



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS
Reitoria
Pró-Reitoria de Gestão de Pessoas
Coordenação de Administração de Pessoal
Núcleo de Cadastro e Movimentação de Pessoal

Memorando nº 120/2024/NUCAD/CAP/PROGEP/REITORIA

Ao Centro de Engenharias

Assunto: professor substituto - início das atividades

Prezados(as),

Este tem a finalidade de apresentar **MARIANE WEIRICH BOSENBECKER**, admitida para esta IFES no cargo de Professor Substituto.

O Contrato da referida professora tem início no dia **01/07/2024**, com vigência prevista até o dia **30/09/2024**.

Por oportuno, solicitamos o encaminhamento do **Memorando de confirmação do início das atividades profissionais deste servidor**, para Núcleo de Cadastro e Movimentação de Pessoal - NUCAD/PROGEP, o mais breve possível, para fins de inclusão na folha de pagamentos.

Por fim, faz-se necessário, também, que seja informada a lotação interna do servidor, para que seja emitida a Portaria de Localização de Exercício, conforme orientação disposta no Memorando-Circular 3 (2014867).

Atenciosamente,

(assinado eletronicamente).

Eliane Storch Power
NUCAD/CAP/PROGEP/UFPeI



Documento assinado eletronicamente por **ELIANE STORCH POWER**, Administrador, em 01/07/2024, às 14:13, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 4º, § 3º, do Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020.



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site http://sei.ufpel.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **2648196** e o código CRC **7CF0E562**.

Mechanical characterization of HDPE reinforced with cellulose from rice husk biomass

Mariane Weirich Bosenbecker¹, Gabriel Monteiro Cholant¹, Gabriela Escobar Hochmuller da Silva¹, Oscar Giordani Paniz¹, Neftali Lenin Villarreal Carreño¹, Juliano Marini² and Amanda Dantas de Oliveira^{1*} 

¹*Centro de Desenvolvimento Tecnológico – CDTec, Universidade Federal de Pelotas – UFPel, Pelotas, RS, Brasil*

²*Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, SP, Brasil*

**amandaoliveira82@gmail.com*

Abstract

High-density polyethylene (HDPE) reinforced with cellulose from rice husk (RH) were prepared and studied. The RH biomass was submitted to acid extraction and bleaching process and then analyzed for its cellulose extraction efficiency by X-ray diffraction (XRD) and Fourier transformation infrared spectroscopy (FTIR). After that, the RH cellulose (RHC) was incorporated to the HDPE matrix by melt blending with different filler contents (5, 10 and 15 wt%), and then characterized in terms of mechanical properties and morphology. The RHC incorporation in the HDPE matrix resulted in an increase in elastic modulus regardless the filler content added; also, the impact resistance was maintained for RHC contents up to 10%. The morphological analysis of the composites showed that the cellulose was well dispersed in the matrix, which contributed to the improvement of the final rigidity of these materials, indicating the feasibility of incorporating this residue in the production of HDPE composites.

Keywords: *cellulose, biomass, polymeric composites, rice husk.*

How to cite: Bosenbecker, M. W., Cholant, G. M., Silva, G. E. H., Paniz, O. G., Carreño, N. L. V., Marini, J., & Oliveira, A. D. (2019). *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 29(4), e2019058. <https://doi.org/10.1590/0104-1428.04819>

1. Introduction

Polymeric composites reinforced with vegetable fibers have been the target of great academic and industrial interest for replacing, generally with cost advantages and lightness, materials made of conventional polymeric composites. These composites are less aggressive and toxic, since they are reinforced with raw materials of plant origin, such as oils, starch and cellulose. Besides coming from renewable sources, meeting the requirements of biodegradability and preservation of the environment throughout its cycle of life^[1], they can be an alternative for the reduction of inappropriate waste disposal when the utilized fibers are from agroindustrial waste^[2].

Rice is the most popular food in the world, its importance can be noted by its numbers of consumption and production. The consumption of rice as food for 2017 was estimated at 53.7 kg/person. To meet this demand, rice production forecasts, for the same year, were estimated at 759.6 million tonnes according to the Food and Agriculture Organization (FAO)^[3]. In this context, the Brazilian production of rice is in the order of 12 million tons/year and the state of Rio Grande do Sul represents 60% of this production^[4]. For each ton of rice produced, it is estimated that 0.23 ton of RH are formed during the rice refining process, being the most voluminous by-product^[5]. In this way, RH is an agroindustrial large quantity residue in Rio Grande do Sul.

The average chemical composition of RH is defined in 35% cellulose, 25% hemicellulose, 20% lignin and 20% of others^[6]. It is important to note that these contents may vary significantly according to type of paddy, crop year, climatic and geographical conditions and sample preparation for analysis.

These peels have low commercial value because the contained silica (SiO₂) and the fibers do not have nutritional value, therefore they are not used in human or animal feeding. The destination found for the RH, in the last years, has been the discharge into crops and river bottoms, resulting in serious environmental impacts. In other cases, RH has been used as a source of energy for parboiling, but it is also a problem as it contributes to air pollution.

Polymeric composites using cellulose as reinforcing agent have several advantages, generally these natural reinforcements are lighter, more economically attractive and provide greater resistance when compared with inorganic reinforcing agents^[7]. But interestingly, there are no reports on the use of cellulose obtained from RH in HDPE matrix.

Therefore, the objective of this work was to evaluate the use of cellulose extracted from RH in the obtention of composites with HDPE by melt blending, offering an alternative reuse for this agroindustrial residue. The work

also aimed to promote an improvement in the mechanical properties of HDPE.

2. Materials and Methods

High density polyethylene - HDPE (GM9450F) obtained from Braskem S/A was used as polymeric matrix. The rice hulks were obtained from a cereal supply located in Pelotas/RS – Brazil. All reagents used in this work had analytical grade.

2.1 Cellulose obtaining from RH

Figure 1 presents a flowchart of the methodology used for the RHC obtention.

Firstly, the rice hulks were milled in a knife mill (Marconi – Model MA 340). After that, the milled biomass was submitted to the first step treatment which consists in an acid treatment to remove the hemicellulose and lignin present in the RH. The milled RH was added in a solution of water, acetic acid and nitric acid at a ratio of 6:5:1 v/v, respectively, under mechanical stirring and reflux at 80°C for 4h. The resulting material was washed and filtered with distilled water until reached the neutral pH.

The bleaching process was done by the immersion of the resulting material from the first step in a solution of sodium hypochlorite for 24h. After the steady time, the material was filtered using distilled water until was neutralized. The non-passing material was the RHC, which was dried at 60°C for 24h.

2.2 Cellulose characterization

2.2.1 X-ray diffraction (XRD)

The XRD analyzes were performed using a diffractometer (D8 Advance Bruker) with wavelength of $\lambda = 1,541 \text{ \AA}$, operating at 40 KV and 40 mA. The scans were performed in the range of 2θ between 10 and 50°, at a rate of 1/min.

2.2.2 Fourier transformation infrared spectroscopy (FTIR)

The analyses were done using a Spectrum 1000 spectrophotometer from Perkin Elmer, in the range between 400 and 4000 cm^{-1} . Each spectrum corresponds to the average of 10 scans at a resolution of 4 cm^{-1} .

2.2.3 Scanning electron microscopy (SEM) analysis

The microscopy analyses of the RH in natura, the RH after the first treatment and the RH cellulose were performed by SEM using a Shimadzu, modelo SSX-550 Superscan equipment.

2.3 HDPE/Cellulose composites preparation

2.3.1 Melting blending process

To produce the composites, a single screw extruder (CIOLA, model MEP-18) with L/D = 22 was used. The temperature profile used was 180/190 °C in the two heating zones and 190 °C for the matrix. The composites were obtained with 5, 10 and 15 wt% by mass of cellulose. The pure polymer also was obtained using the same processing conditions in order to have their results compared to those obtained to the composite materials.

2.3.2 Composites molding

The materials obtained from the extrusion process were pelletized and then molded by compression at 200°C in a hydraulic press (Marconi, MA098/A) using the following cycle: pre-heating (for 2 min) / pressing (3 ton for 2 min) / relief / pressing (5 tons for 2 min) / forced cooling in water at room temperature. This process results in plates with 10 cm of length, 10 cm of width and 3.2 mm of thickness. The specimens for tensile and impact mechanical tests were stamped from the plates obtained.

Figure 2 shows a schematic of all the steps involved in processing of the composites.

2.3.3 Composites evaluation

2.3.3.1 Mechanical characterization

The mechanical properties were determined by tensile and Izod impact tests. The dimensions of the samples were defined according to the American Society for Testing Materials (ASTM) standards.

Tensile strength test

The tensile tests were performed according to ASTM D-638 on a universal testing machine (INSTRON E3000) with a load cell of 5000 N, distance between claws of 115 mm and deformation rate of 5 $\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$. The widths and thicknesses of the specimens were measured using a caliper gauge (Mitutoyo, $\pm 0.001 \text{ mm}$).

