especial agradecimento ao CeNTI, na pessoa do seu director, Engenheiro António Vieira, por ter disponibilizado todos os meios e materiais essenciais para a realização do projecto e pela ajuda no financiamento de deslocações e alimentação.

Expresso o meu agradecimento à Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, particularmente ao Departamento de Engenharia Química, por ter possibilitado a realização deste estágio em ambiente empresarial, o qual contribuiu muito positivamente na minha experiência profissional.

Gostaria também de agradecer à Reitoria da Universidade do Porto pelo financiamento deste trabalho, o qual está incluído no Projecto de Investigação Científica na Pré-Graduação 2009, Universidade do Porto e Santander Totta.

Quero agradecer à minha família e aos meus amigos, pelas essenciais palavras de apoio. Finalmente, ao António, que por sempre confiar em mim, me incentivou e apoiou, não só ao longo deste projecto, como ao longo de cada ano de curso.

Resumo

O objectivo deste trabalho consiste no desenvolvimento de estruturas têxteis com propriedades de elevado isolamento térmico, leves e pouco espessas para utilização em condições de frio extremo. Para tal pretende-se incorporar um material nanoestruturado à base de sílica, o composto A, em diferentes substratos/estruturas têxteis.

Actualmente, os substratos têxteis normalmente utilizados para conferir isolamento térmico são espessos e pesados. No sentido de desenvolver materiais pouco espessos e com elevada performance térmica, foram estudadas várias metodologias de incorporação do composto A em substratos/estruturas têxteis, para que a sua aplicação seja viável em condições que exijam elevado isolamento térmico. Recorreu-se a diferentes técnicas de processamento para a sua incorporação em substratos têxteis, nomeadamente o *spraying*, a foulardagem e a raclagem. Os substratos têxteis foram caracterizados antes e após o tratamento com o composto A por: microscopia óptica (MO), termogravimetria (TGA) e a resistência térmica foi avaliada pelo método *Sweating Guarded-Hotplate*, comumente designado por *Skin Model*.

A análise por TGA permitiu concluir que é possível incorporar cerca de 20% do material nanoestruturado por raclagem e que esta é a técnica de incorporação mais eficaz de todas as técnicas estudadas. Os resultados das medições de resistência térmica dos substratos por *Skin Model* mostram uma melhoria após incorporação do material nanoestruturado que depende directamente das características físicas do substrato. Pelo que se concluiu que, materiais mais compactos e menos espessos apresentam melhorias mais significativas no valor de resistência térmica. A diferença observada antes e após o tratamento com composto A está compreendida entre os 70% e os 100%.

Foram ainda desenvolvidas estruturas multicamada com o objectivo de compreender a influência da laminagem de várias camadas de substrato têxtil tratadas, no valor de resistência térmica, tendo-se verificado um aumento de 48% relativamente ao laminado de camadas não tratadas.

Outra abordagem passou pelo desenvolvimento de estruturas híbridas que envolvem a combinação de diferentes materiais tendo em vista o aumento da performance da estrutura final em termos de isolamento térmico. A estrutura híbrida desenvolvida que revelou melhor performance possui uma resistência térmica de $0,48 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$ que corresponde a um aumento de cerca de 250% relativamente ao actual estado da arte para materiais da mesma classe (materiais nanoestruturados à base de sílica).

Palavras Chave (Tema): isolamento térmico, material nanoestruturado, substratos têxteis, estruturas têxteis híbridas.

Abstract

The aim of this project consists on the development of high thermal insulation textile substrates, characterized by lightness and thickness in order to be used in demanding outdoor cold conditions. So that, it is intended to incorporate a nanostructured based silica material (compound A) into different textiles substrates/structures.

Nowadays, the thermal insulation is mainly assured by heavy and thick textiles substrates. In order to develop light materials with high thermal performance, some methodologies were studied to incorporate nanostructured materials into textiles substrates/structures, to be used in demanding outdoor cold conditions. Different techniques were used to incorporate the compound A into the textiles substrates, namely spraying, foulard and knife coating and the developed samples were characterized by optical microscopy (MO) and thermogravimetry (TGA), and the thermal resistance was measured by Sweating Guarded-Hotplate method (SGHP), commonly named Skin Model.

By the TGA analysis it was observed that the best results were obtained through the incorporation of the nanostructured material by knife coating; therefore, this is the most efficient incorporation technique used. The SGHP results show an increase in the thermal resistance values after the compound A incorporation, which depends on the substrate physical characteristics. Namely, more compact and thick materials show the highest thermal resistance. The difference observed before and after treatment with compound A is comprised between 70% and 100%.

A multilayer structure was also developed in order to understand the influence of using treated layers in the thermal resistance value. There was an increase of 48% compared with the non-treated multilayer.

Another approach consisted on developing hybrid structures involving a combination of different materials in order to increase the final structure thermal insulation performance. The hybrid structure developed showed a thermal resistance of $0.48 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$, which corresponds to an increase of 250% concerning the actual state-of-art value for the same class of materials (nanostructured based silica materials)

Keywords: thermal insulation, nanostructured material, textiles substrates, textiles hybrid structures.

Índice

1	Introdução.....	1
1.1	Enquadramento e Apresentação do Projecto.....	1
1.2	Contributos do Trabalho.....	1
1.3	Organização da Tese	2
2	Estado da Arte	3
3	Materiais e Métodos	10
3.1	Abordagem 1: Incorporação do composto A em substratos têxteis	10
3.1.1	Substratos têxteis estudados.....	10
3.1.2	Metodologias de incorporação de composto A nos substratos têxteis	12
3.2	Abordagem 2: Desenvolvimento de estruturas híbridas multicamada com elevado isolamento térmico	15
3.2.1	Desenvolvimento de estruturas multicamada por laminagem	15
3.2.2	Desenvolvimento de estruturas híbridas	16
3.3	Caracterização dos substratos têxteis e das estruturas híbridas desenvolvidas .	18
3.3.1	Microscopia óptica (MO)	18
3.3.2	Termogravimetria (TGA).....	18
3.3.3	Sweating Guarded-Hotplate (SGHP)	18
3.4	Determinação da condutividade térmica de substratos homogéneos e pouco compactos.....	19
4	Discussão dos Resultados	21
4.1	Abordagem 1: Tratamento de substratos têxteis por incorporação do composto A	21
4.2	Abordagem 2: Avaliação da resistência térmica das estruturas híbridas multicamada desenvolvidas.....	30
4.3	Determinação da condutividade térmica de substratos homogéneos e pouco compactos.....	34
5	Conclusões	39

6	Avaliação do trabalho realizado.....	41
6.1	Objectivos Realizados.....	41
6.2	Outros Trabalhos Realizados.....	41
6.3	Limitações e Trabalho Futuro	41
6.4	Apreciação final	42
	Referências	43
Anexo 1	<i>Método Sweating Guarded-Hotplate</i>	48
Anexo 2	Determinação da condutividade térmica de substratos	49

Índice de Tabelas

<i>Tabela 1 - Valores de condutividade térmica ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$) de alguns dos materiais mais isolantes térmicos (AspenAerogels, 2009).</i>	<i>9</i>
<i>Tabela 2 - Esquematização das estruturas híbridas desenvolvidas.....</i>	<i>16</i>
<i>Tabela 3 -Imagens de microscopia óptica do substrato B antes do tratamento e após o tratamento por raclagem e por spraying (ampliação 20x).</i>	<i>26</i>
<i>Tabela 4 - Imagens de microscopia óptica do substrato X antes do tratamento e após o tratamento por spraying e por esgotamento (ampliação 20x).</i>	<i>26</i>
<i>Tabela 5 - Avaliação da repetibilidade dos resultados por cada dia de medições.....</i>	<i>35</i>
<i>Tabela 6 - Avaliação da repetibilidade dos resultados entre os dias de medições.....</i>	<i>36</i>
<i>Tabela 7 - Condições e parâmetros de operação para os dias de medições</i>	<i>49</i>
<i>Tabela 8 - Resultados obtidos e calculados nos três dias de medições.....</i>	<i>51</i>
<i>Tabela 9 - Condições e parâmetros de operação para as medições realizadas utilizando uma base de ferro e uma base de madeira para as montagens</i>	<i>53</i>
<i>Tabela 10 - Condições e parâmetros de operação para as medições realizadas utilizando uma base de ferro para a montagem.....</i>	<i>55</i>

Índice de Figuras

<i>Figura 1 - Esquema ilustrativo do processo de síntese do aerogel. (Aspen Aerogels 2009).....</i>	<i>6</i>
<i>Figura 2 - Esquema representativo do processo de silanização (Adaptado de CabotCorporation, 2009) .</i>	<i>6</i>
<i>Figura 3 - Representação da estrutura Polartec® (Polartec®, 2009).....</i>	<i>7</i>
<i>Figura 4 - Microfibras Thinsulate™ vs. Fibras de poliéster convencionais (3M®, 2009)</i>	<i>8</i>
<i>Figura 5 - Estrutura de um têxtil técnico Windstopper® (Adaptado de Gore®, 2009).....</i>	<i>9</i>
<i>Figura 6 - Estrutura do substrato X (Thermolite®, 2009)</i>	<i>10</i>
<i>Figura 7 - Processo de redução de espessura do material substrato Y (Thermore®, 2009)</i>	<i>10</i>
<i>Figura 9 - Gramagem e espessura dos não-tecidos estudados.....</i>	<i>11</i>
<i>Figura 8 - Microfilamentos de poliéster e poliamida constituintes das microfibras do material substrato Z (Evolon®, 2009).....</i>	<i>11</i>
<i>Figura 10 - Processo de raclagem.....</i>	<i>12</i>
<i>Figura 11 - Racla (Instalações CITEVE).....</i>	<i>13</i>
<i>Figura 12 - Processo de spraying.....</i>	<i>13</i>
<i>Figura 13 - Esquema do processo de foulardagem utilizado para tratamento de substratos têxteis....</i>	<i>14</i>
<i>Figura 14 - Imagens do equipamento Hot Melt (Instalações CeNTI).....</i>	<i>15</i>
<i>Figura 15 - Montagem utilizada durante as primeira e segunda fases de testes</i>	<i>20</i>
<i>Figura 16 - Montagem utilizada durante as segunda e terceira fases de testes</i>	<i>20</i>
<i>Figura 17 - Representação gráfica dos resultados obtidos para o composto A, para substrato B tratado por raclagem e para o substrato B não tratado, por TGA.....</i>	<i>22</i>
<i>Figura 18 - Percentagem da quantidade de composto A nas amostras do substrato B para quantidades de composto A por massa de substratos de 15%, 20%, 30% e 45%.....</i>	<i>23</i>
<i>Figura 19- Percentagem da quantidade de composto A nas amostras de substrato A tratadas por raclagem por aplicação de formulação contendo 0,1%, 0,5% e 1% de PU</i>	<i>24</i>
<i>Figura 20 - Percentagem da quantidade de composto A nas amostras do substrato B incorporada por tratamento por raclagem, spraying, foulardagem, esgotamento realizado em laboratório e esgotamento das fibras de poliéster.</i>	<i>25</i>
<i>Figura 21 - Resistência térmica dos substratos têxteis antes e após o tratamento por spraying.....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 22 - Resistência térmica dos substratos têxteis antes e após o tratamento por foulardagem ...</i>	<i>28</i>
<i>Figura 23 - Resistência térmica dos substratos têxteis antes e após o tratamento por raclagem.....</i>	<i>28</i>
<i>Figura 24 - Resistência térmica do substrato B tratado por raclagem, spraying e foulardagem</i>	<i>29</i>

<i>Figura 25 - Resistência térmica das estruturas laminadas: 3 camadas de substrato B, antes e após do tratamento por raclagem; 1 camada de substrato X1 com 1 camada de substrato X2, antes e após o tratamento por spraying.</i>	<i>31</i>
<i>Figura 26 - Resistência térmica, gramagem e espessura das estruturas híbridas desenvolvidas.</i>	<i>32</i>
<i>Figura 27 - a) Imagem de infravermelho obtidas pela análise no manequim térmico da estrutura 7: as zonas de cor laranja indicam a perda de calor pelas uniões; b) os máximos de valor de temperatura indicam as zonas de perda de calor pelas uniões.</i>	<i>33</i>
<i>Figura 28- Resultados de condutividade térmica e respectivos intervalos de confiança com 95% de probabilidade, para os dias de medição.....</i>	<i>35</i>
<i>Figura 29 - Resultados de condutividade térmica k e respectivos intervalos de confiança, para medições utilizando uma base de montagem em madeira e em ferro, e 2 camadas de substrato X</i>	<i>37</i>
<i>Figura 30 - Resultados de condutividade térmica k e respectivos intervalos de confiança, para medições usando 1 camada e 2 camadas de substrato X</i>	<i>37</i>
<i>Figura 31 - Skin Model a) equipamento; b) câmara de teste com amostra preparada para análise</i>	<i>48</i>
<i>Figura 32 - Montagem utilizada durante a 1ª fase de medições.....</i>	<i>50</i>
<i>Figura 33 - Exemplificação dos passos necessários para a medição da condutividade térmica de substratos têxteis utilizando o equipamento Therm 2227-2, durante a 1ª fase de testes</i>	<i>50</i>
<i>Figura 34 - Variação da a) condutividade térmica do substrato X1, b) da humidade relativa e da c) temperatura do Laboratório de Química (CeNTI) e d) da temperatura inicial da sonda e respectivos intervalos de confiança com 95% de probabilidade, para os dias de medição</i>	<i>51</i>
<i>Figura 35 - Instrumentos utilizados durante a 2ª fase de medições</i>	<i>53</i>
<i>Figura 36 - Exemplificação dos passos necessários para a medição da condutividade térmica de substratos têxteis utilizando o equipamento Therm 2227-2 durante a 2ª fase de testes</i>	<i>54</i>
<i>Figura 37 - Instrumentos utilizados durante a 3ª fase de medições</i>	<i>55</i>

Notação e Glossário

T_a	temperatura do fluxo de ar no SGHP	°C
T_m	temperatura da placa aquecida no SGHP	°C
A	área de análise no SGHP	m ²
R_{ct}	resistência térmica	m ² ·K·W ⁻¹
Q	fluxo de calor	W
l	espessura da amostra	m
$P_{aplicada}$	pressão aplicada	N
RH	humidade relativa	%
T_{lab}	temperatura do laboratório	°C
T_{sonda}	temperatura inicial da sonda do equipamento <i>Therm 2227-2</i>	°C
k	condutividade térmica	W·m ⁻¹ ·K ⁻¹
$k_{máx}$	condutividade térmica máxima	W·m ⁻¹ ·K ⁻¹
$k_{mín}$	condutividade térmica mínima	W·m ⁻¹ ·K ⁻¹
$\langle k \rangle$	condutividade térmica média	W·m ⁻¹ ·K ⁻¹
σ^2	variância	
$Wc(n)$	amplitude crítica de n medições	
σ	desvio padrão	
n	número de medições	
t	valor de t de Student	

Lista de Siglas

CeNTI	Centro de Nanotecnologia de Materiais Técnicos, Funcionais e Inteligentes
CITEVE	Centro Tecnológico das Indústrias Têxtil e do Vestuário de Portugal
MO	Microscopia óptica
TGA	Termogravimetria
SGHP	<i>Sweating Guarded-Hotplate</i>
LoPo	<i>Low-Power-Key</i>
HiPo	<i>High-Power-Key</i>

1 Introdução

1.1 Enquadramento e Apresentação do Projecto

O mercado dos produtos para isolamento térmico está em visível expansão. Na indústria têxtil, surgem cada vez mais materiais com elevada performance, no entanto estes materiais são normalmente espessos e pesados, pelo que podem não conferir o conforto desejado pelo utilizador.

O projecto apresentado tem como objectivo o desenvolvimento de estruturas têxteis com elevado isolamento térmico e que ao mesmo tempo sejam leves e pouco espessas, favorecendo o conforto da estrutura final. Neste sentido foram estudadas várias metodologias de incorporação de um material com baixa condutividade térmica em substratos têxteis, de baixa espessura e gramagem, para que a sua aplicação seja viável em condições extremas de frio.

O material utilizado neste trabalho possui características hidrofóbicas, baixa densidade e baixa condutividade térmica. O aspecto inovador deste projecto consiste em processar o material nanoestruturado, a fim de que as tradicionais técnicas de processamento utilizadas na indústria têxtil permitam a sua incorporação nos substratos têxteis e, conseqüentemente, o melhoramento do isolamento térmico dos materiais processados.

1.2 Contributos do Trabalho

O trabalho realizado teve como background áreas disciplinares como a Engenharia de Produto, a Engenharia de Materiais, a Engenharia Química e a Engenharia Têxtil.

O CeNTI, como centro de investigação e desenvolvimento tecnológico, tem a seu cargo projectos de investigação aplicada que contemplam todas estas áreas de desenvolvimento. O desenvolvimento de materiais inovadores para as Indústrias Têxtil e Vestuário é uma das áreas de actuação e de interesse do CeNTI. É neste contexto que se insere o presente trabalho: dar respostas e conhecimento crítico que ajudarão este centro de investigação a ir ao encontro de soluções para os diferentes projectos a que se propõe, na área do isolamento térmico.

1.3 Organização da Tese

Esta tese está dividida em diferentes secções.

No “Estado da arte” é feita uma descrição do actual estado da arte relativo ao conforto e protecção associado a vestuário para isolamento térmico em condições climáticas de frio extremo, com especial ênfase para os materiais e produtos actualmente mais utilizados para isolamento térmico para este tipo de aplicação, destacando-se o aerogel, como sendo o melhor isolante térmico conhecido.

Na secção “Materiais e Métodos” são apresentados os substratos têxteis e técnicas de processamento utilizados, bem como as técnicas aplicadas para caracterização das amostras obtidas. Nesta secção é também apresentado o procedimento utilizado para determinação da condutividade térmica de substratos têxteis homogéneos e pouco compactos.

Na “Discussão de Resultados” são expostos e discutidos os principais resultados obtidos durante o desenvolvimento deste projecto.

Na última secção, “Conclusões” são apresentadas as principais conclusões deste projecto de desenvolvimento.

