

## ESTUDO DAS PROPRIEDADES TÉRMICAS DE COMPÓSITO COM MATRIZ DE POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE (HDPE) UTILIZANDO COMO CARGA CELULOSE OBTIDA A PARTIR DA CASCA DE ARROZ

MARIANE WEIRICH BOSENBECKER<sup>1</sup>; SHEILA REGINA COSTA CROCHE<sup>2</sup>;  
GABRIEL MONTEIRO CHOLANT<sup>2</sup>; FABIO ROBERTO PASSADOR<sup>3</sup>; JULIANO  
MARINI<sup>4</sup>; AMANDA DANTAS DE OLIVEIRA<sup>5</sup>

<sup>1</sup> Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM/UFPEL -  
marianeboesenbecker@hotmail.com

<sup>2</sup> Centro de Desenvolvimento Tecnológico - Engenharia de Materiais –CDTEC/UFPEL -  
she.croche@gmail.com, gabriel.scholant@hotmail.com

<sup>3</sup> Instituto de Ciência e Tecnologia (ICT) – Engenharia de Materiais – Universidade Federal de São  
Paulo (UNIFESP), São José dos Campos, SP – fabiopassador@gmail.com

<sup>4</sup> Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP –  
juliano.marini@gmail.com

<sup>5</sup> Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM/UFPEL –  
amandaoliveira82@gmail.com

### 1. INTRODUÇÃO

O polietileno de alta densidade (HDPE) é um das mais importantes poliolefinas comerciais. É um polímero de aplicação geral devido a seu baixo custo, facilidade de processamento, excelentes propriedades de isolamento elétrico e resistência química, flexibilidade em baixas temperaturas, não é tóxico e possui boa permeabilidade a vapor de água, o que o torna útil para ser aplicado na indústria de embalagens. No entanto, possui baixa resistência à intempéries. A fim de reduzir custos e melhorar as propriedades morfológicas, mecânicas, e térmicas, vários aditivos ou cargas podem ser incorporado ao HDPE (AYSWARYA. EP, et al 2012).

Dentre as várias cargas disponíveis que podem ser utilizadas como reforço em matrizes poliméricas pode-se destacar a casca de arroz. Este resíduo agroindustrial se caracteriza por ser um material biodegradável, reciclável, de baixo custo, baixa densidade e também por apresentar natureza não abrasiva. A casca de arroz (CA) é um dos principais resíduos agrícolas produzido durante o processamento do arroz. Geralmente ele têm sido um problema para os produtores de arroz devido à sua difícil decomposição no solo e baixo valor nutritivo para os animais. (KENECHI, N.W et al, 2016).

Por conseguinte, a utilização de casca de arroz como carga em compósitos poliméricos está atraindo muita atenção. É um dos resíduos agrícolas mais abundantes em alguns países do mundo. De acordo com dados estatísticos da Food and Agriculture Organization of the United Nation (FAO), a produção mundial deste resíduo foi cerca de 697.9 milhões de toneladas em 2010. A casca de arroz contém aproximadamente 35% de celulose, 25% de hemicelulose, 20% de lignina, 17% de cinzas (94% de sílica) e 3% em massa de humidade de acordo com JOHAR, N et al (2012), a utilização de CA como carga em HDPE possui a dupla vantagem de reduzir a poluição de CA e melhorar as propriedades do HDPE por um método econômico e confiável. Por estes motivos, este trabalho teve como objetivo utilizar a celulose obtida a partir da casca de arroz como carga em matriz de HDPE com o intuito de melhorar suas propriedades térmicas.

## 2. METODOLOGIA

A obtenção da celulose a partir da casca de arroz foi realizada através de um processo que envolveu duas etapas: tratamento alcalino e branqueamento. O tratamento alcalino foi realizado com o objetivo de remover a hemicelulose e lignina da casca. Para isto, a casca na forma de um pó fino foi colocada em uma solução de ácido acético e ácido nítrico, esta solução foi deixada em banho maria durante 4 horas. No Término da reação, a solução foi filtrada e o material sólido obtido foi lavado várias vezes até atingir um pH neutro. Após tratamento alcalino, o processo de branqueamento foi realizado com adição da casca em solução de hipoclorito de sódio durante 24 horas. O material resultante foi filtrado e também lavado com água destilada. Em seguida, foi seco em estufa a 60°C, por 24 horas. A Figura 1 apresenta as etapas envolvidas no processo de obtenção da celulose.