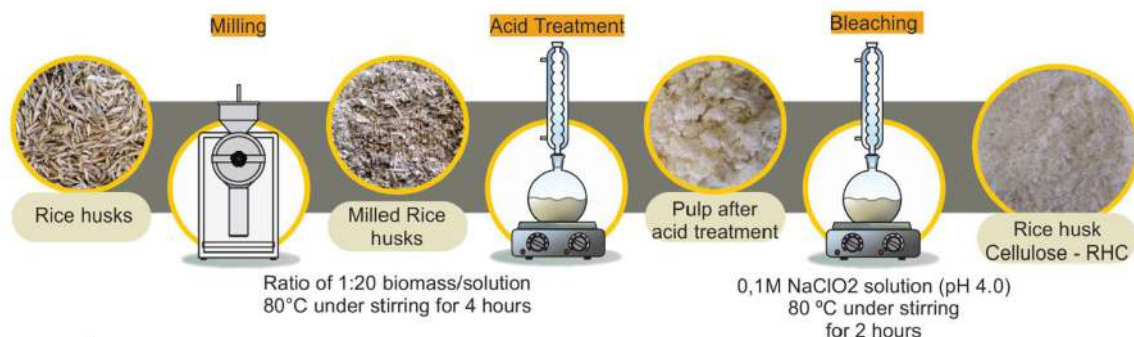


Figure 1. Flowchart of the RHC obtention process.

Izod impact test

For the Izod impact tests (RESIL 25, from Ceast) the specimens were notched with a depth of 2.54 ± 0.1 mm, with minimum notch speed in accordance with ASTM D256. The tests were performed at room temperature.

2.3.3.2 SEM analysis

The fracture surfaces of the impacted specimens were observed by SEM, using a Jeol JSM- 6610LV equipment. A thin layer of gold was deposited on the material with metallizer.

3. Results and Discussions

3.1 Cellulose characterization

The in natura RH color is brown and after the first chemical treatment a brown-orange coloration was observed. After the bleaching, the material appears completely white (see Figure 1). These color changes are directly associated with the removal of non-cellulosic materials^[8]. Thus, the white color observed in the final product was an indication of a high purity of the cellulosic material. However, further analysis is required, such as chemical composition, morphology, crystallinity and functional groups for its characterization^[9].

3.1.1 X-ray diffraction (XRD)

X-ray diffraction was used to investigate the crystalline structure of RH before and after the chemical treatments used. In addition, microcrystalline cellulose (MCC) of commercial origin was analyzed for comparison. The diffractograms are represented in Figure 3.

It is reported in the literature, that cellulose have crystalline structure, due to Van der Waals' bonds, while hemicellulose and lignin have an amorphous characteristic^[10]. As expected, natural rice husk has low crystallinity. There is an increase in the crystallinity of the samples according to the chemical treatments used, which may be related to the partial elimination of hemicellulose and lignin, indicating the efficiency of the procedure used to obtain the cellulose from rice husk. The peaks at approximately 16° , 22° and 34° are characteristic of type I cellulose^[9], corresponding to the (101), (002) and (004) planes, respectively.

3.1.2 Fourier transformation infrared spectroscopy (FTIR)

Figure 4 shows the spectra of the in natura rice husk, after acid extraction, RHC and MCC.

It is possible to observe in all spectra the presence of two major regions of absorbance^[11]. The first region at high wavenumbers ($2700\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$) can be attributed to different vibrations in polysaccharides and the second

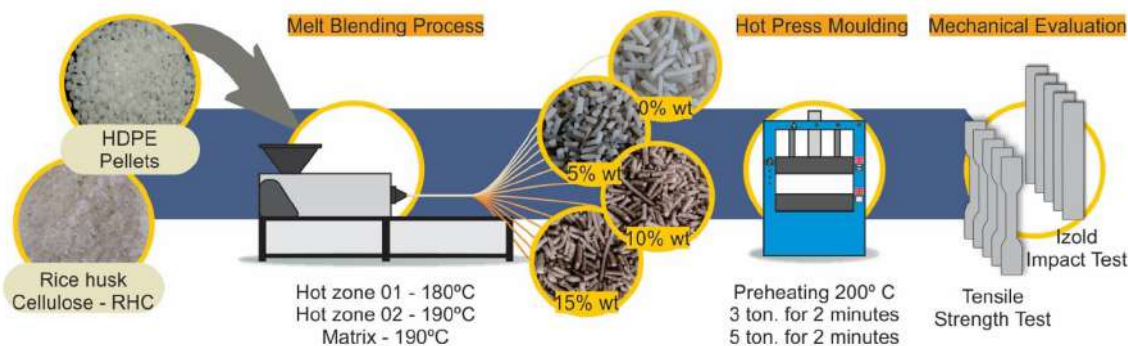


Figure 2. Flowchart of the composites processing.

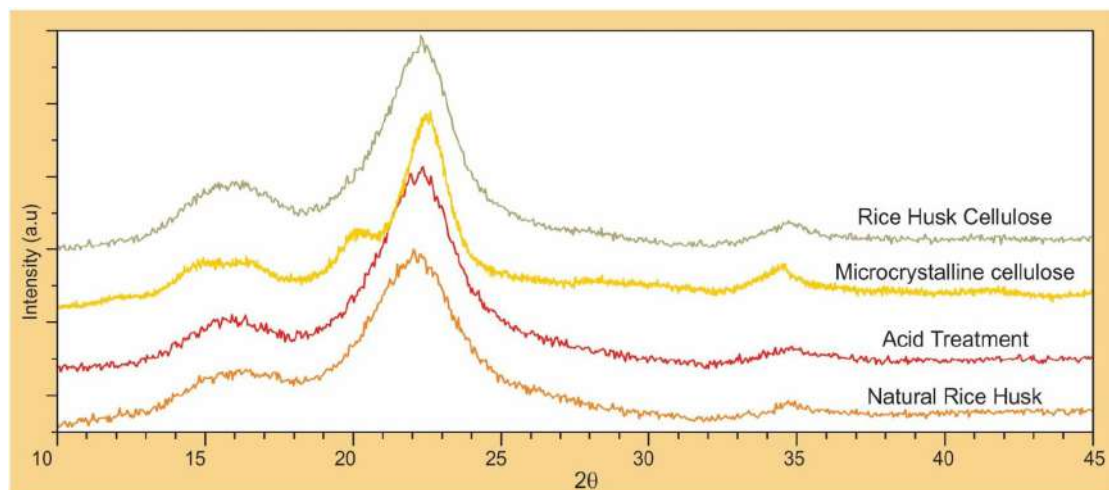


Figure 3. X-ray diffractograms of RH, RH after acid treatment, RHC and MCC.

region at lower wavenumbers (800 to 1800 cm^{-1}) is typical assigned to cellulose^[12].

The peak in the region between 3500 – 3000 cm^{-1} confirms the presence of hydroxyl groups (O-H). For the RHC, the increase in the area of this band indicates the presence of a greater number of OH groups^[13] and, consequently, an increase in RHC hydrophilicity.

The peak in 2921 cm^{-1} is observed in all spectra and it is due to the presence of C-H stretching vibration in polysaccharides, evidencing the presence of cellulose and hemicellulose^[12,14].

The bands in the range of 1700 – 1730 cm^{-1} are attributed to the vibration of acetyl and uronic groups of hemicellulose, or even to the ester linkage of carboxyl and p-coumaric acids in lignin^[15]. In this region a peak reduction was observed, according to the chemical treatment sequences, thus confirming the partial removal of hemicellulose and lignin^[11]. A small band was observed in the range of 1629 – 1621 cm^{-1} , which can be attributed to the water absorbed in cellulose^[12]. In general, the FTIR spectra have confirmed that RHC have a more open structure related to their greater wettability as the hemicellulose is dissolved or removed^[13]. The band at 1170 cm^{-1} corresponds to the asymmetric stretching of the C-O-C bond of cellulose, hemicellulose and lignin^[16].

The bands observed at approximately 1030 cm^{-1} and at 800 cm^{-1} in the spectra correspond to the stretching bonds of C=O in guaiacyl rings^[17] and CH deformations in cellulose^[15], the latter one presents an increase in intensity as the treatment is performed, indicating an increase in cellulose content.

3.1.3 SEM analysis

Through the SEM images it was possible to investigate the changes in the structure of the RH, as well as the cellulose, as shown in Figure 5.

The RH, Figure 5A, presented a more compact structure, with an irregular outer surface of hemicellulose, lignin, inorganic components and lumps or protuberances^[18], when compared to the RHC, Figure 5B and C, in which the bleached fibers had a fibrous and rough structure, with a mean diameter of $5\text{ }\mu\text{m}$ ^[8]; also some particulates are observed, which can be related to residual material from the synthesis or even remained impurities. It was also observed the presence of some pores in the rough surface of the fibers, indicating that there may be an increase in the effective surface area for contact with the polymeric matrix, which contributes to the improvement of the mechanical properties.