2 Estado da Arte

Actualmente, e em algumas áreas específicas, como a construção, o vestuário de protecção e de desporto, o isolamento térmico é cada vez mais encarado como uma necessidade. A sua importância vai para além do conforto térmico (conforto no interior de edifícios e do conforto do vestuário) revelando-se também importante a nível económico (poupança energética) e ao nível da segurança industrial e pessoal. Este trabalho foi desenvolvido no sentido de melhorar a performance de estruturas têxteis ao nível do isolamento térmico.

Muitas actividades, quer profissionais quer de lazer, decorrem sob condições climáticas de frio extremo, colocando a segurança do indivíduo sob risco constante. Deste modo, o indivíduo necessita de utilizar vestuário de protecção adequado. De acordo com a directiva 89/686/CEE para Equipamento de Protecção Individual (EPI), “entende-se por EPI: qualquer equipamento destinado a ser usado ou detido pelo trabalhador para sua protecção contra um ou mais riscos susceptíveis de ameaçar a sua segurança ou saúde no trabalho”. Assim, qualquer fabricante deste tipo de equipamento deverá ter em conta “as exigências essenciais de segurança a satisfazer pelos EPI com vista a preservar a saúde e a garantir a segurança dos utilizadores”. Desta forma, o isolamento térmico em alguns casos é um requisito essencial e a ter em conta.

O conforto térmico é de extrema importância quando falamos sobre vestuário, quer seja de protecção, quer seja para actividades de lazer. O conforto térmico é definido como “o estado de espírito que expressa satisfação relativamente ao ambiente térmico” (ISO 7730:2005).

Os factores que afectam o conforto térmico de vestuário são a perda/ganho de calor por radiação, condução e convecção, a perda/ganho de calor por evaporação do suor, o esforço físico produzido pelo indivíduo, e o ambiente. Os quatro parâmetros básicos ambientais que afectam a resposta humana são a temperatura, a humidade, a velocidade relativa do ar e a temperatura radiante média (Rossi, 2005). Tendo em conta estes factores, o vestuário deve fornecer protecção térmica e ao mesmo tempo permitir a respirabilidade.

O ser humano é homeotérmico, ou seja, necessita de manter a sua temperatura corporal a cerca de 37°C (Rossi, 2005). Sob condições estacionárias, a velocidade total de transferência de calor no corpo humano é igual à velocidade de geração metabólica de calor, que varia de cerca de 100 W para actividades leves até 1000 W para trabalho físico pesado (Çengel, 1998). Assim, o equilíbrio entre a geração metabólica de calor e as trocas com o meio ambiente, é essencial para o bem-estar do corpo humano. O calor corporal é dissipado para o ambiente através da pele e dos pulmões por convecção e radiação na forma de calor sensível, e por evaporação como calor latente. O papel do vestuário é impedir a perda excessiva de calor

entre o corpo e o meio ambiente, promovendo o equilíbrio térmico (Babus'Haq, Hiasat *et al.*, 1996).

Frydrych *et al.* (2002) demonstrou que o isolamento térmico proporcionado por uma peça de vestuário é determinado pelo volume de ar nela retido e está relacionado com elevados valores de resistência térmica (R_{ct}) da estrutura têxtil. O aumento da espessura da estrutura têxtil leva ao aumento da resistência térmica e da mesma forma à diminuição das perdas de calor (Frydrych, Dziworska *et al.*, 2002; Abdel-Rehim, Saad *et al.*, 2006; Stankovic, Popovic *et al.*, 2008). A seguinte equação relaciona a resistência térmica com a condutividade térmica dos materiais,

$$R_{ct} = \frac{l}{k} \quad (2.1)$$

Onde R_{ct} é a resistência térmica ($\text{m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$), l é a espessura do tecido (m^2) e k é a condutividade térmica $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

Existem várias metodologias para avaliação do conforto térmico de vestuário, nomeadamente o método “*Sweating Guarded-Hotplate*”, manequins fixos ou móveis e programas de simulação computacional, que foram desenvolvidas na tentativa de simular as trocas de calor que ocorrem entre o corpo e o meio ambiente (Huang, 2006; Aihua, Yi *et al.*, 2008; Kilic, Sevilgen, 2008; Moura, 2009).

Estado da arte dos materiais para isolamento térmico

Entre os materiais mais utilizados em estruturas para protecção térmica salientam-se as fibras de poliéster, mais concretamente as microfibras de poliéster e penas de aves (pato, ganso, etc.). Relativamente às fibras de poliéster, Schacher *et al.* (2000) realizaram um estudo comparativo entre as microfibras de poliéster e as fibras de poliéster convencionais e verificaram que os substratos à base de microfibras de poliéster revelam melhores propriedades isolantes (Schacher, Adolphe *et al.*, 2000).

Os materiais de mudança de fase (PCMs, *Phase-change materials*) são também utilizados em estruturas para isolamento térmico e actuam com base no princípio “mudança de fase”, ou seja, armazenam e libertam energia através da mudança de fase de uma substância (p.e. nonadecano). Estas substâncias têm vindo a ser cada vez mais incorporados em substratos têxteis no sentido de melhorar as suas características térmicas (Holmér, 2005; Mondal, 2008). Vários desenvolvimentos foram alcançados no sentido de otimizar a utilização dos PCMs em substratos têxteis (Hart, 1995; Kaul, 2005; Mondal, 2008)

O desenvolvimento de nanomateriais tem vindo a ser cada vez mais objecto de estudo na área da ciência dos materiais e como tal a sua utilização no desenvolvimento de novas estruturas é cada vez mais recorrente. Entende-se por nanomaterial todo o material que possua pelo menos uma dimensão a uma escala inferior a 100 nm. (Höffele, Russell *et al.*, 2005). Os nanomateriais normalmente utilizados para promover o isolamento térmico são materiais com uma estrutura nanoporosa. Estes são constituídos maioritariamente por ar e possuem uma baixa densidade. Desta forma, a baixa condutividade térmica do ar e a capacidade de barreira ao fluxo de ar livre tornam estes materiais ambicionados na área do isolamento térmico, possuindo uma baixa condutividade térmica, inferior à própria condutividade térmica do ar.

Um material nanoporoso promissor na área do isolamento térmico é o aerogel. De entre os tipos de aerogéis existentes, o mais divulgado e utilizado é o aerogel à base de sílica, sendo este constituído por 95-98% de ar em volume e SiO_2 , com tamanho de poros na ordem dos 20 nm e uma condutividade térmica de cerca de $[0,013-0,020] \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. (Pierre, Pajonk, 2002; Dorcheh, Abbasi, 2008)

Como foi referido anteriormente, a transferência da energia térmica através de um material isolante ocorre através de três mecanismos: condução, convecção e radiação.

A condução é uma propriedade intrínseca do material. Para a sílica densa, a condução é relativamente alta, no entanto, a sílica aerogel possui uma muito pequena fracção de sílica sólida (~1-10% em volume) (Dorcheh, Abbasi, 2008), sendo a condução de energia térmica considerada desprezável.

A transferência de calor através do ar (convecção) é realizada através de colisões moleculares. As moléculas em movimento rápido colidem com as moléculas em movimento lento promovendo a transferência de energia. A estrutura nanoporosa do aerogel funciona como uma barreira às colisões entre as moléculas de gás, fazendo com que estas não colidam umas com as outras, mas sim com as paredes dos poros do aerogel. (Höffele, Russell *et al.*, 2005).

O transporte de energia térmica por radiação infravermelha (IV) no aerogel é também um mecanismo a ter em conta. A baixas temperaturas, o transporte térmico por IV é baixo, mas a altas temperaturas torna-se o mecanismo dominante de transporte térmico (Dorcheh, Abbasi, 2008; EETD, 2009).

O aerogel é um material que resulta de um processo de síntese em duas fases: processo sol-gel seguido de um processo de secagem (Figura 1) (Brinker, 2006).

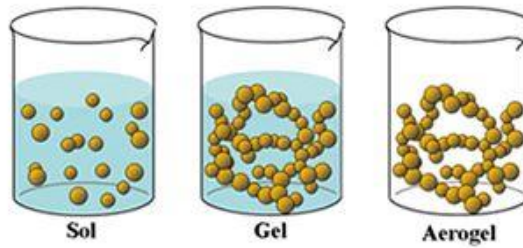


Figura 1 - Esquema ilustrativo do processo de síntese do aerogel. (Aspen Aerogels 2009)

O processo de secagem do gel pode ser realizado por extracção supercrítica com CO_2 ou por secagem subcrítica à pressão atmosférica. O controlo das condições de secagem é de extrema importância, na medida em que a diminuição da tensão superficial entre o líquido e a superfície dos poros deve ser de tal forma controlada que permita a substituição do líquido por gás, sem destruir a estrutura porosa do aerogel (AspenAerogels, 2009).

O aerogel apresenta normalmente características hidrofílicas. No entanto, para isolamento térmico esta característica não é vantajosa, na medida em que a hidrofiliidade do aerogel poderá levar à condensação de água no interior dos poros levando ao colapso dos mesmos (Hwang, Kim *et al.*, 2008). A manutenção da estrutura porosa é importante para desempenhar o papel de barreira ao fluxo de ar.

Para conferir hidrofobicidade ao aerogel procede-se normalmente a uma reacção de silanização (Figura 2), que consiste na substituição dos grupos silanol por cadeias alquilo (Dorcheh, Abbasi, 2008).



Figura 2 - Esquema representativo do processo de silanização (Adaptado de CabotCorporation, 2009)

Existem contudo outras metodologias para tornar o aerogel de sílica hidrofóbico, nomeadamente por reacção com metanol gasoso (Lee, Kim *et al.*, 1995).

Uma outra possível abordagem para o melhoramento das propriedades isolantes térmicas consiste na utilização de materiais reflectores (p.e. membranas metalizadas). Sendo derivados da tecnologia aeroespacial, estes materiais são utilizados em vestuário e em *kits* de sobrevivência. O princípio de utilização destes materiais consiste na reflexão de parte do calor corporal perdido por radiação, de volta para a pele (Holmér, 2005).

Estado da arte de produtos para isolamento térmico

Várias empresas com presença no mercado criaram produtos de elevada performance, no sentido de implementar as tecnologias emergentes na área do isolamento térmico.

A empresa Midé desenvolveu um sistema inteligente de protecção térmica denominado *Variloft*, baseado na utilização de materiais (p.e. *shape memory polymers*) que são activados à medida que a temperatura vai diminuindo, expandindo e encurralando o ar (Midé, 2009)

A *Stratermic*, pertencente ao grupo *Decathlon SA*, desenvolve produtos de elevado isolamento térmico que envolvem a utilização de penas, lã cardada, enchimentos com microfibras de poliéster e estruturas hermeticamente fechadas que armazenam o ar. Ou seja, todos os produtos desenvolvidos têm por base o “conceito ar”. Os materiais isolantes desenvolvidos pela *Stratermic* conferem conforto térmico a temperaturas que se situam no intervalo entre - 50°C e 18°C (*Stratermic*®, 2009).

O *Thermolite*®, originalmente desenvolvido pela *DuPont*™, é um material constituído por fibras ocas de poliéster organizadas de forma a criarem uma estrutura aberta que retém o ar. Esta característica confere alto isolamento térmico e baixa densidade (*Advansa*, 2009).

A *Polartec*® é uma empresa criada em 2007 e parte da sua investigação incide sobre vestuário para protecção térmica. Um dos produtos desenvolvidos, o *Polartec*® *Classic*, tem por base uma estrutura em velo, 100% poliéster, que proporciona isolamento térmico, como mostra a Figura 3 (*Polartec*®, 2009).

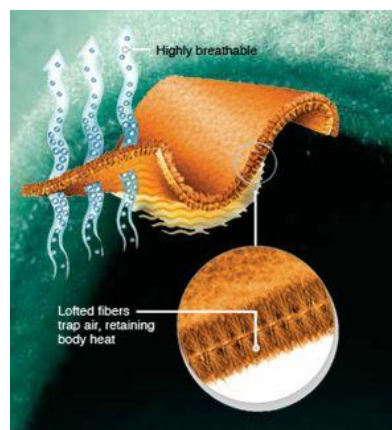


Figura 3 - Representação da estrutura *Polartec*® (*Polartec*®, 2009)

Um outro material inovador na área do isolamento térmico para ambientes frios é o *Thinsulate*™, desenvolvido pela empresa 3M. Este material é constituído por microfibras de poliéster que permitem a retenção de mais ar no seu interior em menos espaço, quando

comparadas com as fibras de poliéster convencionais (ver Figura 4). Da mesma forma, o facto de existirem mais fibras no mesmo espaço permite a reflexão mais eficiente do calor radiante do corpo (3M®, 2009).



Figura 4 - Microfibras Thinsulate™ vs. Fibras de poliéster convencionais (3M®, 2009)

A incorporação de aerogel em produtos para isolamento térmico tem vindo a ser explorada pelas empresas *Aspen Aerogels* e *Cabot Corporation*. Estas empresas disponibilizam actualmente no mercado produtos para utilização em temperaturas extremas baseados em não-tecidos com aerogel. O processo de produção destes não-tecidos passa pela síntese do aerogel *in situ* na matriz das fibras (p.e. poliéster). Dependendo das técnicas de produção utilizadas e das características finais do não-tecido, estes materiais têm diversas aplicações comerciais, entre as quais, isolamento acústico e térmico de edifícios (Deshpande, Smith *et al.*, 1996; Ackerman, Field *et al.*, 2003; Frank, Zimmermann, 2005; Tang, Polli *et al.*, 2009), protecção térmica de equipamentos industriais (Field, Scheidemantel, 2004; Menashi, Bauer *et al.*, 2008; Tomich, 2008), vestuário para isolamento térmico (Stepanian, Gould *et al.*, 2002; Stepanian, 2007) entre outros. No que diz respeito à aplicação em vestuário, estes materiais possuem algumas limitações em características essenciais, tais como flexibilidade, impermeabilidade, respirabilidade e espessura (Frank, Zimmermann, 2005; Stepanian, 2007; Menashi, Bauer *et al.*, 2008; AspenAerogels, 2009; CabotCorporation, 2009). Vários estudos têm sido efectuados por outros autores no sentido de melhorar as propriedades do produto final (Rouanet, Massey *et al.*, 2006; Sannino, Maffezzoli *et al.*, 2006; Schneider, White, 2008). Várias aplicações foram desenvolvidas com base nesta tecnologia (Gore, Allen Jr., 1980; Mcgregor, Minor, 1996).

Para além do isolamento térmico, a respirabilidade é também um factor muito importantes e a ter em conta no desenvolvimento de estruturas têxteis de forma a permitir o controlo da humidade no corpo humano. Para tal, utilizam-se normalmente materiais micro-porosos que permitem a respirabilidade do têxtil e ao mesmo tempo protegem contra a chuva ou neve. Estes materiais inovadores possuem pequenos poros que permitem a passagem do vapor de

água para o exterior e bloqueiam a passagem da água no estado líquido para o interior (Holmér, 2005).

A Gore & Associates, com base nas patenteadas membranas *Gore-Tex*[®] e *Windstopper*[®], produz vestuário de protecção de alta performance que consiste em laminados com uma membrana à base de um politetrafluoretileno extenso extremamente poroso (Gore, 1976) e, por esse motivo, altamente respirável. Esta membrana está normalmente compreendida entre duas camadas protectoras robustas, normalmente em poliéster (ver Figura 5) (Dutta, Henn, 1997; Gore[®], 2009).

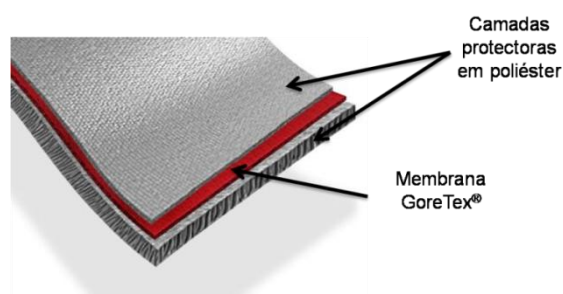


Figura 5 - Estrutura de um têxtil técnico Windstopper[®] (Adaptado de Gore[®], 2009)

Apresenta-se de seguida, na Tabela 1, valores de condutividade térmica de um conjunto de materiais normalmente utilizados em aplicações que exijam elevado isolamento térmico.

Tabela 1 - Valores de condutividade térmica ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$) de alguns dos materiais mais isolantes térmicos (AspenAerogels, 2009).

Aerogel	0,013
Blanket Aspen	0,025
Blanket Cabot	0,012
Espuma de poliuretano	0,024-0,030
Espuma de poliestireno	0,033-0,035
Fibra de vidro	0,038-0,042
Tecido isolante de poliéster	0,038-0,047

O objectivo deste trabalho é o desenvolvimento de estruturas têxteis com elevado isolamento térmico para aplicação em condições de frio extremo. Neste sentido, foi utilizado um material nanoestruturado, de agora em diante designado por composto A, para incorporação em substratos e estruturas têxteis. Foram utilizadas diferentes técnicas de processamento para incorporação do composto A nos diversos substratos têxteis seleccionados.

3 Materiais e Métodos

O trabalho experimental realizado no âmbito deste projecto consistiu na incorporação de um composto nanoestruturado à base de sílica (composto A) em diferentes substratos têxteis e na construção de estruturas têxteis híbridas multicamada, com o objectivo de melhorar as propriedades de isolamento térmico.

3.1 Abordagem 1: Incorporação do composto A em substratos têxteis

Numa primeira abordagem, para o desenvolvimento de estruturas têxteis com elevado isolamento térmico, foi estudada a incorporação do composto A em diferentes substratos têxteis por diferentes técnicas de processamento.

3.1.1 Substratos têxteis estudados

Os substratos têxteis utilizados neste trabalho foram não-tecidos. Conforme a norma NBR-13370 não-tecido é um tipo de estrutura plana, flexível e porosa, constituída por um manto de fibras ou filamentos, orientados de forma direccional ou ao acaso, e consolidados por processos mecânicos (fricção), químicos (adesão) e/ou térmicos (coesão), ou combinações destes. Contrariamente aos tecidos, um não tecido não envolve processo de tecelagem.

Os não-tecidos utilizados neste trabalho são constituídos por fibras poliméricas à base de poliéster, e variam entre si nas suas características físicas e estruturais nomeadamente espessura e gramagem. De seguida são apresentadas as principais características dos não-tecidos estudados.



Figura 6 - Estrutura do substrato X
(Thermolite®, 2009)

O substrato X é um material constituído por fibras ocas de poliéster que o torna leve e flexível (Figura 6). Por si só, o substrato X possui boas qualidades de isolamento térmico e hidrofobicidade à superfície.