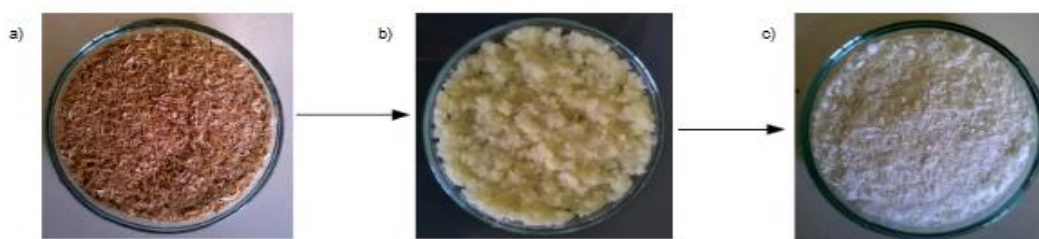


Figura 1- Etapas do processo de obtenção da celulose a partir da casca de arroz.(a) casca de arroz natural, (b) tratamento alcalino e c) branqueamento.

### 2.1. PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS

Para a obtenção do compósito foi utilizado o método de mistura no estado fundido. Para isto, foi utilizada, uma extrusora de rosca simples instalada no laboratório de Materiais Poliméricos do curso de Engenharia de Materiais (Grupo de Pesquisa Labcom), do qual foi utilizado um perfil de temperatura de 110°, 160° e 210°C correspondente as zonas 1, 2 e 3 respectivamente. Os materiais compósitos foram preparados com 5% em massa de celulose.

### 2.2 CARACTERIZAÇÃO

#### Difração de raios-X (DRX)

A casca de arroz e a celulose foram caracterizadas por difração de raios- X (DRX). As análises de DRX foram realizadas utilizando-se um difratômetro Rigaku, modelo Ultima IV, com radiação de CuK $\alpha$  ( $\Theta$  = 1,542 Å), operando a 40KV e 40mA. A varredura foi realizada na faixa de 2 $\Theta$  entre 10 e 50°, a uma taxa de 1°/min.

#### Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica tem como objetivo avaliar a estabilidade térmica do material estudado. Nesta análise foi utilizado um equipamento da TA Instruments, modelo TGA Q50, com uma taxa de 20°C/min, da temperatura ambiente até 700°C e sob atmosfera de nitrogênio.

#### Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A calorimetria exploratória diferencial (DSC) foi realizada para a investigação da temperatura de fusão (T<sub>m</sub>) e temperatura de cristalização (T<sub>c</sub>) do polímero puro e

do compósito HDPE/5% celulose. Foi utilizado um equipamento da TA Instruments, modelo Q-1000, com nitrogênio como gás de arraste, em fluxo constante de 50 ml/min. As amostras foram inicialmente aquecidas da temperatura ambiente até 200°C a uma taxa de aquecimento de 10°C/min, permanecendo nesta temperatura por 3 minutos. Logo, após foram resfriadas até 30°C a uma taxa de 10°C/min para a determinação da temperatura de cristalização ( $T_c$ ) e novamente foram aquecidas até 200°C a uma taxa de 10°C/min. Para a realização das análises foram utilizados os termogramas do segundo aquecimento por não possuírem influência da história térmica das amostras.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### Difração de raios-X (DRX)

A análise de DRX foi utilizada para avaliar a cristalinidade das fibras da casca de arroz e celulose após diferentes etapas de tratamento químico. A Figura 2 ilustra os padrões de difração obtidos para as amostras estudadas, no qual o pico referente a celulose apresentou um comportamento mais definido conforme esperado. O aumento da cristalinidade após o tratamento realizado foi atribuído à remoção progressiva de materiais amorfos não celulósicos segundo reportado por JOHAR et al (2012).