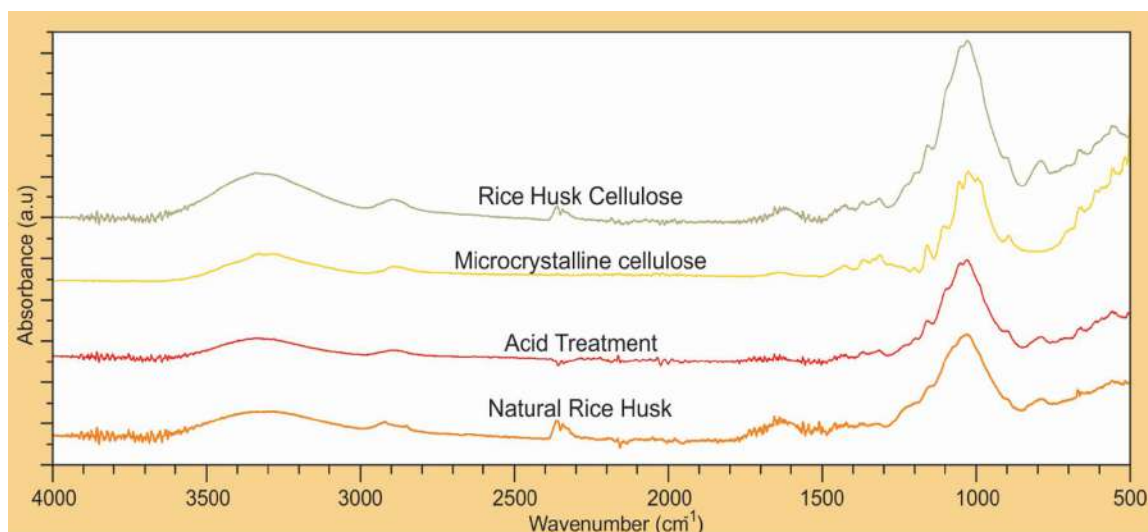


Figure 4. FTIR spectra of HR biomass, HR after the acid extraction, RHC and MCC.

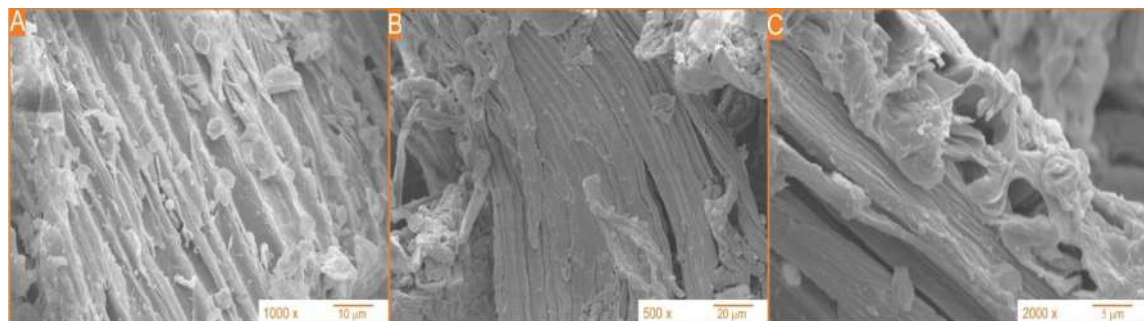


Figure 5. SEM micrographs of: (A) RH; (B) and (C) RHC.

3.2 Composites characterization

3.2.1 Mechanical characterization

Figure 6 presents the graphs for the mechanical characterization.

Tensile strength test

In Figure 6A it is possible to observe that the modulus of elasticity of the composites presented different behaviors in relation to the HDPE. The HDPE composites have higher elastic modulus than pure HDPE. On the other hand, when analyzing the results obtained for composite materials prepared with different filler contents, it is verified that the values of elastic modulus presented by these materials have no significant difference. It is known that when a composite is reinforced with cellulose, the tensile modulus of the polymer compound can improve considerably. However, this property change will also depend on the strength and effectiveness of the interfacial adhesion between cellulose and matrix [19], which can be improved with prior treatment and also of the amount of filler used. Low contents of cellulose can form regions of high mechanical stress, by a not so homogeneously dispersed mixture, resulting in a decrease in elastic modulus. Higher contents of cellulose, in its turn, can result in a better distribution of stresses, and thus greater modulus [20].

This small increase in the values of elastic modulus indicates a low interaction between the polymer and the matrix, and this can be explained by its lack of chemical affinity, since the HDPE is apolar and the cellulose is known for its polarity, as can be confirmed by FTIR.

Izod impact test

In Figure 6B it is observed that HDPE presented an average impact resistance of 178.65 J/m, higher than the composites with 5, 10 and 15 wt% of cellulose, with values of 172.99 J/m, 162.54 J/m and 126.36 J/m, respectively. Its already established in literature that HDPE has a high Izod impact strength, which is decreased when reinforced with vegetable fibers [21].

Considering the standard deviations, it can be affirmed that the addition of up to 10 wt% of RHC does not promote significant reductions in the impact resistance when compared to pure HDPE. The HDPE/15 wt% RHC presented a greater decrease impact resistance, breaking more easily, and also making it a material with greater rigidity lower tenacity. This can be explained since the introduction of reinforcements can promote stress concentration, generating the presence of micro-interfacial voids, which make the microcracks to propagate easily in the composite, and then reducing impact resistance [22]. Also, RH is fragile and therefore, have a low capacity to absorb energy during the propagation of the fracture. Similar results of decrease in impact strength with increasing cellulose content was observed in literature [19], who reported an increase in its brittleness due to large amounts of cellulose in a HDPE matrix. This decrease in impact strength of the polymer matrix can also be reverted by the use of impact modifiers, which improve the matrix / reinforcement interface.

3.2.2 SEM analysis

Its well established that interfacial adhesion matrix/filler and dispersion of the filler in the polymer matrix are determining factors in mechanical properties of any composite material [23]. In this way, the mechanical results can be confirmed to the observed in SEM analysis. Figure 7 presents SEM micrographs obtained from the fracture surface of the samples after the Izod impact tests were performed.

The micrographs revealed a heterogeneous distribution of the RHC in HDPE matrix, with RHC presenting different morphologies, such as rods-like structures, particulates and also agglomerates. These different morphologies can be justified by the fragmentation of RHC during the composites extrusion and the agglomeration due the greater affinity of cellulose with itself than with the matrix.

Considering the amount of RHC used represents most of the composite volume, we can affirm that it was possible to achieve a good adhesion between the phases, with the RHC distributed in the polymer, contributing to the increase of the elastic modulus when comparing to the HDPE. However, it is possible to observe regions of detachment of the RHC

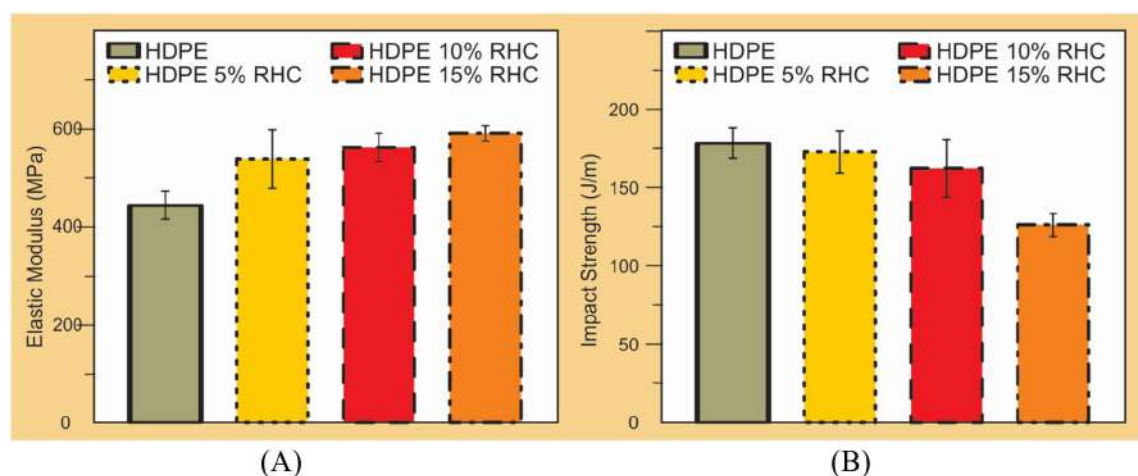


Figure 6. (A) Elastic modulus and (B) Impact strength for pure HDPE, HDPE 5wt% RHC, HDPE 10wt% RHC and HDPE 15wt% RHC composites.