O substrato Y é um material constituído por fibras de poliéster e possui uma estrutura flexível. Após um processo de redução de espessura (Figura 7), este material mantém as propriedades de isolamento térmico.

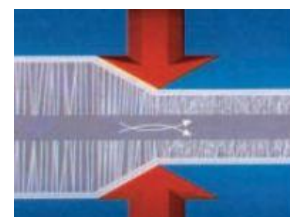
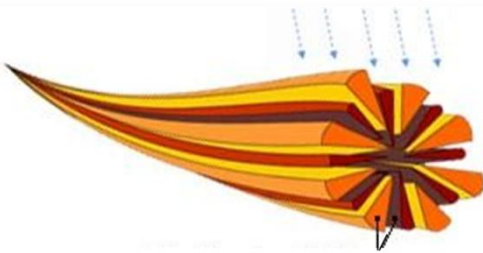


Figura 7 - Processo de redução de espessura do material substrato Y
(Thermore®, 2009)



Microfilamentos de poliéster e de poliamida

Figura 8 - Microfilamentos de poliéster e poliamida
constituíntes das microfibras do material substrato Z

(Evolon®, 2009)

O substrato Z é um material que possui uma mistura aleatória de microfibras constituídas por microfilamentos de poliéster e de poliamida (Figura 8). É um material leve e respirável.

Neste trabalho foram ainda utilizados não tecidos de poliéster convencional constituídos por fibras de poliéster, com diferentes compacidades (o substrato A e o substrato B), um não-tecido do tipo *Spunbond* constituídos por fibras de poliéster (substrato D) e uma entretela com revestimento de poliuretano (substrato C).

Cada não-tecido varia entre si a nível da compacidade e da gramagem. Na figura 9, são apresentados os diferentes substratos estudados, em termos de gramagem e espessura. Os substratos X, Y e Z foram adquiridos em diferentes gramagens, representados por X1 e X2, por Y1 e Y2, e por Z1 e Z2. Como se pode observar na Figura 9, foram seleccionados substratos com gramagens e compacidades muito distintas para estudar o efeito destas duas variáveis. A compacidade está estreitamente relacionada com a espessura dos substratos, ou seja, quanto menos espesso, mais compacto é um substrato.

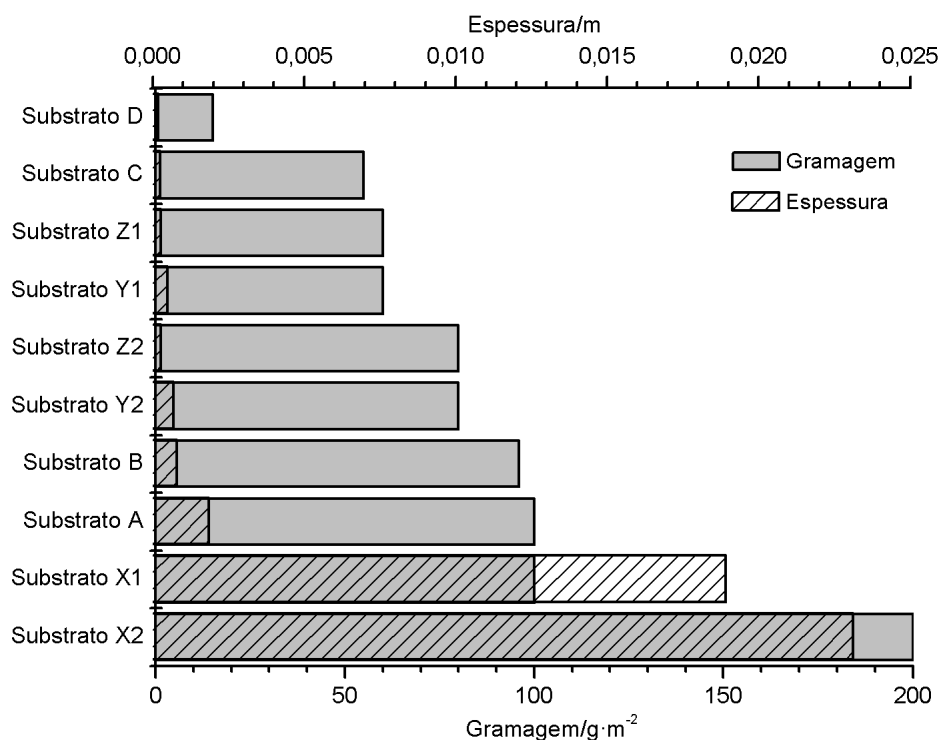


Figura 9 - Gramagem e espessura dos não-tecidos estudados.

Os substratos têxteis foram tratados por diferentes técnicas, de acordo com as suas características físicas e estruturais, com o objectivo de incorporar uma maior quantidade de composto A possível, na medida em que se espera que este contribua positivamente para o melhoramento do isolamento térmico. Os substratos têxteis que permitiram uma maior incorporação de composto A foram caracterizados em termos de isolamento térmico.

3.1.2 Metodologias de incorporação de composto A nos substratos têxteis

O composto A é um material nanoestruturado à base de sílica, de baixa densidade e com elevadas potencialidades na área do isolamento térmico dada a sua baixa condutividade térmica. Os substratos foram tratados com o composto A através da utilização de diferentes técnicas de processamento, de acordo com as suas características físicas e estruturais. A compacidade dos substratos têxteis foi determinante na selecção das técnicas de processamento que foram a raclagem, o *spraying* e a fouldagem.

3.1.2.1 Raclagem

O processo de raclagem consiste na aplicação de um revestimento sobre o substrato que passa entre a racla e um suporte cilíndrico. A função da racla é eliminar o excesso do material de revestimento à medida que este passa entre a racla e o substrato a uma determinada distância (Figura 10). Com esta técnica de processamento consegue-se normalmente aplicar/incorporar uma quantidade de material (neste caso composto A) superior às restantes técnicas. O tratamento por raclagem requer a formação prévia de uma pasta. Assim, para formação da pasta de composto A colocou-se sobre agitação vigorosa uma formulação composta por água, agente tensoactivo e composto A, com um tamanho de partículas compreendido entre 5µm - 15 µm. Foi necessária a adição de um agente tensoactivo para formação da pasta, dadas as características hidrofóbicas do composto A

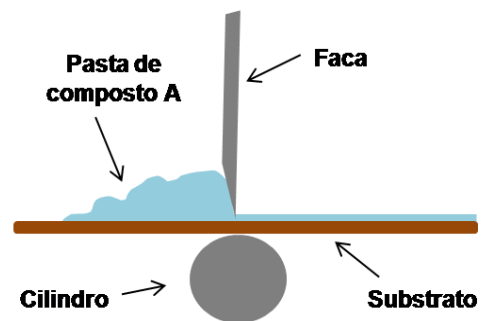


Figura 10 - Processo de raclagem

A formulação foi agitada num agitador mecânico de ampolas de decantação (*Agitelec*, da J. Toulemonde & Cie), disponível nas instalações do CITEVE.

No sentido de promover a ligação das partículas de composto A ao substrato têxtil estudou-se o efeito da adição de uma pequena quantidade de um ligante. Deste modo, adicionaram-se diferentes quantidades de um poliuretano (PU), entre 0,1% a 1%, à formulação.

O processamento por raclagem está limitado às características estruturais dos substratos, pelo que apenas permite o tratamento de substratos compactos e resistentes às forças mecânicas inerentes ao processo. Deste modo, foi apenas possível processar os substratos compactos, ou seja, substrato C, o substrato D, o substrato Z1 e o substrato Z2, o substrato B e o substrato A. A raclagem foi realizada na racla disponível nas instalações do CITEVE (Figura 11).



Figura 11 - Racla (Instalações CITEVE)

Após a aplicação do revestimento de composto A os substratos foram submetidos a um processo de secagem a uma temperatura de 120°C durante 1 hora.

3.1.2.2 *Spraying*

O processo de *spraying* consiste na aplicação de um dado material através de uma pistola de alimentação por gravidade.

Neste trabalho, o *spraying* foi utilizado para incorporação do composto A nos substratos têxteis (Figura 12). Não existem limitações no que diz respeito às características dos substratos tratados por esta técnica.

Para a incorporação do composto A por *spraying* foi utilizada uma dispersão de composto A. A



Figura 12 - Processo de *spraying*

dispersão de composto A foi obtida aumentando o volume de água à formulação estabelecida para a formação da pasta referida anteriormente, e de igual modo por agitação no agitador de ampolas de decantação *Agitelec*. Neste caso também foi estudado o efeito da adição de PU à formulação. A dispersão foi aplicada até saturação do substrato têxtil a tratar. Finalizado este processo, os substratos foram secos a 120°C durante 12 horas.

3.1.2.3 Foulardagem

A foulardagem consiste na impregnação de substâncias químicas (p.e. corantes e produtos de acabamento) em substratos têxteis utilizando uma máquina característica do processo conhecida por *Foulard* (Galileu, 2010). A Figura 13 mostra um esquema do processo de foulardagem utilizado neste trabalho para tratamento dos substratos têxteis com uma

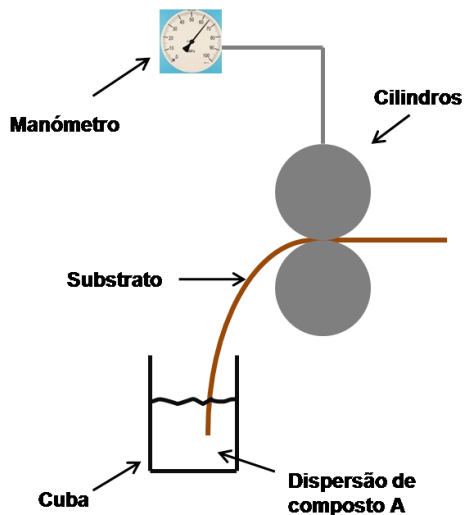


Figura 13 - Esquema do processo de foulardagem utilizado para tratamento de substratos têxteis

dispersão de composto A. Num primeiro passo, o substrato têxtil foi inserido dentro de uma cuba contendo a dispersão de composto A. Seguidamente, a dispersão de composto A impregnada no substrato têxtil foi distribuída uniformemente pela acção de dois cilindros de borracha que, mantendo o tecido sob pressão, regularizaram a quantidade de dispersão de composto A. Por último, os substratos têxteis passaram por um processo de secagem a uma temperatura de 120°C durante 1 hora. Uma vez que o processo implica a passagem dos substratos têxteis entre dois cilindros, e à semelhança do que acontece no caso da raclagem, os substratos têxteis a tratar devem ser compactos.

Previamente à incorporação do composto A nos substratos, pelas técnicas acima mencionadas, foi feito um estudo de optimização da quantidade de composto A utilizada para a formulação por massa de substrato. Para tal, foram tratados por raclagem provetes de substrato B com 15%, 20%, 30% e 45% de composto A por massa de substrato.

As amostras obtidas foram caracterizadas por técnicas que permitiram concluir acerca da quantidade de composto A incorporado nos substratos têxteis, bem como a performance a nível do isolamento térmico.

3.2 Abordagem 2: Desenvolvimento de estruturas híbridas multicamada com elevado isolamento térmico

3.2.1 Desenvolvimento de estruturas multicamada por laminagem

A laminagem permite o processamento de estruturas multicamada por adesão de várias camadas individuais de substratos. Neste trabalho, efectuou-se a laminagem de diferentes substratos (antes e/ou após tratamento com o composto A) para obtenção de estruturas com diferentes camadas e avaliação do efeito do número de camadas na performance térmica da estrutura final. O equipamento utilizado foi o *Hot Melt* (Figura 14), disponível nas instalações do CeNTI.

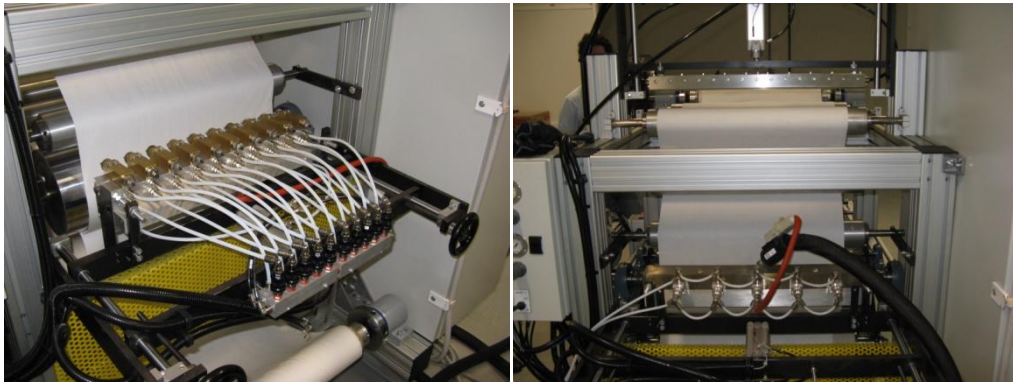


Figura 14 - Imagens do equipamento Hot Melt (Instalações CeNTI)

Durante o processo de laminagem, uma das camadas de substrato recebe vários jactos controlados de adesivo que permite, ao passar pela calandra, a adesão a uma segunda camada de substrato têxtil.

3.2.2 Desenvolvimento de estruturas híbridas

Numa segunda abordagem para o desenvolvimento de estruturas têxteis com elevado isolamento térmico, foram concebidas várias estruturas multicamada envolvendo combinações de diferentes materiais, incluindo o composto A. Dadas as dimensões micrométricas do composto A foi fundamental a pesquisa e selecção de um material barreira ao composto A. Para tal, utilizou-se um tecido de nylon, impermeabilizado com PU, com uma gramagem entre 65-70 g·m⁻². Na Tabela 2 apresentam-se os esquemas das diversas estruturas desenvolvidas de tamanho 0,30 x 0,30 m (para permitir medição no *Skin Model*) e respectiva composição.

Tabela 2 - Esquematisação das estruturas híbridas desenvolvidas.

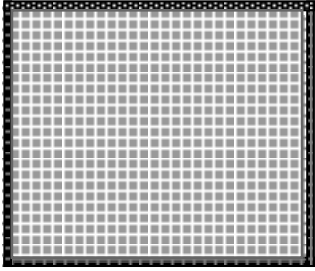
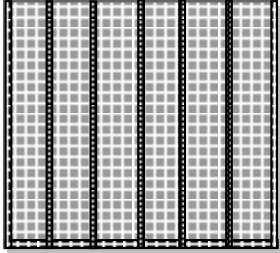
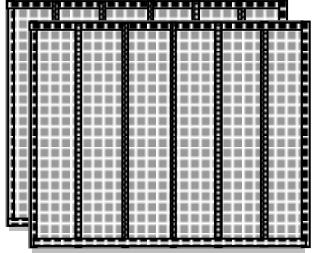
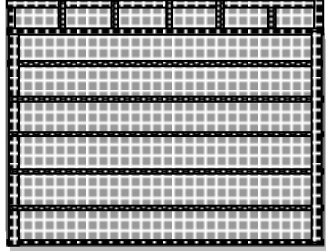
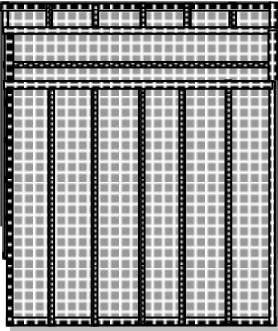
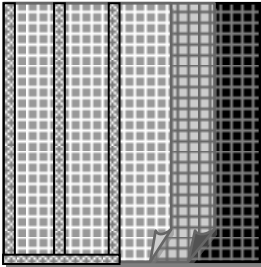
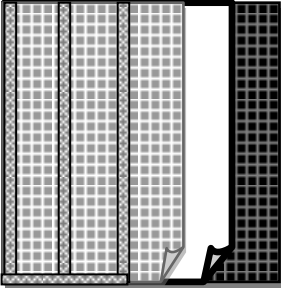
<p>Estrutura 1 Camada 1 - tecido de nylon Enchimento - composto A Camada 2 - tecido de nylon Geometria - quadrangular 0,30 x 0,30 cm</p>	
<p>Estrutura 2 Camada 1 - tecido de nylon Enchimento - composto A Camada 2 - tecido de nylon Geometria - quadrangular 0,30 x 0,30 cm; uniões paralelas com espaçamento de 5 cm</p>	
<p>Estrutura 3 Camada 1 - estrutura 2 Camada 2 - estrutura 2 Geometria - uniões dispostas paralelamente</p>	
<p>Estrutura 4 Camada 1 - estrutura 2 Camada 2 - estrutura 2 Geometria - uniões dispostas perpendicularmente</p>	

Tabela 2 (Continuação) - Esquematisação das estruturas híbridas desenvolvidas.

<p>Estrutura 5</p> <p>Camada 1 - estrutura 2</p> <p>Camada 2 - estrutura 2</p> <p>Camada 3 - estrutura 2</p> <p>Geometria - uniões dispostas perpendicularmente</p>	
<p>Estrutura 6</p> <p>Camada 1 - tecido de nylon</p> <p>Camada 2 - tecido de nylon</p> <p>Camada 3 - tecido de nylon</p> <p>Enchimento - composto A</p> <p>Geometria - quadrangular 0,30 x 0,30 cm</p>	
<p>Estrutura 7</p> <p>Camada 1 - tecido de nylon</p> <p>Camada 2 - substrato X</p> <p>Camada 3 - tecido de nylon</p> <p>Enchimento - composto A</p> <p>Geometria - quadrangular 0,30 x 0,30 cm</p>	

A estrutura 1 consiste num receptáculo construído pela associação de duas camadas de tecido nylon dentro do qual é colocado o composto A. A estrutura 2 foi construída tendo por base a estrutura 1, mas com uniões entre as duas camadas de nylon espaçadas de 5 cm. As uniões foram processadas por uma máquina de uniões por ultrasons, disponível nas instalações do CITEVE. Por sua vez, as estruturas 3 e 4 consistiram na conjugação de duas estruturas idênticas à estrutura 2, com as uniões em paralelo e em perpendicular, respectivamente. Na estrutura 5 foi feita a conjugação de três estruturas idênticas à estrutura 2 dispostas perpendicularmente.