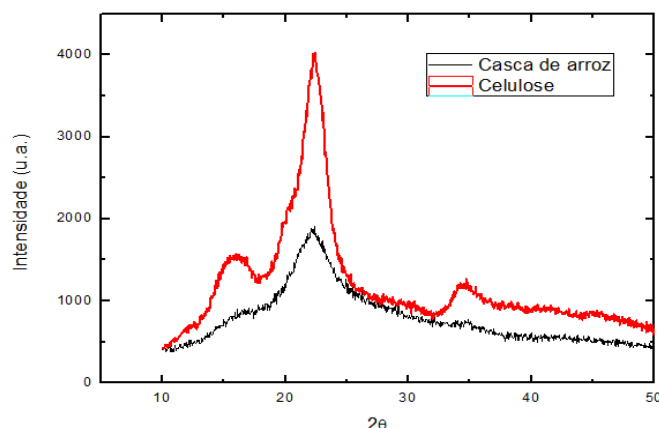


Figura 2- DRX da casca de arroz e celulose.

#### Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise TGA foi utilizada para avaliar o efeito da celulose na estabilidade térmica do polímero. A partir da Figura 3, foi possível observar que as curvas TGA de HDPE e HDPE/5% de celulose apresenta apenas uma perda de massa. Verificou-se também um ligeiro aumento na estabilidade térmica do compósito HDPE/5% celulose em relação ao polímero puro.

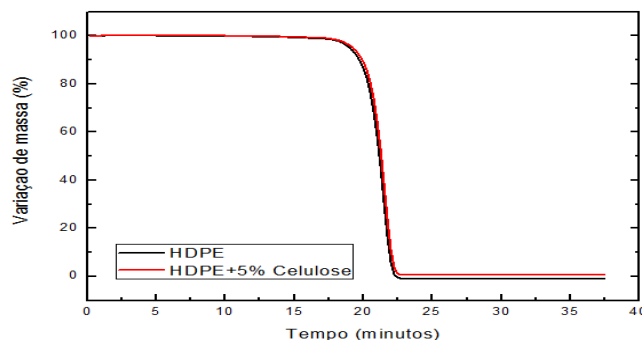


Figura 3– Curvas TGA do HDPE puro e compósito.

### Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A figura 4 apresenta os termogramas de resfriamento e segundo aquecimento do HDPE puro e do compósito HDPE/5% celulose. É possível observar que a temperatura de cristalização não sofre alteração com a presença de celulose, uma vez que o valor encontrado foi praticamente o mesmo. Efeito semelhante foi observado para a temperatura de fusão  $T_m$ , os valores de  $T_m$  encontrados para o HDPE e mistura HDPE/celulose foram de 132,5°C e 132,3°C, respectivamente.

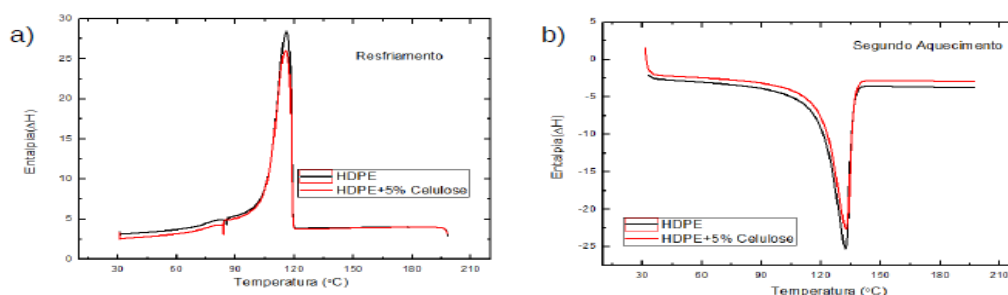


Figura 4 – Curvas DSC: a) Resfriamento e b) Segundo Aquecimento do HDPE puro e HDPE+ 5% de celulose.

## 4. CONCLUSÕES

Com base nos dados obtidos neste trabalho, foi possível comprovar que a celulose, um resíduo agroindustrial obtido a partir da casca de arroz pode ser utilizada como carga durante o processamento do HDPE pelo processo de mistura no estado fundido. Contribuindo para a preservação do meio ambiente e melhoria de suas propriedades quando incorporado a matriz polimérica de acordo com os resultados mencionados durante este estudo.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AYSWARYA, E.P et al. Rice husk ash – A valuable reinforcement for high density polyethylene. *Materials and Design*. v. 41, p. 1-7, 2012.

KENECHI, N.O et al. Utilization of Rice Husk as Reinforcement in Plastic Composites Fabrication- A Review. *American Journal of Materials Synthesis and Processing*. v. 3, p. 32-36, 2016.

JOHAR, N et al. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products*, v. 37 p. 93–99, 2012.