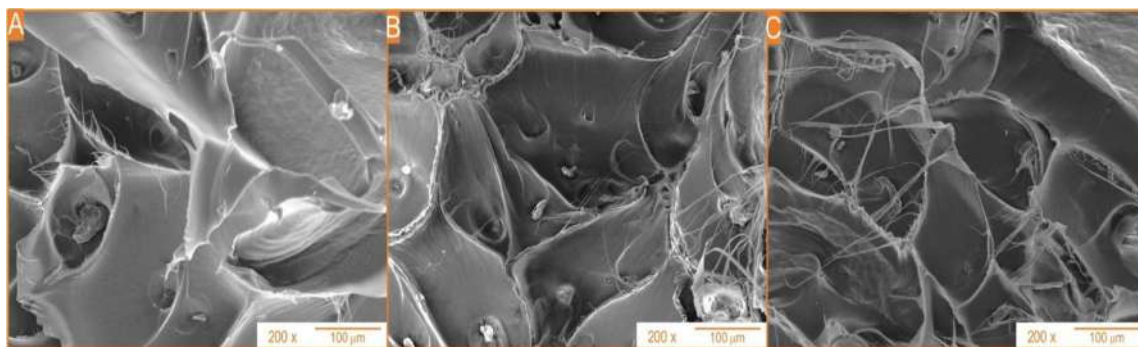


Figure 7. SEM micrographs of (A) HDPE 5wt% RHC, (B) HDPE 10wt% RHC and (C) HDPE 15wt% RHC.

from the matrix, forming voids. The more RHC was used, the more detachments could be perceived, due to the higher amount of RHC. In the same way, more voids are formed. The appearance of defects as voids with the increase in the amount of RHC used, justifies the results obtained by the impact resistance tests.

All observed fracture surfaces are rough, indicating that the addition of RHC did not change the fracture behavior of the polymeric matrix, which remained plastic.

4. Conclusions

Considering that the results of FTIR, XRD and SEM are in agreement with the literature, we can say that the treatment used was efficient for obtaining cellulose from RH biomass.

The addition of RHC in the HDPE polymer matrix had good effect on the elastic modulus of the composites, as we can confirm by the improvement in the rigidity of the composites when compared to the pure matrix, but without significant changes for higher contents of RHC. The impact strength have decreased as the RHC content increase in the polymeric matrix. Micrographs obtained by MEV from the fractured surface obtained by impact test of the composites, revealed some adherence between RHC-matrix. In this context, the results obtained for the HDPE composites with the addition of RHC present a superiority over the pure matrix and thus create the possibility of its use in composites and an alternative to use this residue.

5. Acknowledgements

The authors would like to acknowledge the CAPES (Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel), the Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEMESUL) of Federal University of Rio Grande, the Department of Materials Engineering of Federal University of São Carlos (DEMa/UFSCar) and the Laboratório de Materiais Poliméricos (LaPol) of Federal University of Rio Grande do Sul (UFRGS) for the use of infrastructure.

6. References

1. Ligowski, E., Santos, B. C., & Fujiwara, S. T. (2015). Materiais compósitos a base de fibras da cana-de-açúcar e polímeros reciclados obtidos através da técnica de extrusão TT - Composite materials based on fibers from sugar cane and recycled polymers obtained by extrusion technique. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 25(1), 70-75. <http://dx.doi.org/10.1590/0104-1428.1605>.
2. Yang, H. S., Kim, H. J., Park, H. J., Lee, B. J., & Hwang, T. S. (2006). Water absorption behavior and mechanical properties of lignocellulosic filler-polyolefin bio-composites. *Composite Structures*, 72(4), 429-437. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2005.01.013>.
3. Food and Agriculture Organization of the United Nations – FAO. (2018). *Seguimiento del mercado del arroz de la FAO* (Informe FAO de actualización de precios del arroz, Vol. 21, No. 1, 10 p.). Rome: FAO. Retrieved in 2019, June 22, from <http://www.fao.org/3/I9243ES/i9243es.pdf>
4. Santos, P., & Costa, A. C. S. (2013). X-ray diffraction and thermal analysis of kaolins particle size fractions. *Semina. Ciências Exatas e Tecnológicas*, 34(1), 9-22. <http://dx.doi.org/10.5433/1679-0375.2013v34n1p9>.
5. Chandrasekhar, S., Satyanarayana, K. G., Pramada, P. N., Raghavan, P., & Gupta, T. N. (2003). Processing, properties and applications of reactive silica from rice husk - an overview. *Journal of Materials Science*, 38(15), 3159-3168. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1025157114800>.
6. Wu, G., Qu, P., Sun, E., Chang, Z., Xu, Y., & Huang, H. (2015). Physical, chemical, and rheological properties of rice husks treated by composting process. *BioResources*, 10(1), 227-239. Retrieved in 2019, June 22, from <https://bioresources.cnr.ncsu.edu/resources/physical-chemical-and-rheological-properties-of-rice-husks-treated-by-composting-process/>
7. Campos, A., Teodoro, K. B. R., Marconcini, J. M., Mattoso, L. H. C., & Martins-Franchetti, S. M. (2011). Efeito do tratamento das fibras nas propriedades do biocompósito de amido termoplástico/policaprolactona/sisal. *Polímeros, Ciência e Tecnologia*, 21(3), 217-222. <http://dx.doi.org/10.1590/s0104-14282011005000039>.
8. Johar, N., Ahmad, I., & Dufresne, A. (2012). Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products*, 37(1), 93-99. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.12.016>.
9. El Halal, S. L. M., Colussi, R., Deon, V. G., Pinto, V. Z., Villanova, F. A., Carreño, N. L. V., Dias, A. R. G., & Zavareze, E. R. (2015). Films based on oxidized starch and cellulose from barley. *Carbohydrate Polymers*, 133, 644-653. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.07.024>. PMID:26344323.
10. Prado, K. S., & Spinacé, M. A. S. (2015). Characterization of Fibers from Pineapple's Crown, Rice Husks and Cotton Textile Residues. *Materials Research*, 18(3), 530-537. <http://dx.doi.org/10.1590/1516-1439.311514>.

11. Jonoobi, M., Harun, J., Shakeri, A., Misra, M., & Oksmand, K. (2009). Chemical composition, crystallinity, and thermal degradation of bleached and unbleached kenaf bast (*Hibiscus cannabinus*) pulp and nanofibers. *BioResources*, 4(2), 626-639. Retrieved in 2019, June 22, from <https://bioresources.cnr.ncsu.edu/resources/chemical-composition-crystallinity-and-thermal-degradation-of-bleached-and-unbleached-kenaf-bast-hibiscus-cannabinus-pulp-and-nanofibers/>
12. Hospodarova, V., Singovszka, E., & Stevulova, N. (2018). Characterization of cellulosic fibers by FTIR spectroscopy for their further implementation to building materials. *American Journal of Analytical Chemistry*, 09(06), 303-310. <http://dx.doi.org/10.4236/ajac.2018.96023>.
13. Rong, M. Z., Zhang, M. Q., Liu, Y., Yang, G. C., & Zeng, H. M. (2001). The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites. *Composites Science and Technology*, 61(10), 1437-1447. [http://dx.doi.org/10.1016/S0266-3538\(01\)00046-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0266-3538(01)00046-X).
14. Adel, A. M., Abd El-Wahab, Z. H., Ibrahim, A. A., & Al-Shemy, M. T. (2010). Characterization of microcrystalline cellulose prepared from lignocellulosic materials. Part I. Acid catalyzed hydrolysis. *Bioresource Technology*, 101(12), 4446-4455. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2010.01.047>. PMID:20185300.
15. Pelissari, F. M., Sobral, P. J. A., & Menegalli, F. C. (2014). Isolation and characterization of cellulose nanofibers from banana peels. *Cellulose (London, England)*, 21(1), 417-432. <http://dx.doi.org/10.1007/s10570-013-0138-6>.
16. Rosa, M. F., Medeiros, E. S., Malmonge, J. A., Gregorski, K. S., Wood, D. F., Mattoso, L. H. C., Glenn, G., Orts, W. J., & Imam, S. H. (2010). Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior. *Carbohydrate Polymers*, 81(1), 83-92. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.01.059>.
17. Silvério, H. A., Flauzino Neto, W. P., Dantas, N. O., & Pasquini, D. (2013). Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from corncob for application as reinforcing agent in nanocomposites. *Industrial Crops and Products*, 44, 427-436. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.10.014>.
18. Oliveira, J. P., Bruni, G. P., Lima, K. O., Halal, S. L. M. E., Rosa, G. S. D., Dias, A. R. G., & Zavareze, E. D. R. (2017). Cellulose fibers extracted from rice and oat husks and their application in hydrogel. *Food Chemistry*, 221, 153-160. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.10.048>. PMID:27979125.
19. Boran, S. (2016). Mechanical, morphological, and thermal properties of nutshell and microcrystalline cellulose filled high-density polyethylene composites. *BioResources*, 11(1), 1741-1752. <http://dx.doi.org/10.15376/biores.11.1.1741-1752>.
20. Spadetti, C., Silva, E. A., Fo., Sena, G. L., & Melo, C. V. P. (2017). Propriedades térmicas e mecânicas dos compósitos de polipropileno pós-consumo reforçados com fibras de celulose. *Polímeros, Ciência e Tecnologia*, 27(spe), 84-90. <http://dx.doi.org/10.1590/0104-1428.2320>.
21. Morais, J. A., Gadioli, R., & De Paoli, M.-A. (2016). Curaua fiber reinforced high-density polyethylene composites: effect of impact modifier and fiber loading. *Polímeros, Ciência e Tecnologia*, 26(2), 115-122. <http://dx.doi.org/10.1590/0104-1428.2124>.
22. Poletto, M., & Zattera, A. J. (2017). Mechanical and dynamic mechanical properties of polystyrene composites reinforced with cellulose fibers : coupling agent effect. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 30(9), 1242-1254. <http://dx.doi.org/10.1177/0892705715619967>.
23. Mathew, A. P., Oksman, K., & Sain, M. (2005). Mechanical properties of biodegradable composites from poly lactic acid (PLA) and microcrystalline cellulose (MCC). *Journal of Applied Polymer Science*, 97(5), 2014-2025. <http://dx.doi.org/10.1002/app.21779>.