As estruturas 6 e 7 foram concebidas no sentido de otimizar a estrutura 3, de forma a que seja eliminada uma camada de nylon, passando de quatro camadas de nylon para apenas três camadas, mantendo as duas camadas de enchimento. No entanto, as estruturas 6 e 7 diferem na camada 2, onde o nylon (a estrutura 6) foi substituído por uma camada de substrato X (estrutura 7).

As estruturas desenvolvidas foram analisadas por *Skin Model* para determinação da sua resistência térmica.

3.3 Caracterização dos substratos têxteis e das estruturas híbridas desenvolvidas

As técnicas utilizadas para caracterização dos não tecidos antes e após o tratamento com composto A foram: a termogravimetria (TGA), a microscopia óptica (MO) e o método *Sweating Guarded-Hotplate* (SGHP), que se descreverão de seguida.

3.3.1 Microscopia óptica (MO)

As imagens de microscopia óptica foram adquiridas num microscópio óptico Leica DM2500 M com uma câmara digital Leica DFC 420, disponível nas instalações do CeNTI. Foram adquiridas imagens dos substratos têxteis estudados com ampliações compreendidas entre 5x a 20x, que foram processadas no software Leica Application Suite v. 3.1.0.

3.3.2 Termogravimetria (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) dos substratos foi efectuada com o objectivo de determinar a quantidade de composto A incorporada nos substratos tratados. A TGA é uma técnica analítica usada para determinar a estabilidade térmica de um material e a sua fracção de componentes voláteis pela monitorização da mudança de massa que ocorre à medida que a amostra é aquecida. As análises de TGA efectuadas no âmbito deste trabalho, para quantificação de composto A existente nos substratos tratados, foram realizadas no equipamento Thermogravimetric Analyser Pyris, da Perkin Elmer, disponível nas instalações do CeNTI. Os não-tecidos foram analisados antes e após o tratamento com composto A. Procedeu-se à degradação térmica das fibras dos substratos por queima em ar, a uma velocidade de aquecimento igual a $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, no intervalo de temperaturas entre 40°C e 900°C .

3.3.3 Sweating Guarded-Hotplate (SGHP)

A resistência térmica dos diferentes substratos têxteis estudados foi analisada pelo método “*Sweating Guarded-Hotplate*” (ver detalhes no anexo 1). Os ensaios foram realizados de acordo com a Norma ISO 11092:1993 (E), num equipamento disponível nas instalações do CITEVE.

O método “*Sweating Guarded-Hotplate*”, também conhecido como *Skin Model*, foi concebido para simular os processos de transferência de calor e de massa que ocorrem entre o corpo humano e o meio ambiente, em regime estacionário. Este método é por isso amplamente utilizado para caracterização de peças de vestuário.

3.4 Determinação da condutividade térmica de substratos homogéneos e pouco compactos

Como complemento deste projecto, foi realizado um trabalho suplementar que consistiu no desenvolvimento de uma metodologia de medição da condutividade térmica de substratos homogéneos e pouco compactos, utilizando o equipamento *Therm 2227-2*, da *AHLBORN*. Este equipamento permite a determinação da condutividade térmica de materiais isolantes e de materiais a granel (de pequenas dimensões). No sentido de compreender o modo de funcionamento deste equipamento, e porque se tratava de um equipamento que ainda não tinha sido utilizado, foi desenvolvida, uma metodologia de medição da condutividade térmica de substratos homogéneos e pouco compactos utilizando o equipamento *Therm 2227-2*.

O procedimento experimental foi estabelecido para um conjunto de três fases de testes, para avaliar diferentes factores que pudessem interferir na medição. Numa primeira fase, estudou-se a repetibilidade do método pela execução de medições em *diferentes dias*. De seguida, estudou-se a influência da espessura de amostra na medição por utilização de *bases distintas* com diferentes características condutoras de calor: uma base de madeira, com baixa condutividade térmica ($0,12 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ - $0,17 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) e uma base de ferro, com elevada condutividade térmica ($80,2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) (Çengel, 1998; TheEngineeringToolBox, 2010). Por último, foi estudada a influência da espessura na medição. O equipamento contempla duas escalas de medição: *Low-Power-Key* (LoPo) permite medições de condutividade entre $0,015 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ e $0,55 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, e *High-Power-Key* (HiPo) que permite medições de condutividade térmica entre $0,035 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ e $0,2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. A escolha da escala deve ser feita tendo por base uma estimativa do valor de condutividade térmica do material a analisar. De acordo com as indicações do fornecedor do equipamento, é necessário que a sonda esteja rodeada por pelo menos 1 cm de material para que a medição seja realizada correctamente (Ahlborn). Deste modo, foi escolhida a escala LoPo uma vez que se espera que a condutividade térmica do substrato X (material utilizado neste estudo) se insira nesta gama.

Durante as medições, foi feito o controlo da humidade relativa e a temperatura do laboratório utilizando um higrómetro/termómetro de laboratório.

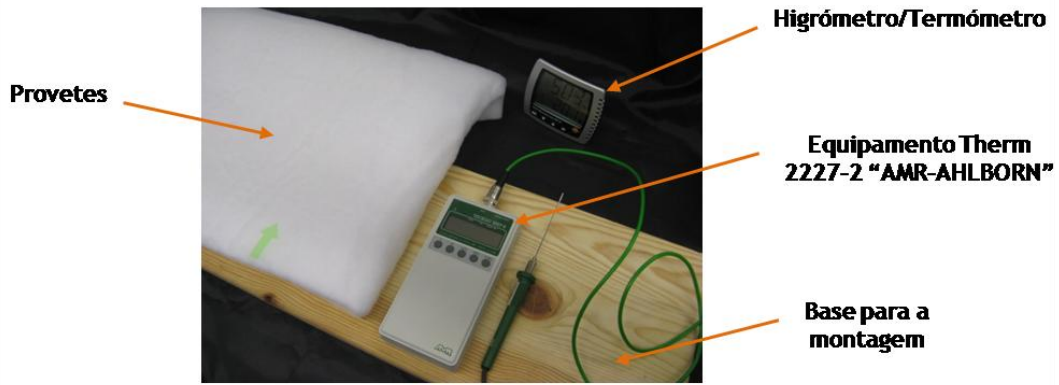


Figura 15 - Montagem utilizada durante as primeira e segunda fases de testes

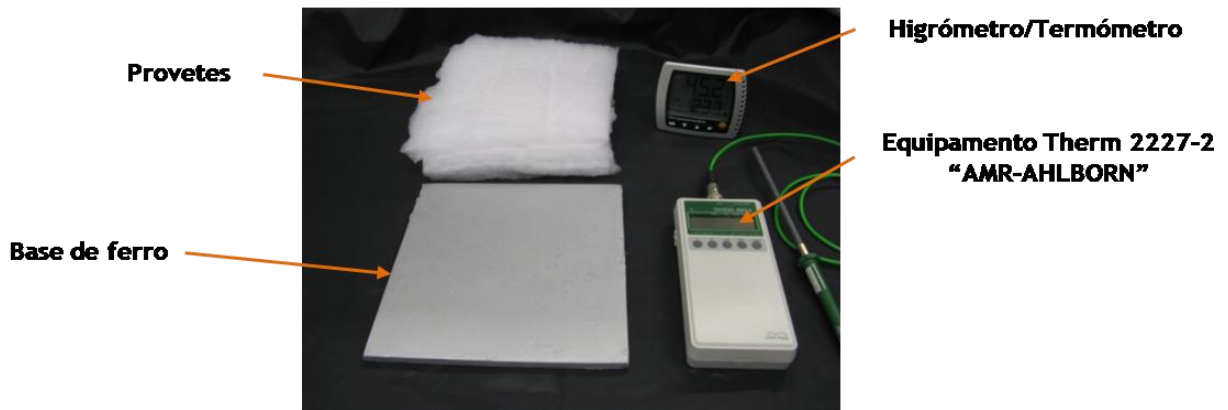


Figura 16 - Montagem utilizada durante as segunda e terceira fases de testes

4 Discussão dos Resultados

Para o desenvolvimento de estruturas têxteis com elevado isolamento térmico e baixa espessura e gramagem foram efectuadas duas abordagens distintas neste projecto: abordagem 1 - incorporação do composto A (composto com uma estrutura nanoporosa à base de sílica) em diferentes substratos têxteis recorrendo a diferentes técnicas de processamento, e abordagem 2 - desenvolvimento de estruturas híbridas multicamada. As técnicas de processamento utilizadas na abordagem 1 foram a raclagem, o *spraying* e a foulardagem. Todos os materiais foram caracterizados em termos de isolamento térmico através da determinação do valor de resistência térmica pelo método SGHP.

Foi também desenvolvida, como complemento deste projecto, uma metodologia para medição da condutividade térmica de materiais por recurso a uma sonda *Therm 2227-2* da empresa *Ahlborn*.

4.1 Abordagem 1: Tratamento de substratos têxteis por incorporação do composto A

Para o desenvolvimento de materiais têxteis com elevado isolamento térmico através da incorporação de um composto nanoestruturado à base de sílica, procedeu-se previamente, à optimização da quantidade do composto A por massa de substrato e analisou-se a eficácia de diferentes técnicas de processamento na incorporação de composto A nos diferentes substratos seleccionados, de acordo com as características físicas e estruturais dos mesmos, nomeadamente gramagem e espessura. A optimização da quantidade de composto A incorporado foi estudada por termogravimetria.

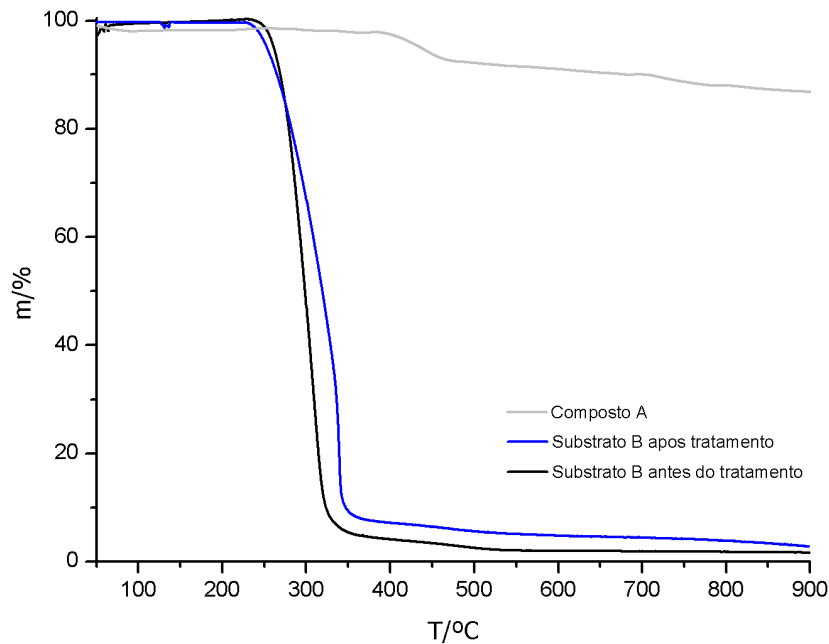


Figura 17 - Representação gráfica dos resultados obtidos para o composto A, para substrato B tratado por raclagem e para o substrato B não tratado, por TGA.

A Figura 17 mostra a representação gráfica da degradação térmica do substrato B antes e após o tratamento com o composto A por raclagem. Pela análise do gráfico confirma-se a presença do composto A, pela diferença entre os resultados do substrato B antes e após o tratamento com o composto A. A análise destes gráficos permite a determinação da quantidade de composto A presente nos substratos após o tratamento com o composto A.

4.1.1 Optimização da quantidade de composto A incorporada

A técnica de raclagem foi a escolhida para o estudo da optimização da quantidade de composto passível de ser incorporada nos substratos, por se tratar de uma técnica de processamento relativamente simples e rápida. A quantidade de composto A foi analisada por TGA que permitiu efectuar uma análise quantitativa dos substratos tratados por raclagem, *spraying* e foudardagem.

Procedeu-se à incorporação, por raclagem, de 15%, 20%, 30% e 45% de composto A por massa de substrato em provetes de substrato B e os resultados de TGA obtidos para os provetes tratados são apresentados na Figura 18.

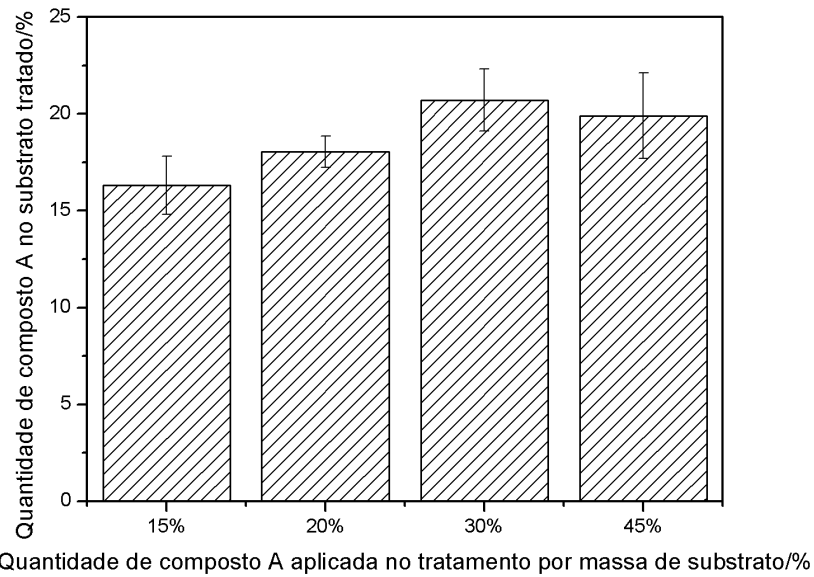


Figura 18 - Percentagem da quantidade de composto A nas amostras do substrato B para quantidades de composto A por massa de substratos de 15%, 20%, 30% e 45%.

Como se pode verificar pela análise da Figura 18, o tratamento com 30% de composto A por massa de substrato permite uma incorporação efectiva de 21% de composto A no substrato tratado. A incorporação de quantidades de composto A superiores a 30% não revela melhorias significativas sugerindo que o substrato fica saturado. Contudo, e tendo em conta o desvio padrão obtido para as diferentes experiências, decidiu-se pela utilização de 20% de composto A por massa de substrato dado originar provetes mais homogêneos e estatisticamente ser comparável ao resultado do provete com incorporação de 30% de composto A por massa de substrato. Assim, as formulações daqui em diante utilizadas para tratamento de substratos têxteis foram preparadas utilizando 20% de composto A por massa de substrato.

Foi também realizado o estudo do efeito da adição de um ligante (um poliuretano) às formulações utilizadas para incorporação do composto A nos substratos têxteis tratados por raclagem e por *spraying* com o objectivo de minimizar a saída do composto A do substrato têxtil. Foram tratadas amostras com formulações que continham uma quantidade de PU compreendida entre 0,1% a 1%. Verificou-se que com o aumento da percentagem de PU as amostras tornavam-se mais pesadas. Para além disso observou-se que adição de PU resultava num revestimento quebradiço e pouco homogêneo. A Figura 19 apresenta os resultados de TGA obtidos para amostras de substrato A tratadas com formulação de composto A contendo 0,1%, 0,5% e 1% de PU.

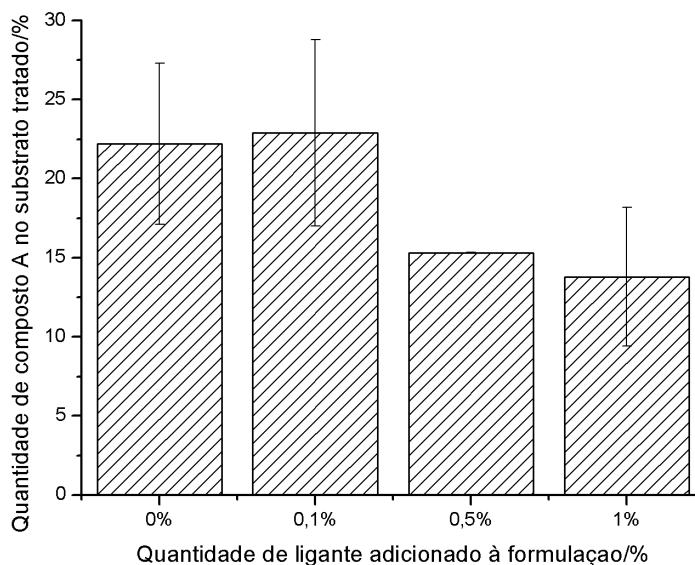


Figura 19- Percentagem da quantidade de composto A nas amostras de substrato A tratadas por raclagem por aplicação de formulação contendo 0,1%, 0,5% e 1% de PU

Como é possível verificar pela Figura 19, a adição de PU à formulação não mostra melhorias significativas na quantidade de composto A incorporada no substrato A. O erro associado às medições das amostras com 0,1% e 1% de PU é grande, o que sugere pouca homogeneidade na distribuição do composto A na amostra. Este estudo permitiu concluir que a adição de ligante às formulações preparadas para tratamento dos substratos não é relevante dado também não terem sido observadas diferenças significativas na quantidade de composto A que sai da estrutura após manipulação física.

4.1.2 Estudo de diferentes metodologias de incorporação do composto A

Após o estudo da quantidade máxima de composto A passível de ser incorporada, foi estudada a influência da técnica de processamento na quantidade de composto A incorporada em diferentes substratos. Apresentam-se de seguida os resultados obtidos para o substrato B.

Diferentes provetes de substrato B foram tratados pelas técnicas de processamento raclagem, *spraying* e fouldagem, mencionadas na secção anterior (3.1.2) e analisados por TGA. A Figura 20 mostra os resultados obtidos, bem como os resultados das técnicas esgotamento e esgotamento das fibras de poliéster. A técnica por esgotamento realizado em laboratório foi desenvolvida durante um trabalho realizado anteriormente e ao qual o presente trabalho deu continuidade.

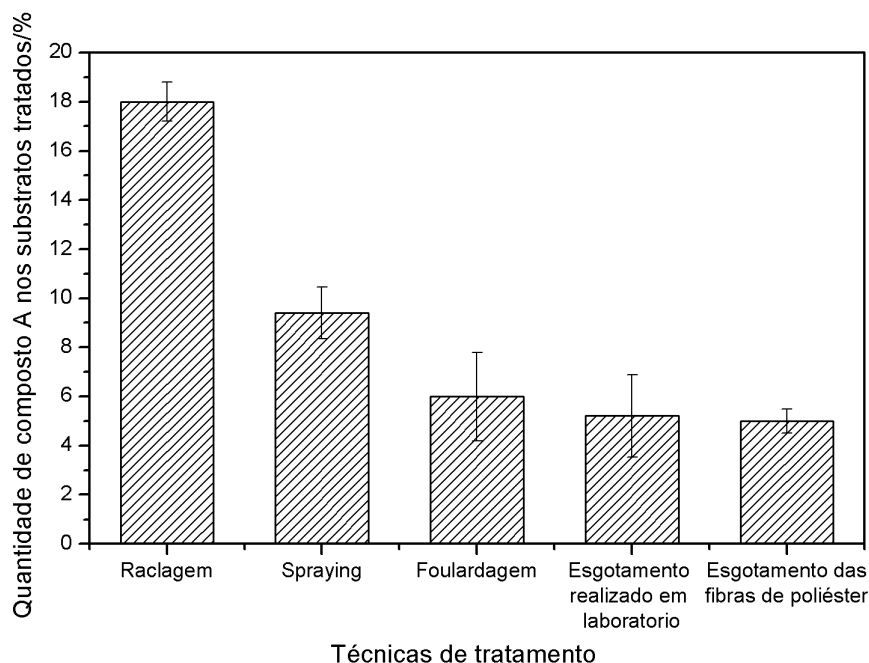


Figura 20 - Percentagem da quantidade de composto A nas amostras do substrato B incorporada por tratamento por raclagem, spraying, foulardagem, esgotamento realizado em laboratório e esgotamento das fibras de poliéster.

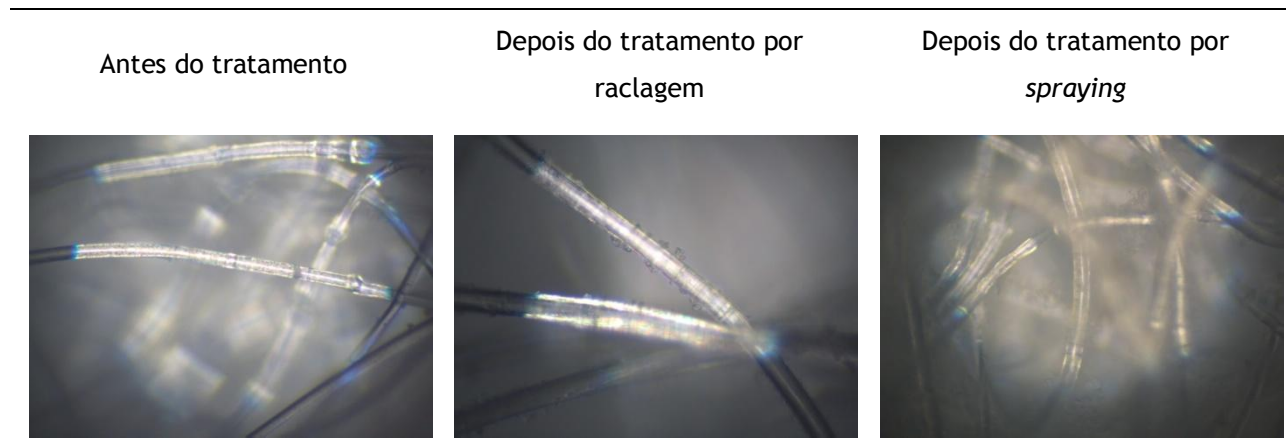
A análise da Figura 20 revela que a raclagem é a técnica que maior quantidade de composto A permite incorporar (18% de composto A por massa de substrato). Isto pode ser explicado pelo facto de a raclagem, ao contrário das restantes técnicas, permitir a aplicação de um revestimento sobre o substrato. A pasta de composto A aplicada sobre o substrato penetra também no espaço inter-fibras o que permite a incorporação de maior quantidade de composto A num maior volume fibras. No entanto, a raclagem possui a limitação de não permitir o tratamento de substratos têxteis pouco compactos, como o substrato X e o substrato Y.

No entanto, como o *spraying* permite o tratamento de substratos com níveis de compacidade completamente distintos, apesar de permitir a incorporação de uma quantidade inferior de composto A (incorporação de 9,4% de composto A no substrato B), esta foi também considerada.

A foulardagem foi a técnica que permitiu incorporar menor quantidade de composto A e que apresentou resultados semelhantes ao processo de esgotamento abordado anteriormente, de 6,0% e 5,2%, respectivamente. Com este estudo conseguiu-se avançar 13,3% relativamente aos resultados obtidos com o processo de esgotamento em laboratório. As amostras tratadas foram também analisadas por microscopia óptica (MO) com o objectivo de observar o modo como as partículas de composto A estão distribuídas nas fibras dos substratos.

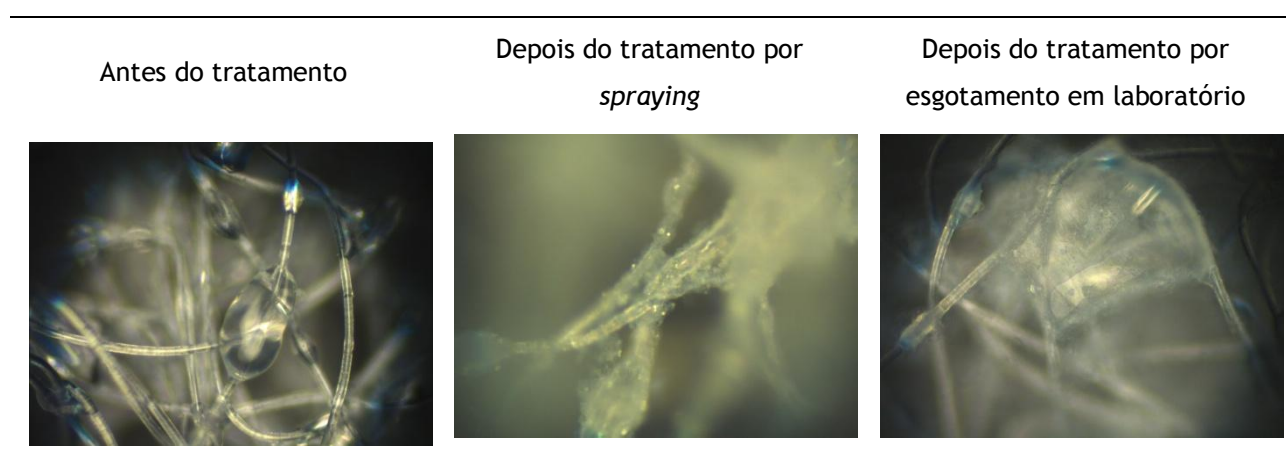
Na Tabela 3 apresentam-se imagens de MO do substrato B antes e após o tratamento por raclagem.

Tabela 3 -Imagens de microscopia óptica do substrato B antes do tratamento e após o tratamento por raclagem e por spraying (ampliação 20x).



Dada a estrutura pouco compacta do substrato X não foi possível efectuar o seu tratamento por raclagem; assim e para manter as suas características físicas e estruturais, o *spraying* e o esgotamento foram as técnicas utilizadas para o tratamento do substrato X. A caracterização por TGA deste substrato não é possível, na medida em que não é possível retirar amostras idênticas do mesmo provete, o que gera um erro associado muito elevado (Moura, 2009). Na Tabela 4 é possível observar as fibras de substrato X antes e após o tratamento por *spraying* e por esgotamento realizado em laboratório (tratamento aplicado no trabalho desenvolvido anteriormente).

Tabela 4 - Imagens de microscopia óptica do substrato X antes do tratamento e após o tratamento por spraying e por esgotamento (ampliação 20x).



As imagens do substrato X antes e após o tratamento (Tabela 4) revelam a presença do composto A, quer no tratamento por *spraying* quer no tratamento por esgotamento. As imagens de MO mostram a presença de partículas do composto A em ambos os provetes tratados por raclagem e por esgotamento realizado em laboratório.

4.1.3 Avaliação da resistência térmica dos substratos têxteis *com composto A*

Com o objectivo de avaliar o efeito da incorporação do composto A nos diferentes substratos pelas diferentes técnicas de processamento, em termos de isolamento térmico, determinou-se a sua resistência térmica (valor de R_{ct} , $m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$), recorrendo ao método “*Sweating Guarded-Hotplate*” (ou *Skin Model*).

A Figura 21 apresenta os valores de R_{ct} dos substratos têxteis tratados por *spraying*.

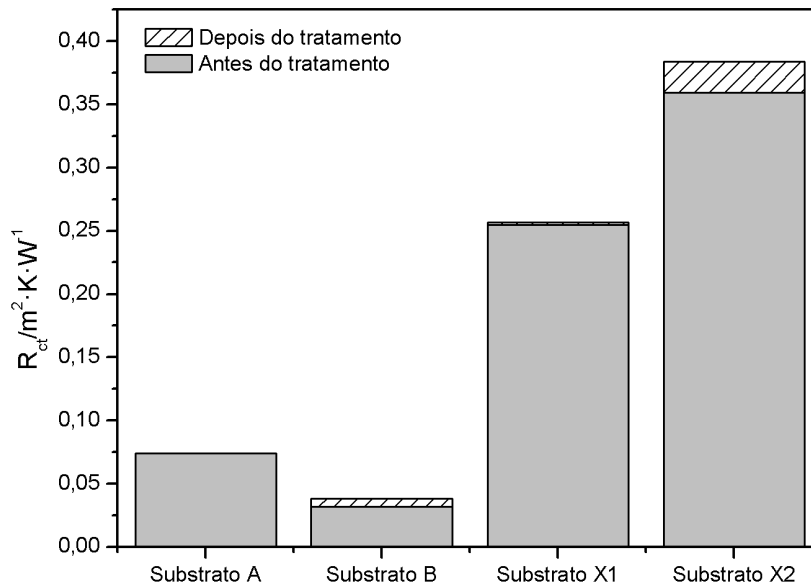


Figura 21 - Resistência térmica dos substratos têxteis antes e após o tratamento por *spraying*

Como se pode observar pela análise da figura 21, os valores de R_{ct} dos substratos têxteis não apresentaram melhorias significativas após o tratamento por *spraying* com composto A sendo que, os substratos substrato A e substrato X1 não apresentaram qualquer alteração no valor de resistência térmica. Por sua vez, o substrato B e o substrato X2 apresentaram um aumento do valor de R_{ct} de 20% e 7%, respectivamente. Salienta-se no entanto que, apesar de o aumento do valor de R_{ct} ser superior no substrato B, existe contudo uma diferença considerável entre as resistências térmicas originais destes dois substratos podendo inviabilizar a sua aplicação em estruturas para elevado isolamento térmico.

A figura 22 mostra os valores de R_{ct} dos substratos tratados por foudardagem.

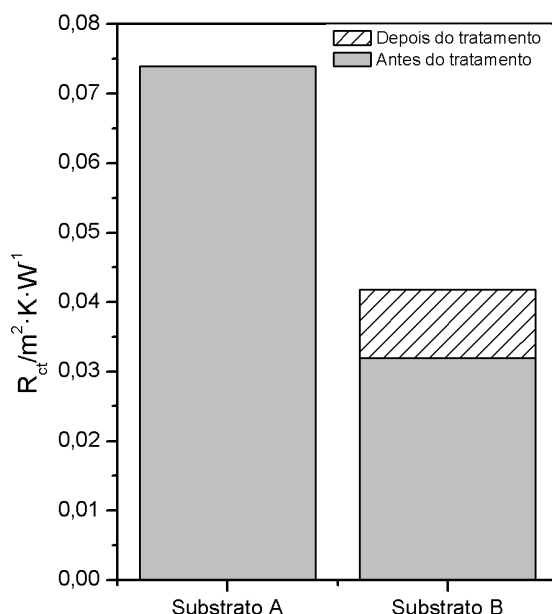


Figura 22 - Resistência térmica dos substratos têxteis antes e após o tratamento por foulardagem

O substrato A e o substrato B foram também analisados por *Skin Model* após tratamento por foulardagem. Na Figura 22 observa-se que o substrato A, mais uma vez, e tal como se tinha verificado com o tratamento por *spraying*, não apresentou qualquer alteração. Por sua vez, o substrato B apresentou um aumento de 31% no valor de R_{ct} .

A Figura 23 apresenta os resultados de R_{ct} para os substratos têxteis tratados por raclagem.

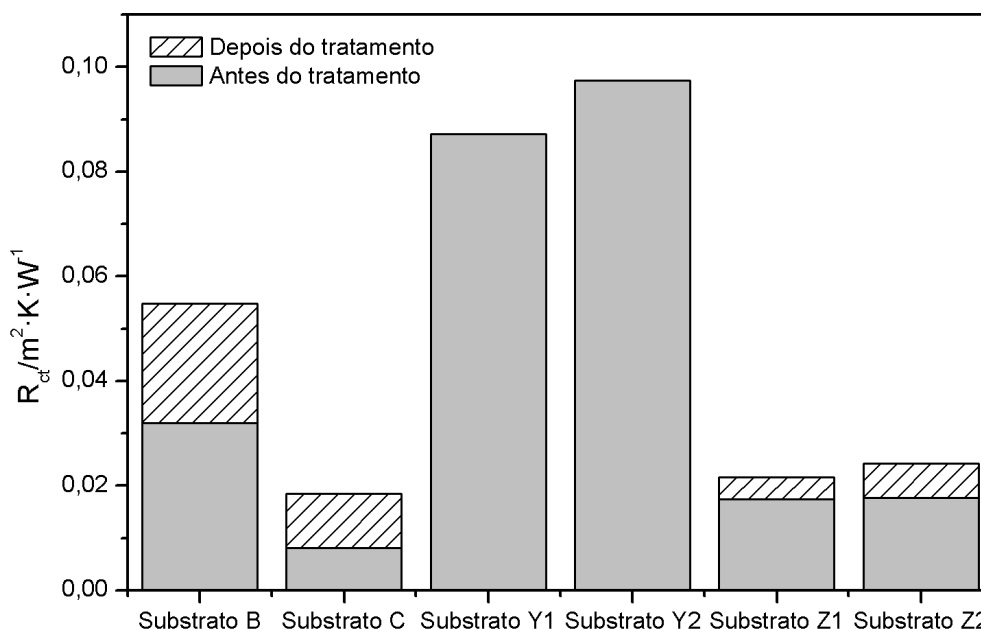


Figura 23 - Resistência térmica dos substratos têxteis antes e após o tratamento por raclagem

Como referido anteriormente, os resultados de TGA mostraram que a raclagem era a técnica que permitia a incorporação de uma maior quantidade de composto A. Por este motivo, foi tratado e posteriormente analisado por *Skin Model* um conjunto maior de substratos. Como se

pode observar na Figura 23, o substrato Y1 e substrato Y2 possuem por si só uma elevada resistência térmica, quando comparados com os restantes substratos antes do tratamento. No entanto, após o tratamento por raclagem estes substratos não apresentam alterações a nível do isolamento térmico. Os substratos substrato Y1 e substrato Y2 são ligeiramente menos compactos do que os substrato B e substrato A, pelo que o processamento por raclagem poderá ter alterado as propriedades iniciais destes substratos nomeadamente a sua espessura, e como tal o resultado obtido por *Skin Model* poderá reflectir esta situação, uma vez que a espessura (que está directamente relacionada com a camada de ar presente) tem uma influência significativa nestas medições.

Analisando os resultados do substrato Z1 e do substrato Z2, é de notar que, antes do tratamento, estes substratos possuem valores de R_{ct} semelhantes. Após o tratamento é possível verificar melhorias na ordem dos 24% para o substrato Z1 e 38% para o substrato Z2.

O substrato C foi o substrato que apresentou um aumento significativo no valor de resistência térmica após o tratamento por raclagem, com uma diferença de 127%. No entanto, o seu valor de R_{ct} inicial é muito baixo comparado com os restantes substratos.

O substrato B apresentou, mais uma vez, uma diferença significativa no valor de R_{ct} , cerca de 71% de melhoria relativamente ao substrato B não tratado.

Devido às suas características estruturais, o substrato B foi tratado por todas as técnicas de processamento utilizadas neste trabalho. Na Figura 24 apresentam-se os resultados de R_{ct} obtidos para este substrato tratado por raclagem, *spraying* e foulardagem.

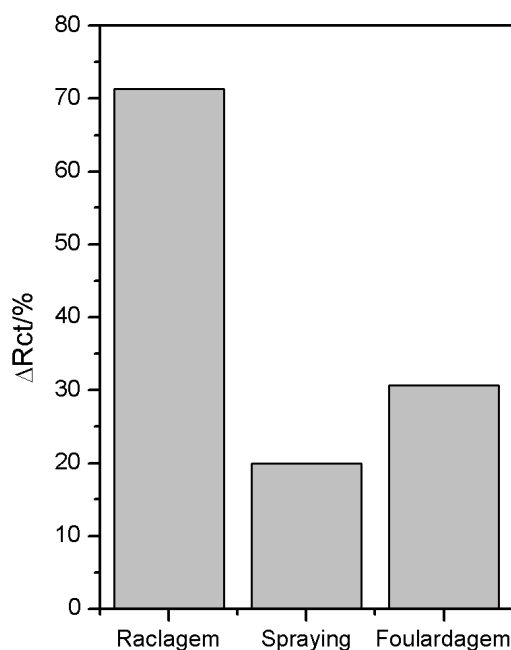


Figura 24 - Resistência térmica do substrato B tratado por raclagem, *spraying* e foulardagem

Pela análise do gráfico da Figura 24, pode-se concluir que a raclagem permite um aumento significativo da performance em termos de isolamento térmico corroborando os resultados apresentados no ponto 4.1.2 que sugeriam a raclagem como a técnica de processamento que permite incorporar maior quantidade de composto A. Para além disso, estes resultados também mostram que o composto A permite melhorar a performance térmica dos materiais estudados.

A análise dos resultados do substrato Z1, substrato Z2, substrato C e substrato B permite concluir que quanto mais compacto for o substrato têxtil maior será o aumento do valor de R_{ct} após o tratamento por incorporação do composto A.

Pode-se concluir que foi possível uma incorporação eficaz do composto A em diferentes substratos têxteis que originou em alguns casos aumentos significativos dos seus valores de resistência térmica.