Received: June 22, 2019

Revised: Nov. 20, 2019

Accepted: Feb. 11, 2020



RBES

Revista Brasileira de
Engenharia e Sustentabilidade

ISSN 2448-1661

Pelotas, RS, UFPel-Ceng

<https://periodicos.ufpel.edu.br/ojs2/index.php/RBES/index>

v.5, esp, p.7-12, dez. 2018

PROPRIEDADES TÉRMICAS DE COMPÓSITOS DE POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE REFORÇADOS COM CELULOSE

BOSENBECKER, M. W.¹; CROCHE, S.²; CHOLANT, G.²; ROSA, P.²; PASSADOR, F.³; MARINI, J.³; OLIVEIRA, A.⁴.

¹Universidade Federal de Pelotas

²Universidade Federal de Pelotas – Centro de Desenvolvimento Tecnológico/CDTec – Pelotas/RS

³Instituto de Ciência e Tecnologia (ICT) – Engenharia de Materiais – Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP), São José dos Campos/SP

⁴Universidade Federal de Pelotas – Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais/PPGCEM – Pelotas/RS

Palavras-chave: celulose, polietileno de alta densidade, casca de arroz, compósitos

Resumo

Este trabalho buscou desenvolver compósitos utilizando como matriz polimérica o polietileno de alta densidade e como reforço foi utilizada a celulose obtida a partir da casca de arroz. Os compósitos obtidos foram preparados nas proporções de 5, 10 e 15% em massa de celulose, utilizando-se para isto uma extrusora de rosca simples. A celulose obtida foi caracterizada por difração de raios X. Os materiais compósitos foram caracterizados através das técnicas de análise termogravimétrica e calorimetria exploratória diferencial. Por meio dos resultados de difração de raios X foi possível comprovar um aumento do índice de cristalinidade da celulose após sucessivos tratamentos químicos, assim como ligeiro aumento na estabilidade térmica com a adição de carga. No entanto, os dados obtidos por calorimetria exploratória diferencial mostraram que aparentemente a celulose não apresenta influência significativa nas temperaturas de transição do polímero.

THERMAL PROPERTIES OF HIGH-DENSITY POLYETHYLENE COMPOSITES REINFORCED WITH CELLULOSE

Keywords: cellulose, high density polyethylene, rice husk. composites

Abstract

This study sought to develop composites using polymeric matrix the high-density polyethylene and cellulose was used as reinforcement obtained from rice husk. The composites were prepared in the proportions of 5, 10 and 15% by mass of cellulose, using for this a single screw extruder. The cellulose pulp obtained was characterized by x-ray diffraction. Composite materials were characterized by thermogravimetric analysis and differential scanning calorimetry. Through the results of x-ray diffraction it was possible to demonstrate an increase in the index of crystallinity of cellulose after successive chemical treatments, as well as a slight increase in thermal stability with the addition of load. However, the data obtained by differential scanning calorimetry did not show a significant improvement in their results.

INTRODUÇÃO

A crescente demanda por materiais de fontes renováveis com propriedades diferenciadas tem possibilitado a inserção de produtos e resíduos da agricultura (agroindustriais) em diferentes áreas de pesquisa. O aproveitamento de resíduos da atividade agrícola na produção de compósitos e nanocompósitos poliméricos, pode reduzir os custos do produto final, além de promover um destino adequado a estes resíduos, agregando-lhes valor (SIQUEIRA et al., 2010).

Neste sentido, estudos têm demonstrado interesse na incorporação de fibras vegetais em matrizes poliméricas, proporcionando melhoria de suas propriedades e por substituírem, geralmente com vantagens econômicas e de densidade, os convencionais reforços inorgânicos como as fibras de vidro (PÖLLÄNEN, 2013).

A casca de arroz (CA) é um resíduo agroindustrial produzido em grandes quantidades no Rio Grande do Sul (IBGE, 2018). Estas cascas possuem baixo valor comercial, pois a sílica e as fibras contidas não possuem valor nutritivo e por isso não são usadas na alimentação humana ou animal, resultando em sérios impactos ambientais. Mais recentemente este material tem sido empregado também como reforço em materiais compósitos poliméricos. A CA caracteriza-se também por ser considerada como a fonte mais abundante de celulose a partir de resíduos agroindustriais do mundo (ROSA et al., 2012; JOHAR; AHMAD; DUFRESNE, 2012).

Além disso, não há trabalhos publicados na literatura sobre a utilização da celulose obtida a partir da CA em matriz de polietileno de alta densidade (PEAD) principalmente em pesquisas realizadas no Brasil) (BATTEGAZZORE et al., 2014). Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi caracterizar a celulose e avaliar o efeito da utilização de diferentes concentrações de carga nas propriedades térmicas de materiais compósitos com matriz de PEAD.

MATERIAL E MÉTODOS

Materiais

O polímero utilizado neste trabalho foi o polietileno de alta densidade (PEAD), conhecido comercialmente

como PEAD IG58, fornecido pela Petroquímica Braskem S/A. A casca de arroz utilizada foi doada pela empresa Cerealista Polisul, localizada na cidade de Pelotas-RS, Brasil.

Obtenção da Celulose a partir da Casca de Arroz

A obtenção das fibras de celulose a partir da casca de arroz envolveu duas etapas: tratamento alcalino e branqueamento. O tratamento alcalino foi realizado com o objetivo de remover a hemicelulose e a lignina da casca.

Para isto, 35 gramas de casca na forma de um pó fino, doada pela empresa Cerealista Polisul, foi colocada em uma solução de 700 ml de água destilada, 290 ml de ácido acético (CH_3COOH) e 60 ml de ácido nítrico (HNO_3), 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 tratada em solução de 700 ml de hipoclorito de sódio (NaClO) comercial durante 24 horas. O material resultante foi filtrado e também lavado com água destilada. Em seguida, foi seco em estufa de secagem da marca Quimis a 60°C , por 24 horas.

Preparação dos Compósitos PEAD/Celulose

Os compósitos foram obtidos pelo método de mistura no estado fundido, com o auxílio de uma extrusora de rosca simples com temperaturas de 180° , 180° e 190°C , nas zonas 1, 2 e 3, respectivamente.

Difração de Raios X (DRX)

A técnica de DRX permite identificar a estrutura cristalina do material, bem como o seu grau de cristalinidade.

As análises de DRX foram realizadas utilizando-se um difratômetro D8 Advance Bruker, com comprimento de onda ($\lambda = 1,541 \text{ \AA}$), operando a 40 KV e 40 mA. A varredura foi realizada na faixa de 2θ entre 10 e 50° , a uma taxa de $1^\circ/\text{min}$.

Com os difratogramas obtidos foi possível determinar o índice de cristalinidade da celulose de acordo com a Eq. 1, segundo a metodologia proposta por Segal et al. (1959):

$$I_c = \frac{I(002) - I(\text{am})}{I(002)} * 100\%$$

Eq. (1)

onde: I_{002} é o valor de intensidade máximo de difração do pico próximo a $2\theta = 22^\circ$, relacionado a parte cristalina do material, enquanto I_{am} é a intensidade do halo de difração do pico de que representa o material amorfo em $2\theta \sim 18^\circ$ (SEGAL et al., 1959).

Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica tem como objetivo avaliar a estabilidade térmica do material estudado. Para esta análise foi utilizado um equipamento da TA Instruments, modelo TGA Q50, a uma taxa de $20^\circ\text{C}/\text{min}$, a partir da temperatura ambiente até 700°C , sob atmosfera de nitrogênio.

Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) do Compósito

A calorimetria exploratória diferencial (DSC) foi realizada para avaliar o efeito da celulose nas temperaturas de fusão (T_m), de cristalização (T_c), e no grau de cristalinidade do polímero. Foi utilizado um equipamento da TA Instruments, modelo Q-1000, com nitrogênio como gás de arraste, em fluxo constante de 50 ml/min (ASTM E1269 - 11).

As amostras foram inicialmente aquecidas da temperatura ambiente até 200°C a uma taxa de aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$, permanecendo nesta temperatura por 3 minutos. Logo após foram resfriadas até 30°C a uma taxa de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ para a determinação da temperatura de cristalização (T_c) e novamente foram aquecidas até 200°C a uma taxa

de $10^\circ\text{C}/\text{min}$. Para a realização das análises foram utilizados os termogramas do segundo aquecimento por não possuírem influência da história térmica das amostras.