4.2 Abordagem 2: Avaliação da resistência térmica das estruturas híbridas multicamada desenvolvidas

O desenvolvimento de estruturas multicamada teve como objectivo o estudo da influência de associação de várias camadas individuais de substrato têxtil no valor de R_{ct} no sentido de conceber um material com uma melhor performance em termos de isolamento térmico. Para tal, e numa primeira experiência, foram laminadas três camadas de substrato B, tratadas com composto A por raclagem. De referir que, como a laminagem envolve a aplicação de uma quantidade controlada de adesivo, foi feito um estudo prévio das condições de operação do equipamento *Hot Melt*, tendo em conta a quantidade de adesivo dispensada, assim como o espaçamento entre os jactos de adesivo. Este controlo teve como objectivo a diminuição da quantidade de adesivo dispensada, uma vez que o adesivo poderá ter uma contribuição negativa no valor de resistência térmica do laminado por ser um material condutor de calor. Foram também realizadas várias laminagens, antes e após o tratamento por *spraying*, de camadas de substrato X1 com camadas de substrato X2 cujos resultados se apresentam na Figura 25.

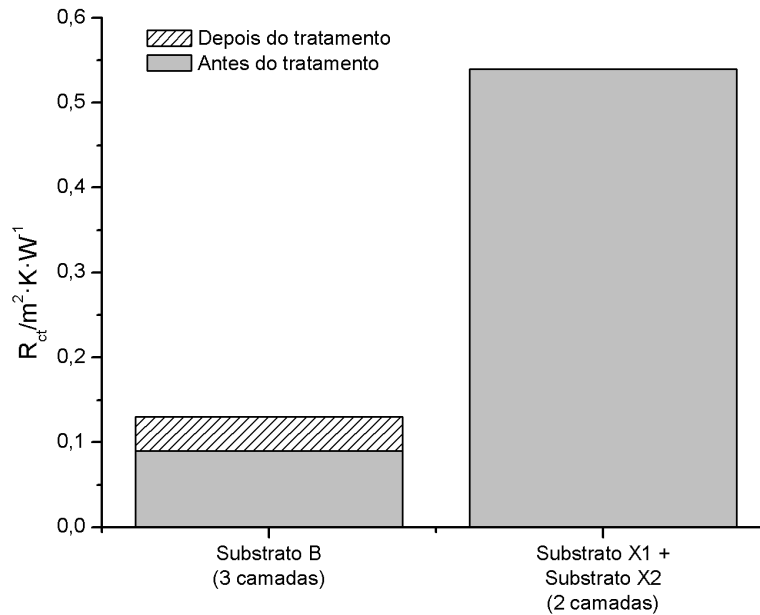


Figura 25 - Resistência térmica das estruturas laminadas: 3 camadas de substrato B, antes e após do tratamento por raclagem; 1 camada de substrato X1 com 1 camada de substrato X2, antes e após o tratamento por spraying.

Pela análise do gráfico da Figura 25, observa-se que o laminado de substrato X1 e substrato X2 não apresenta alterações significativas antes e após o tratamento com composto A por spraying.

Tendo em conta as melhorias observadas nos valores de resistência térmica obtidos após incorporação com composto A e com o objectivo de desenvolver materiais com melhor performance em termos de isolamento térmico, decidiu-se desenvolver estruturas híbridas de forma a maximizar a quantidade de composto A.

Os resultados de resistência térmica das estruturas híbridas desenvolvidas estão apresentados na Figura 26.

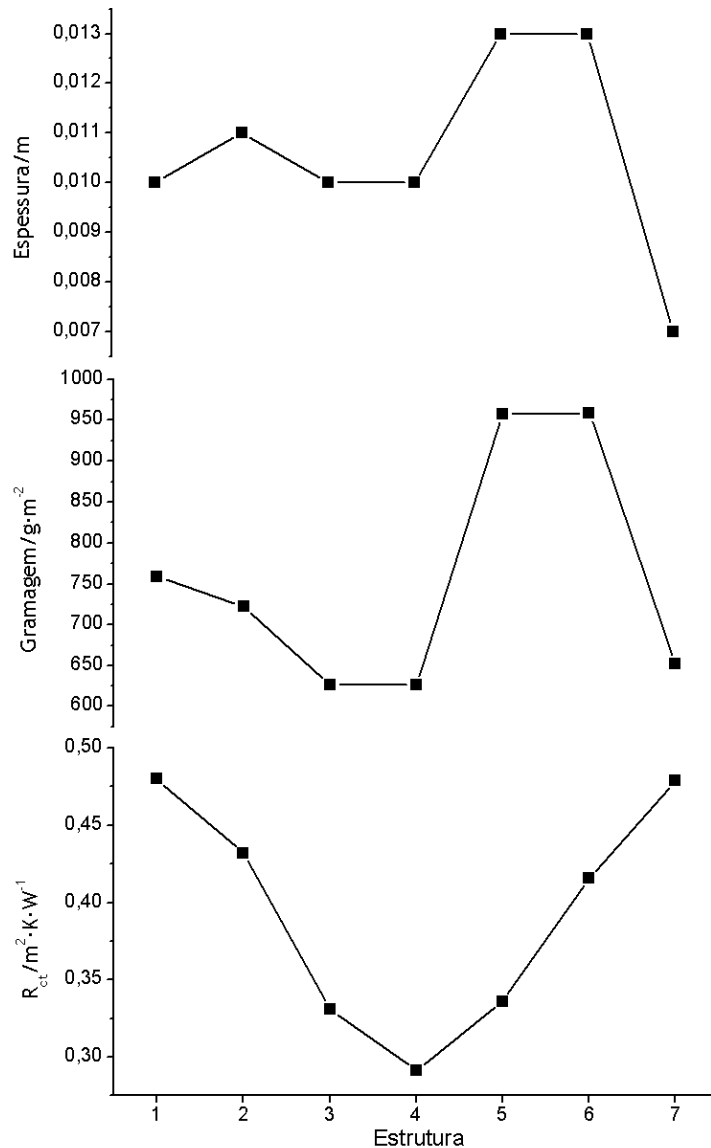


Figura 26 - Resistência térmica, gramagem e espessura das estruturas híbridas desenvolvidas.

Os gráficos apresentados na Figura 26 permitem a comparação das diferentes estruturas em termos de resistência térmica, gramagem e espessura tendo em conta os objectivos deste trabalho.

Apesar do elevado valor de resistência térmica ($0,48 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$), a estrutura 1 não permite uma distribuição uniforme do composto A pela mesma, já que não possui qualquer união que suporte/limite o composto A. No sentido de contornar esta dificuldade, desenvolveu-se a estrutura 2 constituída por uniões igualmente espaçadas, para permitir a distribuição do composto A ao longo da estrutura. Apesar da diminuição da gramagem observada, esta estrutura apresentou um valor de R_{ct} inferior ($0,43 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$). Uma possível explicação para esta diminuição reside na perda de calor que poderá ocorrer pelas uniões da estrutura (Figura 27).

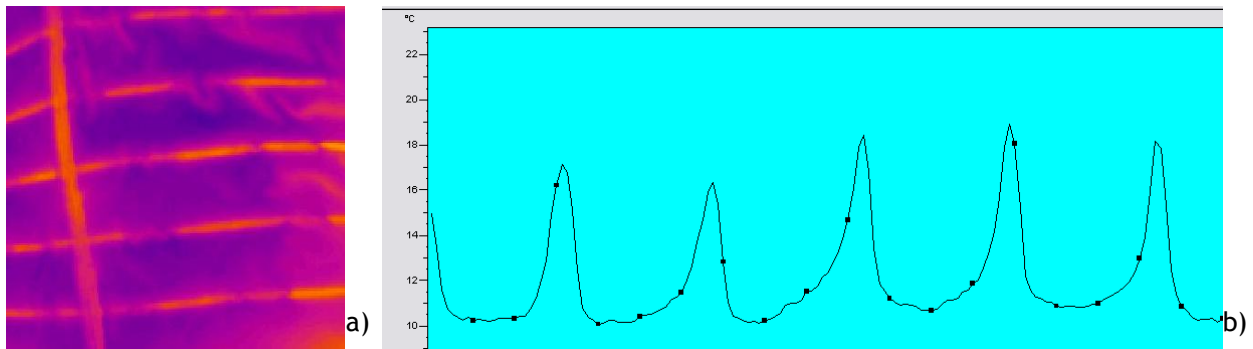


Figura 27 - a) Imagem de infravermelho obtidas pela análise no manequim térmico da estrutura 7: as zonas de cor laranja indicam a perda de calor pelas uniões; b) os máximos de valor de temperatura indicam as zonas de perda de calor pelas uniões.

A estrutura 3 teve como objectivo estudar a viabilidade e o efeito de duas estruturas 2 sobrepostas, bem como impedir a perda de calor através das uniões dispondo as uniões paralelamente desfasadas. A estrutura 3 revelou, no entanto, uma diminuição do valor de R_{ct} para $0,33 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$ e da gramagem. Isto prende-se no facto de haver alguma dificuldade na quantificação da massa de composto A introduzida, pelo que as estruturas 2 utilizadas para o desenvolvimento da estrutura 3 não possuem uma massa equivalente de composto A. A estrutura 4 difere da estrutura 3 apenas na disposição relativa das uniões e o seu desenvolvimento teve como objectivo compreender se a disposição das uniões tem algum efeito na perda de calor pelas mesmas.

Como se pode observar na Figura 26 a estrutura 4 revelou uma diminuição do valor de R_{ct} para $0,29 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$, permitindo concluir que existem vantagens a nível do isolamento térmico optando pelas uniões em paralelo. Este valor pode ser comparado com o anterior dado terem sido utilizadas as mesmas estruturas base.

No seguimento destes desenvolvimentos foi estudado o efeito de três estruturas 2 sobrepostas (estrutura 5). O valor de R_{ct} aumentou para $0,34 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$, ou seja, para um valor muito próximo da valor obtido para a estrutura 3. Para além disto, o valor de gramagem e espessura da estrutura 5 é demasiado elevado, quando comparado com as estruturas anteriores.

No sentido de otimizar a estrutura 3, foi desenvolvida a estrutura 6 que possui um valor de R_{ct} de $0,42 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$. Verificou-se um aumento do valor de R_{ct} comparativamente à estrutura 3, no entanto manteve-se abaixo do valor atingido com a estrutura 2. Para além disto, a gramagem desta estrutura é uma condicionante.

Com o desenvolvimento e estudo das estruturas apresentadas, concluiu-se que o composto A, apesar de muito pouco denso, é determinante no aumento da gramagem das estruturas desenvolvidas.

Assim, foi desenvolvida a estrutura 7 que consiste na associação de duas camadas barreira de nylon, uma camada intermédia de substrato X1 e composto A. O desenvolvimento desta estrutura tem como objectivo conciliar as boas performances isolante térmica do substrato X e do composto A. Como já foi apresentado anteriormente, a resistência térmica do substrato X1 é de $0,25 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$, e a resistência térmica do nylon é desprezável ($0,01 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$) pelo que o aumento do valor de R_{ct} para $0,48 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$ com a estrutura 7, deve-se essencialmente à combinação do substrato X com o composto A. Para verificação, uma estrutura 7 sem enchimento com composto A foi analisada por *Skin Model*, que revelou que a estrutura possui uma resistência térmica de $0,23 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$, confirmando a influência do composto A no valor da resistência térmica da estrutura 7. Para além disso, esta combinação permitiu também a diminuição do valor da gramagem para $652 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$ e do valor de espessura para $0,007 \text{ m}$.

Conclui-se, portanto que a estrutura 7 é, de entre as estruturas desenvolvidas, aquela que permite obter melhores resultados tendo em conta os objectivos do trabalho.

4.3 Determinação da condutividade térmica de substratos homogéneos e pouco compactos

Os substratos têxteis mais espessos e volumosos possuem um grande volume de ar entre as fibras, o que determina em grande parte a sua baixa condutividade térmica. Dependendo do tipo de aplicação a que se destinam, estes substratos têxteis podem estar sujeitos a condições que alteram a sua estrutura física e, conseqüentemente, a sua condutividade térmica.

O substrato têxtil utilizado no procedimento experimental foi o substrato X, um material constituído por fibras ocas de poliéster organizadas de forma a criarem uma estrutura aberta que retém o ar. Esta característica confere-lhe elevado isolamento térmico e baixa densidade (Advansa, 2009).

Assim, utilizando o equipamento *Therm 2227-2* foi desenvolvida uma metodologia para determinação da condutividade térmica do substrato X, em diferentes condições de operação. Os resultados obtidos em cada fase de testes foram tratados estatisticamente, no sentido de avaliar a repetibilidade dos resultados. O objectivo último deste ponto era implementar uma metodologia de medição de condutividade térmica com este equipamento, disponível nas instalações do CeNTI.

1ª fase: Determinação da condutividade térmica do substrato X em dias diferentes.

Os resultados de ensaio de condutividade térmica (k) são calculados a partir de conjuntos de seis medições e estão contidos nos respectivos intervalos com 95% de confiança.

Foi realizada a medição e recolha dos valores de humidade relativa (%) e temperatura do laboratório (°C) e de temperatura da sonda (°C) imediatamente antes do início da medição pelo equipamento para avaliar a influência das mesmas variáveis nos resultados de condutividade térmica. A análise dos resultados (ver anexo 2) mostra uma independência da variação da condutividade térmica com as referidas variáveis.

Os resultados apresentados no gráfico da Figura 28 permitem estabelecer a concordância entre resultados de condutividade térmica para os diferentes dias de medições. Os intervalos de confiança dos resultados de ensaio cruzam-se, o que significa que as diferenças entre cada resultado de k não são significativas e portanto os resultados não são considerados estatisticamente diferentes.

As evidências de repetibilidade (ver anexo 2) são corroboradas pelas Tabela 5 e Tabela 6.

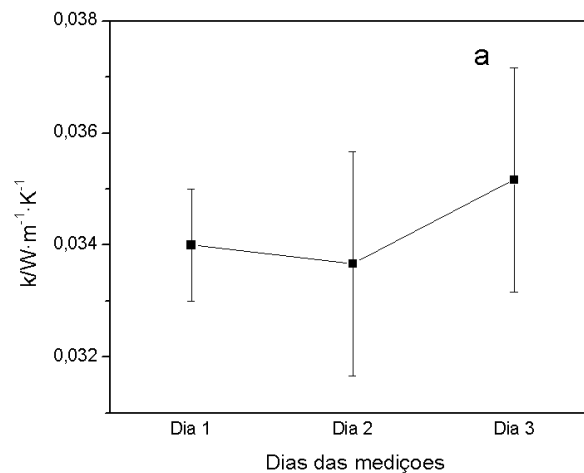


Figura 28- Resultados de condutividade térmica e respectivos intervalos de confiança com 95% de probabilidade, para os dias de medição

Tabela 5 - Avaliação da repetibilidade dos resultados por cada dia de medições

	Dia 1	Dia 2	Dia3
$(k_{m\acute{a}x} - k_{m\grave{i}n})/W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	0,002	0,005	0,005
$Wc_{0,95}(6)$	0,004	0,007	0,009
$(k_{m\acute{a}x} - k_{m\grave{i}n}) \leq Wc_{0,95}(6)$	Verdadeiro	Verdadeiro	Verdadeiro

Tabela 6 - Avaliação da repetibilidade dos resultados entre os dias de medições

	Entre dias de medição
$(k_{m\acute{a}x} - k_{m\acute{i}n})/W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	0,002
$Wc_{0,95}(2)$	0,004
$(k_{m\acute{a}x} - k_{m\acute{i}n}) \leq Wc_{0,95}(2)$	Verdadeiro

A Tabela 5 mostra que os resultados obtidos em cada dia de medições respeitam o limite de repetibilidade. Isto significa que a diferença entre dois resultados de teste, obtidos sob condições de repetibilidade, não excede o valor do limite de repetibilidade em 95% das medições. Os dois resultados são estatisticamente compatíveis e a sua média pode ser calculada.

Do mesmo modo, os resultados apresentados na Tabela 6 mostram que, sob condições de repetibilidade, os resultados de teste obtidos em cada dia de medições são compatíveis e portanto, o valor da condutividade térmica do substrato em estudo pode ser calculada pela média entre esses resultados de teste.

2ª fase: Determinação da condutividade térmica do substrato X utilizando bases de suporte de montagem com diferentes condutividades térmicas.

Com o objectivo de compreender se o fluxo de calor atravessa o material foram realizados dois conjuntos de medições utilizando duas bases de montagem com diferentes condutividades térmicas: uma base em madeira e outra em ferro. Foram utilizadas duas camadas de substrato X. Esta experiência foi realizada atendendo que, se o calor libertado pela sonda atingir as bases de montagem, a condutividade lida pela sonda seja diferente entre os conjuntos de medições.

A análise do gráfico da Figura 29 mostra que os resultados obtidos para ambas as bases não são diferentes, o que sugere que a espessura de duas camadas de substrato X (superior a 1 cm - valor aconselhado pelo fabricante) não permite que o calor libertado pela sonda atinja a base de montagem.

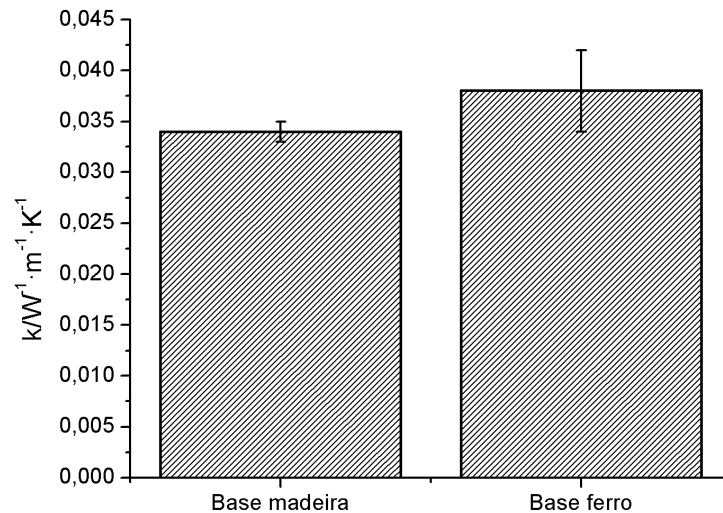


Figura 29 - Resultados de condutividade térmica k e respectivos intervalos de confiança, para medições utilizando uma base de montagem em madeira e em ferro, e 2 camadas de substrato X

3ª fase: Determinação da condutividade térmica do substrato X utilizando uma e duas camadas de substrato X.