Através da Eq. 2 foi determinado o grau de cristalinidade (X_c) dos materiais estudados (CANEVAROLO, 2006):

$$X_c = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_0(1-\phi)} * 100\%$$

Eq. (2)

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O Difração de Raios X (DRX)

A difratometria de raios X foi utilizada para investigar a estrutura cristalina da casca de arroz antes e após os tratamentos químicos. A celulose é de natureza cristalina devido a interações de ligações de hidrogênio e forças de Van der Waals entre moléculas adjacentes contrárias à hemicelulose e à lignina, que possuem uma estrutura amorfa (PRADO; SPINACÉA, 2015).

Os difratogramas de raios X das amostras obtidas estão apresentados na Figura 1, no qual podemos observar a presença de três picos característicos de celulose tipo I, em aproximadamente 16° , 22° e 34° correspondentes aos planos (101), (002), (040), respectivamente (HALAL et al., 2015).

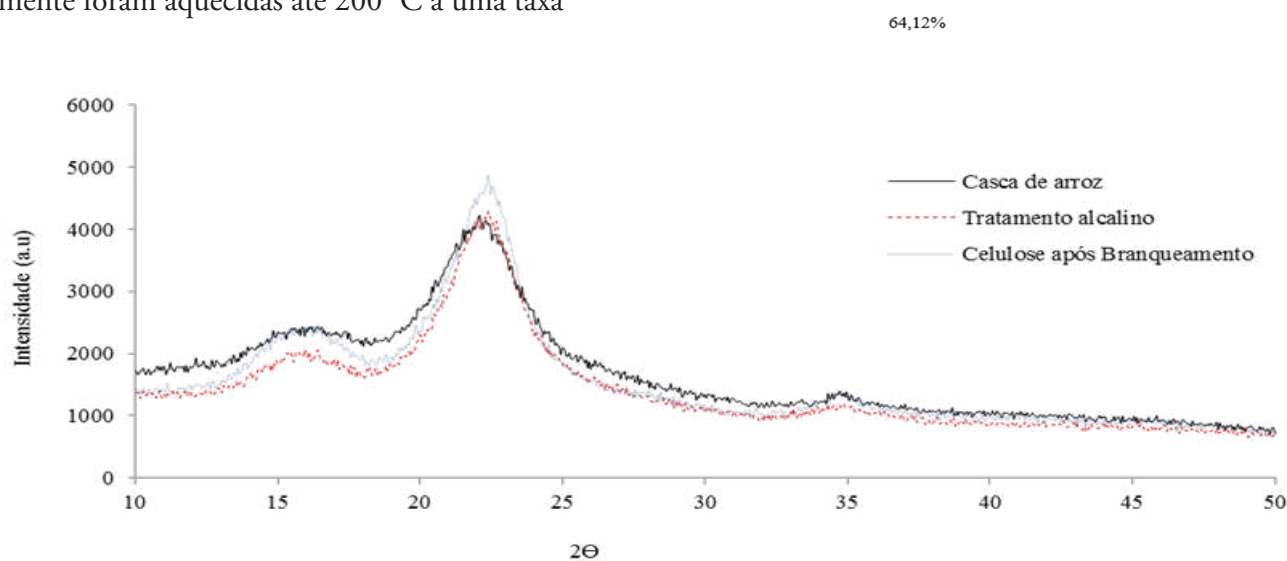


Figura 1. Difratograma de raios-x das amostras obtidas

Na Tabela 1, estão apresentados os resultados para cristalinidade obtidos a partir do método de Segal et al (1959). Pode-se notar o aumento da cristalinidade para a celulose obtida após branqueamento em relação à casca

de arroz, a qual apresentou um Ic de 64,12%, este resultado é devido à remoção de materiais não celulósicos (BETTAIEBA et al., 2015).

Tabela 1. Índice cristalinidade (% Ic) calculado através do método de Segal

Amostras	Casca de Arroz	Tratamento Alcalino	Branqueamento
% Cr	47,80	58,65	64,12

Análise Termogravimétrica (TGA)

Os termogramas de TGA da celulose e dos compósitos com 5, 10 e 15% de celulose são relatados

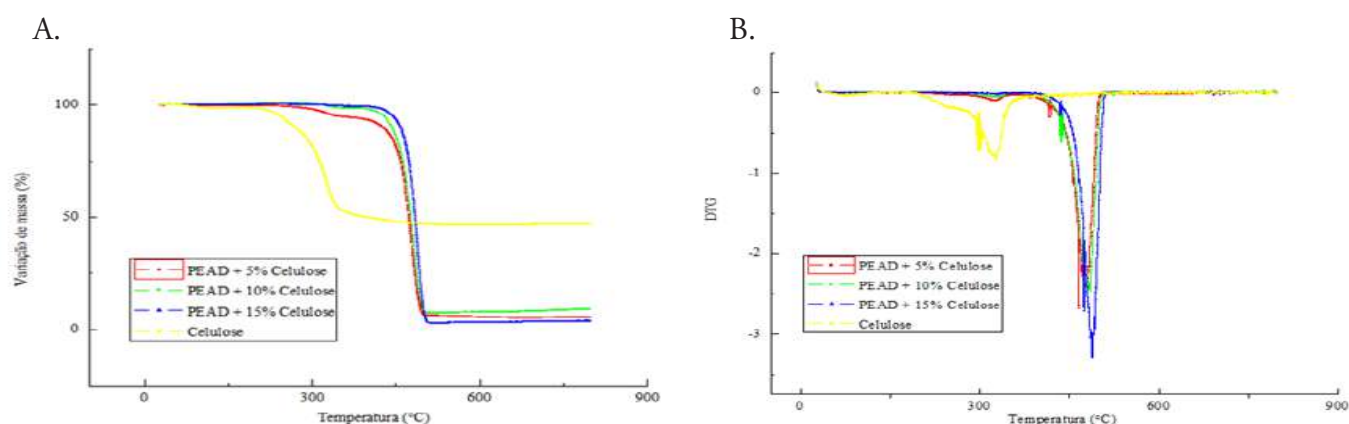


Figura 2. A. Curvas de TGA e B. Curvas de DTG da celulose e dos compósitos estudados.

O primeiro processo refere-se à uma perda de massa inicial em torno de 100°C, ficando em aproximadamente em 2% para a celulose, que foi devido à desidratação do material, que, mesmo tendo sido seco antes das análises, apresenta caráter hidrofílico, dificultando a total eliminação de água. A segunda perda de massa ocorreu entre 200 e 400°C e foi atribuído à degradação da hemicelulose, pectina, lignina e celulose (ROSA et al., 2010).

Analisando os resultados obtidos para os materiais compósitos podemos notar que há um pequeno aumento da estabilidade térmica do compósito com o aumento do teor de carga (ROSA, et al 2010).

O resultado deste trabalho está de acordo como reportado por Johar e Ahamad (2012), onde o compósito praticamente não perdeu peso em 400°C; contudo, a partir de 450 °C, a perda de peso foi rápida e acentuada, resultando em resíduos mínimos.

A Figura 2B mostra a curva da primeira derivada da perda de massa (DTG), onde é observado um primeiro pico em aproximadamente 327 °C para a celulose,

na Figura 2A enquanto na Figura 2B a derivada das curvas de perda de massa (DTG) é apresentada.

Segundo a literatura, a decomposição térmica das fibras naturais ocorre em diferentes temperaturas. A decomposição da hemicelulose inicia-se por volta de 220°C e continua até os 300°C, a celulose tem sua degradação iniciada perto dos 310°C até os 400°C, enquanto a lignina apresenta temperaturas de degradação entre 200°C até 700°C (ABRAHAM et al., 2011).

Através da análise da curva de TGA para a celulose é possível observar dois processos de decomposição.

referente à máxima taxa de decomposição da celulose. Um segundo pico é evidenciado em aproximadamente 487 °C e que equivale à máxima taxa de decomposição do PEAD, onde observa-se uma sobreposição dos picos, indicando que a adição de celulose na matriz polimérica contribui para a obtenção de compósitos sem gerar perdas na estabilidade térmica (BORSOI et al., 2011).

Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Na Figura 3A e B encontram-se os termogramas de DSC do resfriamento e do segundo aquecimento, respectivamente, que foram utilizados para caracterizar o PEAD e os compósitos com 5, 10 e 15% em massa de celulose. Os valores correspondentes a temperatura de fusão cristalina (T_m), entalpia de fusão (ΔH_m), temperatura de cristalização (T_c), entalpia de cristalização (ΔH_c), estão demonstrados na Tabela 2.

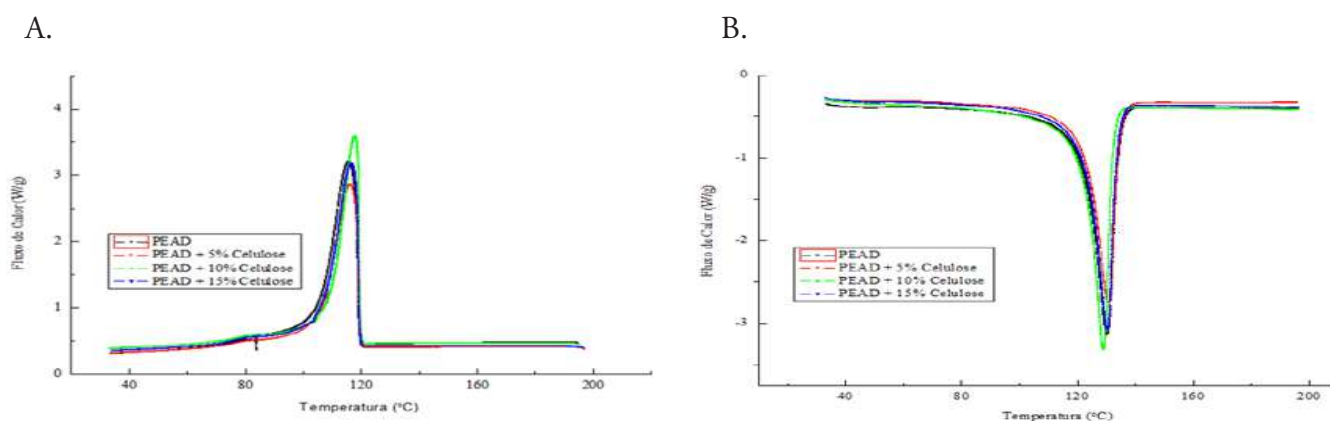


Figura 3. A - B. Termogramas de DSC dos materiais estudados referente ao resfriamento e segundo aquecimento, respectivamente.

Tabela 2. Valores obtidos por DSC da temperatura de cristalização (T_c), temperatura de fusão (T_f), entalpia de cristalização (ΔH_c), entalpia de fusão (ΔH_f) e grau de cristalinidade ($\%X_c$).

Amostra	T_c (°C)	T_m (°C)	ΔH_c (J/g)	ΔH_m (J/g)	X_c (%)
PEAD	115,52	132,54	164,50	182,20	62,18
PEAD + 5% Celulose	116,82	132,61	99,04	134,20	45,80
PEAD + 10% Celulose	117,90	131,06	140,20	158,40	54,06
PEAD + 15% Celulose	116,63	132,01	138,60	160,60	54,81

Analisando a Tabela 2 é possível observar que os valores de temperaturas de fusão e de cristalização dos materiais compósitos foram similares aos valores obtidos para o PEAD puro. (BORAN et al., 2016). Resultados semelhantes foram obtidos por Fernandes (2015), que estudou materiais compósitos com matriz de epóxi reforçada com cinza de casca de arroz. O autor observou que as curvas de DSC dos compósitos e da matriz são muito similares, indicando que a presença de diferentes concentrações de cinza não alterou significativamente o comportamento térmico do polímero (FERNANDES, 2015).

Analisando as entalpias de fusão e cristalização, percebe-se um aumento dos valores de entalpia com o aumento do teor de celulose, porém com uma pequena redução para o compósito de 15% de celulose e quando comparado com o PEAD puro, observa-se uma diminuição bastante pronunciada em relação aos compósitos estudados.

Os valores de grau de cristalinidade para os compósitos foram calculados usando a cristalinidade

do PEAD virgem (ΔH 100%) como parâmetro, 293 KJ/mol. O grau de cristalinidade encontrado neste trabalho (62,18%) está de acordo com o relatado na literatura, onde a faixa do grau de cristalinidade para o PEAD está na faixa de 62 e 82% (BECERRA, 2015).

Todos os compósitos apresentaram um grau de cristalinidade menor que o PEAD, que pode ser um indício de que as cargas utilizadas não atuaram como agentes nucleantes, que aumentariam a cristalinidade do compósito conforme relatado na literatura (GOMES; VISCONDE; PACHECO, 2013).

CONCLUSÃO

O método utilizado para a obtenção da celulose a partir da casca de arroz foi eficiente, revelando um aumento da cristalinidade após tratamentos químicos. Verificou-se um ligeiro aumento na estabilidade térmica com a adição de carga a matriz polimérica, no entanto, não foi observado uma mudança significativa nas temperaturas de fusão e de cristalização para as amostras estudadas. Vale ressaltar que o reaproveitamento deste resíduo contribui para a diminuição do impacto ambiental e reutilização deste material.

AGRADECIMENTOS

Ao Laboratório de Materiais Compósitos (LABCOM – UFPEL) pelo espaço físico disponibilizado para a realização da parte experimental. À Petroquímica Braskem pela doação do polietileno de alta densidade e a Cerealista Polissul pela doação da casca de arroz. Ao Centro de Microscopia Eletrônica

do Sul (CEME-SUL-FURG) pela a realização da análise de difração de raios X.

LITERATURA CITADA

- ABRAHAM, E.; DEEPA, B.; POTHAN, L. A.; JACOB, M.; THOMAS, S.; CVELBAR, U.; ANANDJIWALA, R.E. Extraction of nanocellulose fibrils from lignocellulosic fibres: A novel approach. **Carbohydrates Polymers**, v. 86, n. 4, p. 1468–1475, 2011.
- ASTM E1269 – 11** - Standard test method for determining specific heat capacity by differential scanning calorimetry.
- BATTEGAZZORE, D.; BOCCHINI, S.; ALONGI, J.; FRACHE, A.; MARINO. Cellulose extracted from rice husk as filler for poly (lactic acid): preparation and characterization. **Springer Science Business Media Dordrecht**, v. 21, p. 1813–1821, 2014.
- BECERRA, A. F. C. **Caracterização de PEAD antes e após envelhecimento em diferentes meios e condições**. Dissertação Mestrado – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Química e de Materiais, 2015.
- BETTAIEBA, F.; KHIARI, R.; HASSAN, M. L.; BELGACEM, M. N.; BRAS, J.; DUFRESNE, A.; MHENNI, M. F. Preparation and characterization of new cellulose nanocrystals from marine biomass *Posidonia oceanica*. **Industrial Crops and Products**, v. 72, p. 175–182, 2015.
- BORAN, S.; Kiziltas, A.; Kiziltas, E. E.; Gardner, D. J. The comparative study of different mixing methods for microcrystalline cellulose/polyethylene composites. **International Polymer Processing**, v. 31, n. 1, p. 92–103, 2016.
- BORSOI, Cleide.; SCIENZA, Lisete C.; ZATTERA, Ademir J.; ANGRIZANI, Clarissa C. Obtenção e caracterização de compósitos utilizando poliestireno como matriz e resíduos de fibras de algodão da indústria têxtil como reforço. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 21, n. 4, p. 271–279, 2011.
- CANEVAROLO, S. V. **Ciência dos Polímeros. Um curso básico para tecnólogos e engenheiros**. 2. Ed. São Paulo: Artliber, v. 1, p. 289, 2006.
- FERNANDES, I. J. **Desenvolvimento e caracterização de compósitos de cinza de casca de arroz em matriz epóxi**. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, São Leopoldo, 2015.
- GOMES, T. S.; VISCONDE, L. L. Y.; PACHECO, E.B.A.V. Substituição da fibra de vidro por fibra de bananeira em compósitos de polietileno de alta densidade. Parte 1. Avaliação mecânica e térmica. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 23, p. 206–211, 2013.
- HALAL, S.L.M.; COLUSSI, R.; DEON, V. G.; PINTO, V. Z.; VILLANOVA, F. A.; CARREÑO, N. L. V.; ZAVAREZE, E. DA R. Films based on oxidized starch and cellulose from barley. **Carbohydrates Polymers**, v. 133, p. 644–653, 2015.
- JOHAR, N.; AHMAD, I. Morphological, thermal, and mechanical properties of starch biocomposite films reinforced by cellulose nanocrystals from rice husks. **BioResources**, v. 7, n. 4, p. 5469–5477, 2012.
- JOHAR, N.; AHMAD, I.; DUFRESNE, A. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. **Industrial Crops and Products**, v. 37, p. 93–99, 2012.
- PÖLLÄNEN, M.; SUVANTO, M.; PAKKANEN, T.T. Cellulose reinforced high density polyethylene composites — Morphology, mechanical and thermal expansion properties. **Composites Science and Technology**, v. 76, p. 21–28, 2013.
- PRADO, K.S.; SPINACÉA, M.A.S. Characterization of fibers from pineapple's crown, rice husks and cotton textile residues. **Materials Research**, v.18, n.3, p. 530–537, 2015.
- ROSA, M. F.; MEDEIROS, E. S.; MALMONGE, J. A.; GREGORSKI, K. S.; WOOD, D. F.; MATTOSO, L. H. C.; IMAM, S. H. Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior. **Carbohydrates Polymers**, v. 81, n. 1, p. 83–92, 2010.
- ROSA, S. M. L.; REHMAN, N.; DE MIRANDA, M. I. G.; NACHTIGALL, S. M. B.; BICA, C. I. D. Chlorine-free extraction of cellulose from rice husk and whisker isolation. **Carbohydrate Polymers**, v. 87, p.1131–1138, 2012.
- RS é o maior produtor de arroz do país, aponta IBGE | Brasil 247**. Disponível em: <<https://www.brasil247.com/.../RS-é-o-maior-produtor-de-arroz-do-país-aponta-IBGE>> Acesso em 08 jul. 2018.
- SEGAL, L.; CREELY, J. J.; MARTIN, A. E.; CONRAD, C. M. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the x-ray diffractometer. **Textile research journal**, v. 29, n. 10, p. 786–794, 1959.
- SIQUEIRA, G.; TAPIN-LINGUA, S.; PEREZ, D. da S.; DUFRESNE, AL. Morphological investigation of nanoparticles obtained from combined mechanical shearing, and enzymatic and acid hydrolysis of sisal fibers. **Cellulose**, v. 17, n. 6, p. 1147–1158, 2010.