Os resultados da segunda fase conduzem ao estudo da influência da espessura (diferente número de camadas) de material na medição. Para este estudo foram realizados dois conjuntos de medições, um no qual foi utilizada apenas uma camada de substrato X e outro no qual foram utilizadas duas camadas de substrato X. Durante as medições não foi aplicada pressão sobre os provetes e foi garantido pelo menos 1 cm de espessura em redor da sonda (condição sugerida pelo fabricante).

Os resultados de k e respectivos intervalos de confiança estão apresentados na Figura 30.

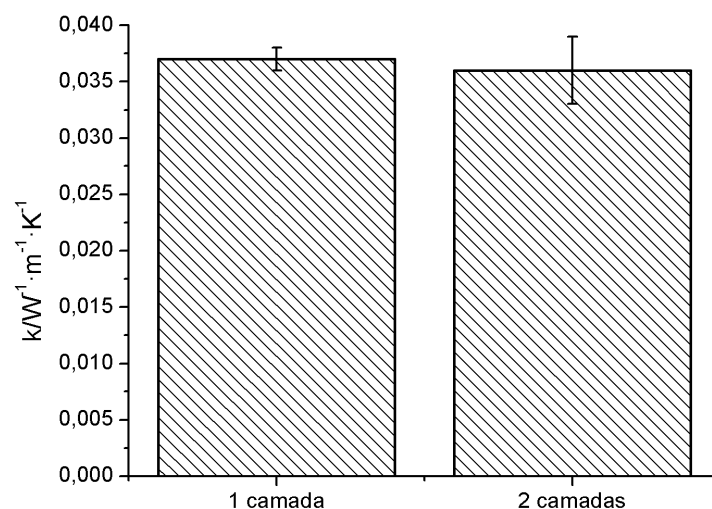


Figura 30 - Resultados de condutividade térmica k e respectivos intervalos de confiança, para medições usando 1 camada e 2 camadas de substrato X

Analisando o gráfico da Figura 30, uma vez que os intervalos de confiança se sobrepõem, é possível concluir que a diferença entre os dois resultados de teste não é significativa para um nível de significância de 5%. Os resultados não são estatisticamente diferentes. Assim, para as medições de condutividade térmica do substrato X, pode ser utilizada apenas uma camada de substrato X desde que seja garantido pelo menos 1 cm de espessura de material em redor da sonda.

5 Conclusões

A incorporação de composto A em estruturas têxteis foi realizada recorrendo a diferentes metodologias.

Numa primeira abordagem, e recorrendo a diferentes técnicas de processamento, procedeu-se à incorporação de 20% do composto A por massa de substrato tratado. Os resultados de TGA permitem concluir que a técnica de processamento que permite maior incorporação de composto A nos substratos é a raclagem. A TGA revelou também que o substrato B é o substrato têxtil que, após tratamento por raclagem, incorporou uma maior quantidade de composto A (18% de composto A incorporado).

No sentido de avaliar influência da incorporação do composto A nos diferentes substratos têxteis estudados, em termos de resistência térmica, as amostras tratadas foram analisadas pelo método *Skin Model*. Os resultados de resistência térmica (R_{ct}) revelaram que as amostras tratadas por raclagem apresentam alterações mais significativas de R_{ct} , confirmando os valores obtidos por TGA. Os substratos com melhorias mais significativas de R_{ct} , após tratamento por raclagem, são o substrato B e o substrato C, com um aumento de 71% e 127%, respectivamente. Esta análise permitiu também concluir que quanto mais compacto for o substrato têxtil, maior é o aumento do valor de R_{ct} após o tratamento por incorporação do composto A.

Numa segunda abordagem, foi estudado o desenvolvimento de estruturas multicamada e estruturas híbridas. A laminagem utilizada para o processamento de estruturas em camadas permite a obtenção de estruturas multicamada em que se verifica um aumento do valor de R_{ct} total comparativamente ao valor de uma camada de substrato. Durante o desenvolvimento de estruturas híbridas foram estudadas diferentes combinações de materiais, no sentido de desenvolver uma estrutura que conciliasse um elevado isolamento térmico, uma baixa gramagem e uma baixa espessura, requeridos neste trabalho. A estrutura desenvolvida que permite o compromisso entre estas premissas foi a estrutura formada por duas camadas barreira ao composto A (tecido nylon), uma camada de substrato X intermédia e enchimento com composto A. Esta estrutura possui um valor de resistência térmica de $0,48 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$, uma gramagem de $652 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$ e espessura de $0,007 \text{ m}$. As estruturas híbridas desenvolvidas apresentam valores de resistência térmica muito superiores aos valores de resistência térmica observados para os substratos tratados por raclagem. Em suma, pode-se concluir que o composto A possui uma contribuição muito significativa no melhoramento das propriedades térmicas dos materiais e que o desenvolvimento das estruturas híbridas permitiram ultrapassar os valores de estado da arte daquilo que é o nosso conhecimento.

Relativamente à determinação da condutividade térmica de substratos têxteis homogêneos e pouco compactos utilizando o equipamento *Therm 2227-2 "AMR-AHLBORN"*, foram realizadas 3 fases de testes durante as quais foi estudada a interferência da variável *dia de medições*, da variável *base para a montagem* e da variável *número de camadas*. As medições realizadas durante as fases de testes revelaram repetibilidade de resultados, mostrando a aplicabilidade do método desenvolvido na determinação da condutividade térmica de substratos homogêneos e pouco compactos. A dispersão de resultados verificada não afecta a veracidade dos resultados.

As medições realizadas fazendo variar a base para a montagem e o número de camadas, mostram que 1 cm de material em redor da sonda é suficiente para que o fluxo de calor libertado pela sonda não atinja o limite exterior do substrato, garantido que o valor de condutividade térmica medida pelo equipamento corresponde ao material em análise.

No que se refere à influência de parâmetros nos resultados de ensaio, admite-se que factores como variabilidades do substrato, o operador e correntes de ar, condicionem a dispersão dos resultados das medições.

6 Avaliação do trabalho realizado

6.1 Objectivos Realizados

O objectivo deste projecto consistiu no desenvolvimento de estruturas têxteis com elevado isolamento térmico, leves e pouco espessas, para utilização em condições de frio extremo.

Os substratos têxteis tratados pelas diferentes técnicas superaram os valores conhecidos do estado da arte para esta família de materiais (materiais nanoporosos). No que diz respeito à espessura e gramagem, foram satisfeitos os requisitos de uma estrutura pouco espessa, e a gramagem apesar de ser ligeiramente superior ao estado da arte, situa-se dentro dos limites estabelecidos para a utilização final.

6.2 Outros Trabalhos Realizados

No decorrer deste trabalho, foi também estudado o desenvolvimento de um equipamento para o processamento das estruturas híbridas com o composto A e foram ainda realizadas tarefas paralelas no âmbito do isolamento térmico que por questões de confidencialidade não são apresentadas neste documento.

6.3 Limitações e Trabalho Futuro

As principais limitações deste trabalho residiram na manipulação do composto A, que, sendo um composto muito pouco denso, exige cuidados extra no seu manuseamento para garantir a segurança do operador e dos indivíduos presentes no local. A hidrofobicidade do composto A foi também uma dificuldade para o desenvolvimento da formulação relativa à dispersão/pasta de composto A.

Como trabalho futuro, para continuação do desenvolvimento deste projecto, proceder-se-á à optimização das estruturas híbridas em termos da diminuição da gramagem e aumento da resistência térmica. Para tal, pretende-se optimizar o processo de enchimento do composto A, no sentido de controlar a sua massa introduzida nas estruturas, necessária para satisfazer os requisitos de isolamento térmico.

O trabalho futuro poderá também passar pela utilização de outros materiais isolantes para aplicação em estruturas têxteis com elevado isolamento térmico.

No que diz respeito ao desenvolvimento de uma metodologia para medição de condutividade térmica utilizando a sonda *Therm 2227-2* considera-se relevante o estudo da influência de diferentes pressões aplicadas sobre o substrato durante a medição de condutividade térmica. No sentido de melhorar o método de medição poderá ser importante aumentar o número de conjunto de medições por fase de teste, utilizar provetes que sejam mais representativos da amostra, assim como estudar a influência do operador nas medições.

6.4 Apreciação final

Com a realização deste projecto adquiri competências na área do processamento têxtil, assim como o conhecimento e análise crítica de técnicas de caracterização de materiais, tais como, o método *Skin Model*, a termogravimetria e a microscopia óptica. O desenvolvimento de uma metodologia para medição de condutividade térmica utilizando a sonda *Therm 2227-2* permitiu-me adquirir conhecimentos e espírito crítico para a análise estatística de resultados, nomeadamente na análise de repetibilidade e reprodutibilidade de resultados.

Com o alcance dos objectivos aos quais este projecto se propôs, foram assentes desenvolvimentos importantes, relativamente ao trabalho ao qual este projecto deu continuidade, os quais apenas foram possíveis devido à completa disponibilidade de recursos, por parte do CeNTI.

Referências

- 1 ISO 11092, Textiles - Physiological effects - Measurements of thermal and water-vapour resistance under steady-state conditions (Sweating Guarded-Hotplate Test), International Organization for Standardization, Geneva, 1993.
- 2 ISO 5725-6, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 6: Use in practice of accuracy values., International Organization for Standardization, Geneva, 1994.
- 3 ISO 7730, Ergonomics of the thermal environment: analytical determination and interpretation of thermal comfort using calculation of the PMV and PPD indices and local thermal comfort criteria, International Organization for Standardization, Geneva, 2005.
- 4 3M[®], http://solutions.3m.com/wps/portal/3M/en_US/Thinsulate_Insulation/Homepage/AboutUs/WhatIsThinsulate/, acessado em Novembro de 2009.
- 5 Abdel-Rehim, Z. S., M. M. Saad, M. El-Shakankery Textile fabrics as thermal insulators. *AUTEX Research Journal*, **6**, 3, (2006).
- 6 Ackerman, W. C., R. J. Field, F.-j. H. Poetter *Heat resistant aerogel insulation composite, aerogel binder composition, and method for preparing same*, Cabot Corporation, 20030215640, 2003.
- 7 Advansa, <http://www.coolmax-thermolite.com/thermolite.htm>, acessado em Novembro de 2009.
- 8 Aihua, M., L. Yi, L. Xiaonan A CAD system for multi-style thermal functional design of clothing. *Computer-Aided Design*, **40**, 916-930 (2008).
- 9 AspenAerogels, <http://www.aerogel.com/features/morphology.html>, acessado em Novembro de 2009.
- 10 AspenAerogels, http://www.aerogel.com/Aspen_Aerogels_Outdoor.pdf, acessado em Novembro de 2009.
- 11 Babus'Haq, R. F., M. A. A. Hiasat, S. D. Probert Thermally Insulating Behaviour of Single and Multiple Layers of Textiles under Wind Assault. *Applied Energy*, **54**, 4, 375-391 (1996).
- 12 Brinker, C. J. *Sol-gel Processing of Silica*, Colloidal Silica: Fundamentals and Applications, CRC Press, Taylor & Francis Group, 2006.

- 13 Cabot Corporation, <http://www.cabot-corp.com/Aerogel/Apparel>, acessado em Novembro de 2009.
- 14 Çengel, Y. A. *Heat Transfer: A practical approach* The MacGraw-Hill Companies, Inc., 1998.
- 15 Deshpande, R., D. M. Smith, J. C. Brinker *Preparation of high porosity xerogels by chemical surface modification.*, 5565142, 1996.
- 16 Dorcheh, A. S., M. H. Abbasi *Silica aerogel: synthesis, properties and characterization. Journal of Materials Processing Technology*, **199**, 10-26 (2008).
- 17 Dutta, A., R. L. Henn *Three-dimensional, seamless waterproof breathable flexible composite material*, W. L. Gore & Associates, Inc., 5650225, 1997.
- 18 EETD, <http://eetd.lbl.gov/ECS/Aerogels/sa-thermal.html>, acessado em Novembro de 2009.
- 19 Evolon[®], <http://www.evolon.com/tissu-microfilaments,10434,en.html>, acessado em Outubro de 2009.
- 20 Field, R. J., B. Scheidemantel *Aerogel and hollow particle binder composition, insulation composite, and method for preparing the same*, Cabot Corporation, 20040077738, 2004.
- 21 Frank, D., A. Zimmermann *Composite aerogel material that contains fibres*, Cabot Corporation, 6887563, 2005.
- 22 Frydrych, I., G. Dziworska, J. Biliska *Comparative Analysis of the Thermal Insulation Properties of Fabrics Made of Natural and Man-Made Cellulose Fibres. Fibres & Textiles in Eastern Europe*, October/December, (2002).
- 23 Fung, W. *Testing, product evaluation and quality*, Coated and Laminated Textiles, 2002.
- 24 Galileu, <http://revistagalileu.globo.com/Galileu/0,6993,ECT832813-1719-2,00.html>, acessado em Janeiro de 2010.
- 25 Gore, R. W. *Very highly stretched polytetrafluoroethylene and process therefor*, W. L. Gore & Associates, Inc., 3962153, 1976.
- 26 Gore, R. W., S. B. Allen Jr. *Waterproof laminate*, W. L. Gore & Associates, Inc., 4194041, 1980.

- 27 Gore®, <http://www.windstopper.com/remote/Satellite/home>, acessido em Novembro de 2009.
- 28 Hart, R. L. D., OH), Work, Dale E. (Dayton, OH) *Flame resistant microencapsulated phase change materials*, Microtek Laboratories, Inc., 5435376, 1995.
- 29 Höffele, S., S. J. Russell, D. B. Brook Light-Weight Nonwoven Thermal Protection Fabrics containing Nanostructured Materials. *International Nonwoven Journal*, Winter, (2005).
- 30 Holmér, I. *Textiles for protection against cold*, Textiles for protection, 378-395, Woodhead Publishing, 2005.
- 31 Huang, J. Sweating guarded hot plate test method. *Polymer Testing*, 25, 5, 709-716 (2006).
- 32 Hwang, S.-W., T.-Y. Kim, S.-H. Hyun Optimization of instantaneous solvent exchange/surface modification process for ambient synthesis of monolithic silica aerogels. *Journal of Colloid and Interface Science*, 322, 1, 224-230 (2008).
- 33 Kaul, R. K. *Thermal insulating coating for spacecrafts*, NASA, 6939610, 2005.
- 34 Kilic, M., G. Sevilgen Modelling airflow, heat transfer and moisture transport around a standing human body by computational fluid dynamics. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 35, 9, 1159-1164 (2008).
- 35 Lee, K. H., S. Y. Kim, K. P. Yoo Low-density, hydrophobic aerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 186, 18-22 (1995).
- 36 Mcgregor, G. L., R. B. Minor *Methods for making puffed insulative material*, W. L. Gore & Associates, Inc., 5565154, 1996.
- 37 Menashi, J., U. Bauer, E. Pothmann *Aerogel Based Composites*, Cabot Corporation, 20080287561, 2008.
- 38 Midé, <http://www.mide.com/technology/variloft.php>, acessido em Dezembro de 2009.
- 39 Mondal, S. Phase change materials for smart textiles - An overview. *Applied Thermal Engineering*, 28, 11-12, 1536-1550 (2008).
- 40 Moura, B. G. S. M. P. *Desenvolvimento de materiais com elevado isolamento térmico*, Tese de Mestrado, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, Portugal, 2009.

-
- 41 Pierre, A. C., G. M. Pajonk Chemistry of Aerogels and Their Applications. *Chemical Reviews*, **102**, 11, 4243–4265 (2002).
- 42 Polartec®, <http://www.polartec.com/#/warmth/polartec-classic/>, acessado em Novembro de 2009.
- 43 Rossi, R. *Interactions between protection and thermal comfort*, Textiles for Protection, 233-252, Woodhead Publishing, 2005.
- 44 Rouanet, S. F., R. K. Massey, J. Menashi *Aerogel containing blanket*, 20060125158, 2006.
- 45 Sannino, A., A. Maffezzoli, A. Licciulli *Natural or synthetic yarns with heat transmission barrier property obtained by aerogel deposition*, Megatex S.p.A., 2006.
- 46 Schacher, L., D. C. Adolphe, J. Y. Drean Comparison between thermal insulation and thermal properties of classical and microfibrils polyester fabrics. *International Journal of Clothing Science and Technology*, **12**, 2, 84-95 (2000).
- 47 Schneider, T. W., R. C. White *Methods for material fabrication utilizing the polymerization of nanoparticles*, Science Applications International Corporation, 7410697, 2008.
- 48 Stankovic, S. B., D. Popovic, G. B. Poparic Thermal properties of textile fabrics made of natural and regenerated cellulose fibers. *Polymer Testing*, **27**, 1, 41-48 (2008).
- 49 Stepanian, C. J. *Highly flexible aerogel insulated textile-like blankets*, Aspen Aerogels, Inc., 20070154698, 2007.
- 50 Stepanian, C. J., G. L. Gould, R. Begag *Aerogel composite with fibrous batting*, Aspen Aerogels, Inc., 20020094426, 2002.
- 51 Stratermic®, <http://www.stratermic.com/EN/>, acessado em Novembro de 2009.
- 52 Tang, Y., A. Polli, C. J. Bilgrien *Aerogel-foam composites*, Aspen Aerogels, Inc., 20090029147, 2009.
- 53 TheEngineeringToolBox, http://www.engineeringtoolbox.com/thermal-conductivity-d_429.html, acessado em Janeiro de 2010.
- 54 Thermolite®, <http://www.coolmax-thermolite.com/thermolite.htm>, acessado em Outubro de 2009.

55 Thermore[®], Thermore - Thermal Insulation, 2009.

56 Tomich, A. R. *Aerogel insulation systems for pipelines*, Aspen Aerogels ,Inc., 20080014402, 2008.

Anexo 1 Método *Sweating Guarded-Hotplate*

O método “*Sweating Guarded-Hotplate*” foi desenvolvido pelo Instituto Hohenstein, na Alemanha, para medição da resistência térmica e permeabilidade ao vapor de água em têxteis. Sendo reconhecido como o mais exacto para a determinação da resistência térmica de materiais isolantes, este método foi adoptado como Norma Europeia EN 31092 e Norma Internacional ISO 11092:1993 (E) (Fung, 2002; Huang, 2006).

O método “*Sweating Guarded-Hotplate*”, também conhecido como *Skin Model*, foi concebido para simular os processos de transferência de calor e de massa que ocorrem próximo da pele humana, em regime estacionário. Este método é por isso amplamente utilizado para a determinação de propriedades físicas que determinam o conforto dos materiais têxteis. As medições são efectuadas em condições controladas de temperatura, humidade relativa, velocidade do ar e em fase líquida e gasosa (ISO 11092:1993).

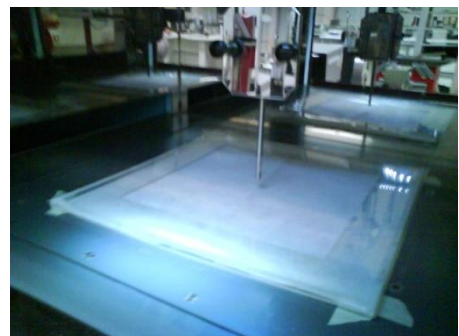
A unidade de medição consiste numa placa electricamente aquecida localizada dentro de uma câmara de teste. A placa possui dimensões mínimas de 0,20 m x 0,20 m e por este motivo as amostras para análise devem ter no mínimo estas dimensões, para que a área de análise esteja completamente coberta. Dentro da câmara de teste a temperatura e a humidade são controladas. Um fluxo de ar à temperatura T_a de 20°C e à velocidade de $1 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ passa através e paralelamente à superfície superior da unidade de medição e da protecção térmica. A placa é aquecida a uma temperatura T_m igual a 35°C assim como a protecção térmica em redor (ISO 11092:1993; Rossi, 2005).

A resistência térmica (R_{ct} , $\text{m}^2\cdot\text{K}\cdot\text{W}^{-1}$) é medida tendo em conta o fluxo de calor fornecido em regime estacionário (Q , W), a diferença de temperaturas entre o ar (T_a , °C) e a unidade de medição (T_m , °C) e a área de análise (A , m^2) e calculada por:

$$R_{ct} = A \cdot \frac{T_m - T_a}{Q}$$



a)



b)

Figura 31 - Skin Model a) equipamento; b) câmara de teste com amostra preparada para análise

Anexo 2 Determinação da condutividade térmica de substratos

Neste anexo, apresenta-se o procedimento experimental desenvolvido para medição da condutividade térmica de substratos homogéneos e pouco compactos utilizando a sonda *Therm 2227-2*, bem como os resultados obtidos para a primeira fase de medições e respectivos exemplos de cálculo. A metodologia desenvolvida teve por base as indicações do manual de utilização da sonda *Therm 2227-2* da empresa AMR-ALHBORN.

1ª FASE: DETERMINAÇÃO DA CONDUTIVIDADE TÉRMICA DO SUBSTRATO X1 EM DIAS DIFERENTES.

- 1) Primeiramente, os parâmetros e condições de medição são estabelecidos: área de análise, pressão aplicada sobre os provetes, número de camadas e base para a montagem.

Tabela 7 - Condições e parâmetros de operação para os dias de medições

Local	Área de análise/m ²	P _{aplicada} /N·m ⁻²	Nº de camadas	Base para a montagem
Laboratório de Química (CeNTI)	0,038	12,89	2	Madeira

- 2) Seguidamente, é preparada a montagem dos instrumentos necessários.

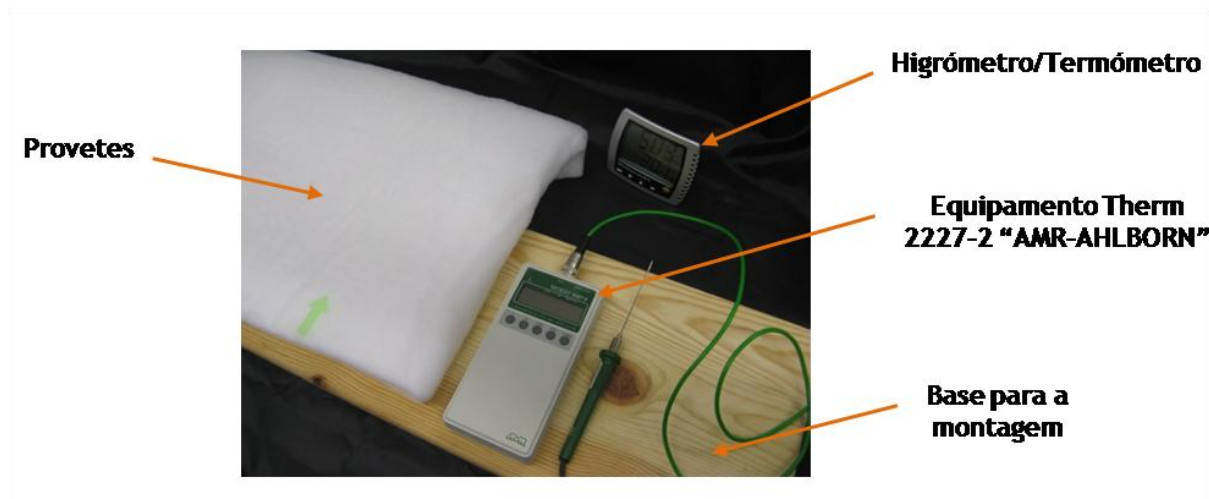


Figura 32 - Montagem utilizada durante a 1ª fase de medições

3) Para realização das medições devem ser tomados os seguintes passos:



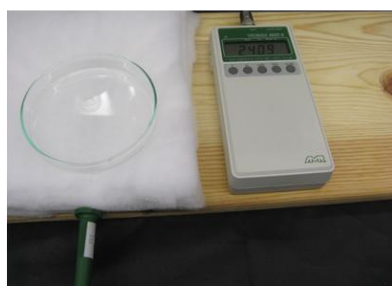
1º Ligar o equipamento.



2º Esperar até que surja o valor da temperatura (°C) no visor.



3º Pressionar o botão Low-Power-Key (LoPo) ou High-Power-Key (HiPo) de acordo com as expectativas do valor de condutividade térmica.



4º Após o sinal sonoro que assinala o início do processo de aquecimento, colocar a sonda entre o material a analisar, pela forma apresentada na imagem.



5º O final da medição é assinalada por um sinal sonoro; o valor da condutividade térmica ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$) surge no ecrã.

Figura 33 - Exemplificação dos passos necessários para a medição da condutividade térmica de substratos têxteis utilizando o equipamento Thermo 2227-2, durante a 1ª fase de testes

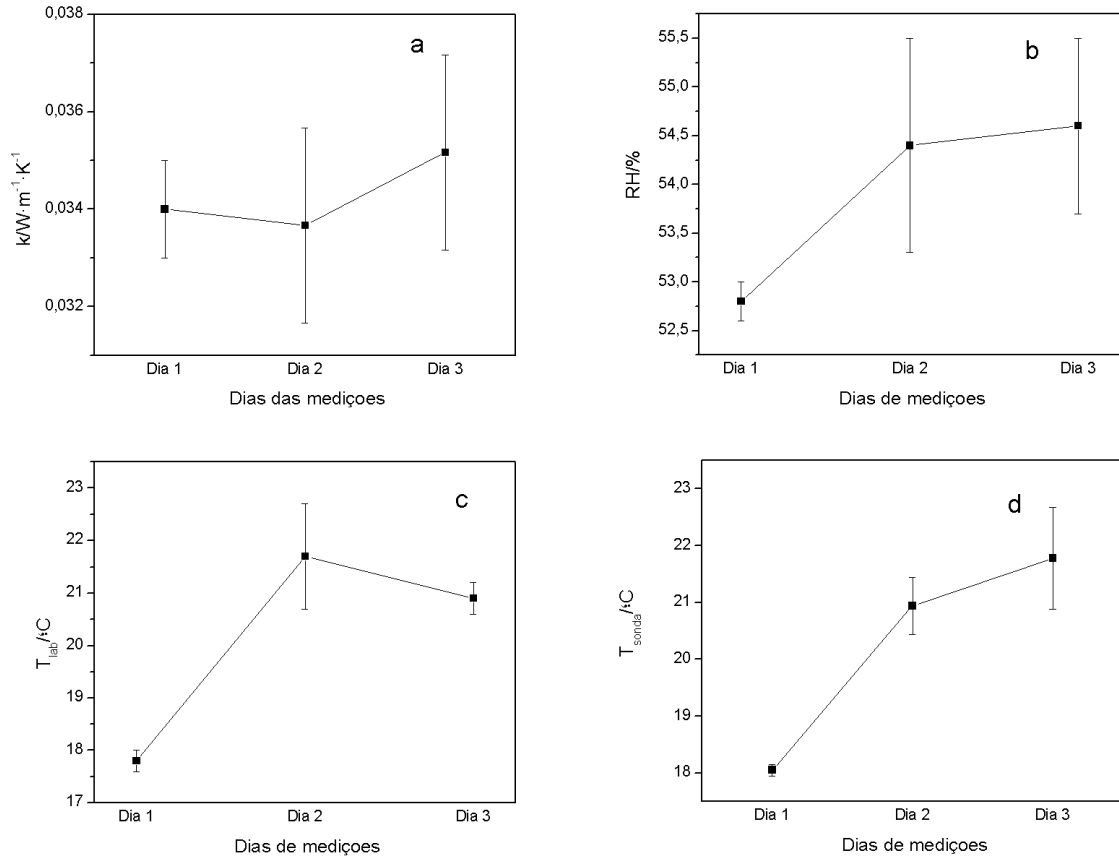


Figura 34 - Variação da a) condutividade térmica do substrato X1, b) da humidade relativa e da c) temperatura do Laboratório de Química (CeNTI) e d) da temperatura inicial da sonda e respectivos intervalos de confiança com 95% de probabilidade, para os dias de medição

Tabela 8 - Resultados obtidos e calculados nos três dias de medições

	Dia de medição		
	1	2	3
k_1	0,033	0,037	0,033
k_2	0,034	0,033	0,033
k_3	0,033	0,032	0,034
k_4	0,034	0,033	0,038
k_5	0,035	0,033	0,037
k_6	0,035	0,034	0,036
$k_{\text{máx}}-k_{\text{mín}}$	0,002	0,005	0,005
σ	0,001	0,002	0,002
$Wc(6)$	0,004	0,007	0,009
$(k_{\text{máx}}-k_{\text{mín}}) \leq Wc(6)$	TRUE	TRUE	TRUE
$\langle k \rangle$	0,034	0,034	0,035
σ^2	$8,00 \times 10^{-7}$	$3,07 \times 10^{-6}$	$4,57 \times 10^{-6}$
n	6	6	6
α	0,025	0,025	0,025
t	2,57	2,57	2,57
Int. Confiança	0,001	0,002	0,002

Exemplo de cálculo - Dia de medição 1

1º Cálculo da diferença entre o valor máximo e o valor mínimo do conjunto de resultados (Ferramenta Excel).

2º Cálculo do desvio padrão do conjunto de resultados (ferramenta Excel).

3º Cálculo do valor de amplitude crítica W_c pela fórmula x,

$$W_c(n) = f(n) \cdot \sigma_a$$

$$W_c(6) = f(6) \cdot \sigma_a$$

$$W_c(6) = 4 \cdot 0,01$$

$$W_c(6) = 0,004$$

Sendo $f(n)$ o valor de um factor estatístico dependente do tamanho do conjunto de resultados, disponível na norma (ISO 5725-6:1994).

4º Verificação da veracidade da condição,

$$(k_{m\acute{a}x} - k_{m\acute{i}n}) \leq W_c(6)$$

5º Como a condição é verificada, segue-se o cálculo do resultado de ensaio a partir da média dos resultados.

6º Determinação do valor de t de Student pela função INVT() do Excel ou pela tabela disponível em Ross (1987), com probabilidade igual a 0,05 ($\alpha=0,025$) e o número de graus de liberdade igual a 5 ($n-1=5$).

7º Determinação do intervalo de confiança, pela expressão

$$\text{Intervalo de confiança} = \pm t \frac{\sigma_a}{\sqrt{n}}$$

Onde t é o valor de t de Student, σ_a o desvio padrão do conjunto de resultados e n o tamanho do conjunto de resultados.

2ª FASE: DETERMINAÇÃO DA CONDUTIVIDADE TÉRMICA DO SUBSTRATO X1 UTILIZANDO BASES DE SUPORTE DE MONTAGEM COM DIFERENTES CONDUTIVIDADES TÉRMICAS.

- 1) Primeiramente, os parâmetros e condições de medição são estabelecidos: área de análise, pressão aplicada sobre os provetes e número de camadas.

Tabela 9 - Condições e parâmetros de operação para as medições realizadas utilizando uma base de ferro e uma base de madeira para as montagens

Local	Área de análise/m ²	Pressão aplicada/N·m ⁻²	Nº de camadas
Laboratório de Química (CeNTI)	0,038	12,89	2

- 2) Seguidamente, é preparada a montagem dos instrumentos necessários.

A base de ferro utilizada uma espessura de 0,9 cm.

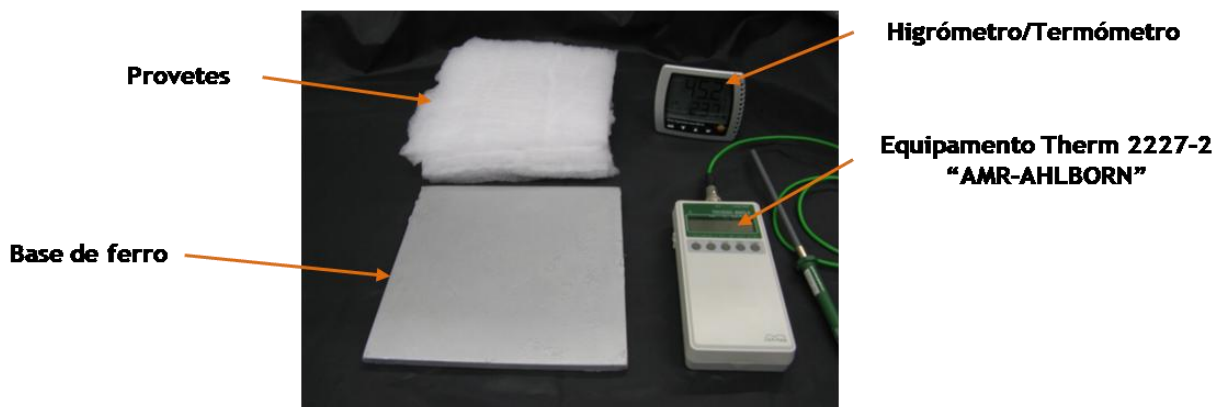


Figura 35 - Instrumentos utilizados durante a 2ª fase de medições

3) Para realização das medições devem ser tomados os seguintes passos:



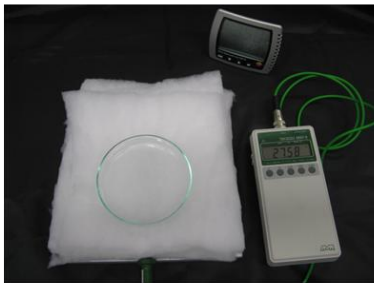
1º Ligar o equipamento.



2º Esperar até que surja o valor da temperatura (°C) no visor.



3º Pressionar o botão Low-Power-Key (LoPo) ou High-Power-Key (HiPo) de acordo com as expectativas do valor de condutividade térmica.



4º Após o sinal sonoro que assinala o início do processo de aquecimento, colocar a sonda entre o material a analisar, pela forma apresentada na imagem.



5º O final da medição é assinalada por um sinal sonoro; o valor da condutividade térmica ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$) surge no ecrã.

Figura 36 - Exemplificação dos passos necessários para a medição da condutividade térmica de substratos têxteis utilizando o equipamento Therm 2227-2 durante a 2ª fase de testes

3ª FASE: DETERMINAÇÃO DA CONDUTIVIDADE TÉRMICA DO THERMOLITE® UTILIZANDO UMA E DUAS CAMADAS DE SUBSTRATO X1.

- 1) Primeiramente, os parâmetros e condições de medição são estabelecidos: área de análise, pressão aplicada sobre os provetes e número de camadas.

Tabela 10 - Condições e parâmetros de operação para as medições realizadas utilizando uma base de ferro para a montagem

Local	Área de análise/m ²	Pressão aplicada/N·m ⁻²	Base para a montagem
Laboratório de Química (CeNTI)	0,038	0	Ferro

- 2) Seguidamente, é preparada a montagem dos instrumentos necessários.

A base de ferro utilizada uma espessura de 0,9 cm.

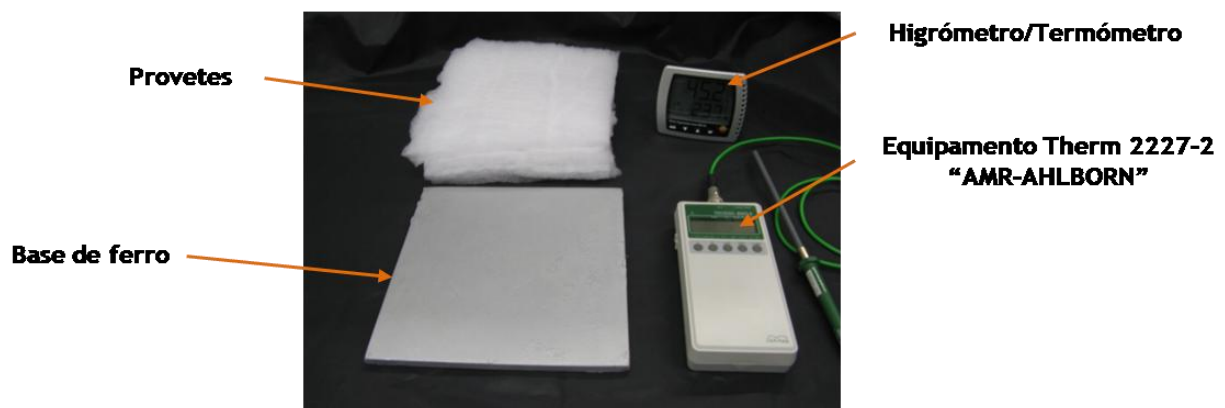


Figura 37 - Instrumentos utilizados durante a 3ª fase de medições

- 3) O procedimento utilizado foi o mesmo utilizado na 2ª fase, fazendo as devidas alterações do número de camadas entre conjuntos de medições.