Centro de Desenvolvimento Tecnológico
Colegiado do Curso de Engenharia de Materiais

ATESTADO

ATESTO, para os devidos fins, que a Msc. Mariane Weirich Bosenbecker participou, na qualidade de Co-orientadora, da banca examinadora do Trabalho de Conclusão de Curso da estudante EDUARDA VIEIRA SILVA, com o projeto intitulado “Análise da ação compatibilizante do tanino em compósitos de polietileno verde de baixa densidade reforçado com fibra de bambu” cuja defesa foi realizada em 08 de dezembro de 2022. Também participaram da banca o Prof. Dr. André Luiz Missio, a Profª. Drª. Amanda Dantas de Oliveira e o Dr. Guilherme Kurz Maron.

Pelotas, 08 de dezembro de 2022.

Profª. Drª. Cristiane Wienke Raubach Ratmann
Coordenadora do Curso de Engenharia de Materiais



Documento assinado eletronicamente por **CRISTIANE WIENKE RAUBACH, Coordenadora de Curso de Graduação, Colegiado do Curso de Engenharia de Materiais**, em 19/12/2022, às 20:31, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 4º, § 3º, do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site http://sei.ufpel.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **1920667** e o código CRC **7D5771E0**.



Universidade Federal de Lavras
Grupo Interdisciplinar de Polímeros



Certificado de Participação

Certificamos que **Mariane Weirich Bosenbecker** participou com êxito da Palestra intitulada "**Caracterização, reologia e propriedades mecânicas aplicadas a tecnologia de materiais poliméricos**" com carga horária de 02 horas e ministrada de forma remota pelo **Dr. Edson Noriyuki Ito** durante a **segunda edição da Semana de Polímeros da Universidade Federal de Lavras (II SEMAPOL)**, evento organizado pelo Grupo Interdisciplinar de Polímeros da Universidade Federal de Lavras, no dia 14/12/2020.

Anderson Júnior de Freitas

Representante da Comissão
Organizadora

Thaís Simões Taveira

Presidente do Grupo
Interdisciplinar de Polímeros

Juliano Elvis de Oliveira

Representante da
Universidade Federal de
Lavras





MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

A Universidade Federal de Pelotas, certifica que

MARIANE WEIRICH BOSENBECKER

Participou como **DEBATEDOR(A)** no **XXV Encontro de Pós-Graduação (ENPOS)**, da 9ª Semana Integrada de Inovação, Ensino, Pesquisa e Extensão, realizado na UFPel, no período de 20 a 24 de novembro de 2023.

Pelotas, 30 de novembro de 2023.



DIRETÓRIO ACADÊMICO DA ENGENHARIA DE MATERIAIS



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS
ENGENHARIA DE MATERIAIS
DIRETÓRIO ACADÊMICO DA ENGENHARIA DE MATERIAIS**

A comissão organizadora da 4ª SAEM no uso de suas atribuições, certifica que

Mariane Weirich Bosenbecker

Participou da 4ª Semana Acadêmica da Engenharia de Materiais, realizada entre os dias 15 e 19 de outubro de 2018, promovido pelo Diretório Acadêmico da Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas, totalizando 24 horas atuando como ouvinte.

Pelotas, 03 de Novembro de 2018.

Jordana Moreira Silva
PRESIDENTE DO DAEM

Fernando Machado Machado
**COORDENADOR DO CURSO DE
ENGENHARIA DE MATERIAS**

O Departamento de Educação a Distância e Novas Tecnologias da Pró-reitoria de Ensino do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Sul-rio-grandense certifica que **Mariane Weirich Bosenbecker**, nascido(a) em **30 de janeiro de 1993**, **CPF 03366867060**, concluiu o curso **Assistente Administrativo**, com carga horária de **160 horas**.

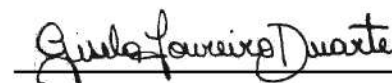
Pelotas, 14 de dezembro de 2020.



Flávio Luís Barbosa Nunes
Reitor



Rodrigo Nascimento da Silva
Pró-Reitor de Ensino



Gisela Loureiro Duarte
Pró-Reitora de Extensão e Cultura



Antônio Cardoso Oliveira
Chefe do Departamento de Educação
a Distância e Novas Tecnologias



5fd7b659-65b0-47dd-8f40-04820a00c842

INFORMAÇÕES DO PARTICIPANTE

Nome: Mariane Weirich
Bosenbecker

CPF: 03366867060

Data de Nascimento: 30 de janeiro de 1993

Curso: Assistente Administrativo **Data:** 14 de dezembro de 2020

Projeto de curso de Formação Inicial e Continuada - Assistente Administrativo, registrado no Departamento de Educação a Distância e Novas Tecnologias - DETE, sob processo n.º 23163.002980.2020-70 e executado pelo Departamento de Educação a Distância e Novas Tecnologias - DETE.

O presente certificado pode ter a sua validade comprovada acessando o QR Code ao lado, A data de emissão pode ser anterior à data final do curso nos casos em que o participante alcançou os requisitos mínimos para aprovação antecipadamente.

CONTEÚDO PROGRAMÁTICO

20 horas Capacitação para os cursos FIC M1 A Plataforma Mundi M2 Conceitos Importantes M3 Formas de avaliação e certificado	20 horas Informática Aplicada M1 Origem e evolução do computador M2 Componentes básicos, hardware e software M3 Informação e processamento de dados	20 horas Português Instrumental M1 O processo de comunicação M2 Práticas de Comunicação Oral e Escrita
10 horas Ética e Cidadania M1 Ética e cidadania	30 horas Introdução à Administração M1 O que é administração? M2 Breve histórico das teorias organizacionais M3 Ferramentas Organizacionais	20 horas Gestão de Pessoas M1 Introdução à Gestão de Pessoas M2 Desenvolvimento de Pessoas
20 horas Logística e Administração de Materiais M1 Introdução à logística M2 Gerenciamento e controle de materiais	20 horas Empreendedorismo M1 Introdução ao Empreendedorismo M2 Plano de Negócios: Tornando uma oportunidade em realidade	



16º CBPol

CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS

16th Brazilian Polymer Conference

24 a 28 de outubro de 2021

Certificado

This certificate is presented to

Mariane Bosenbecker

for attending do 16th Brazilian Polymer Congress, in Ouro Preto – Brazil, from 24-28th, October 2021.

Rodrigo Oréfice

Rodrigo Oréfice
Coordenador Científico



Kátia Monteiro Novack

Prof.^a Kátia Monteiro Novack
Coordenadora Geral



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

A Pró-Reitoria de Extensão e Cultura, no uso de suas atribuições, certifica que

MARIANE WEIRICH BOSENBECKER

participou como Avaliador(a) de trabalhos submetidos ao **VIII Congresso de Extensão e Cultura**, da 7ª Semana Integrada de Inovação, Ensino, Pesquisa e Extensão realizado pela Universidade Federal de Pelotas.

Pelotas, 14 de setembro de 2021.



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

A Universidade Federal de Pelotas, certifica que

MARIANE WEIRICH BOSENBECKER

Apresentou o trabalho **“OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE DERIVADOS DA FIBRA DE BAMBU”** no **XXIII Encontro de Pós-Graduação**, da 7ª Semana Integrada de Inovação, Ensino, Pesquisa e Extensão, realizado na UFPel, no período de 18 a 22 de outubro de 2021. O referido trabalho possui o(s) seguinte(s) autor(es): **BOSENBECKER, Mariane Weirich; CHOLANT, Gabriel Monteiro; MARINI, Juliano; OLIVEIRA, Amanda Dantas de**, sob orientação do(a) Prof.(a) **Amanda Dantas de Oliveira**.

Pelotas, 30 de novembro de 2021.



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

A Universidade Federal de Pelotas, certifica que

MARIANE WEIRICH BOSENBECKER

Apresentou o trabalho **“CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DA CELULOSE DERIVADA DA FIBRA DE BAMBU”** no **XXV Encontro de Pós-Graduação**, da 9ª Semana Integrada de Inovação, Ensino, Pesquisa e Extensão, realizado na UFPel, no período de 20 a 24 de novembro de 2023. O referido trabalho possui o(s) seguinte(s) autor(es):

BOSENBECKER, Mariane Weirich; FREITAS, Naurienni Dutra; SCHIMITT, Patrícia Oliveira; Marini, Juliano; OLIVEIRA, Amanda Dantas de, sob orientação do(a) Prof.(a) **Amanda Dantas de Oliveira**.

Pelotas, 30 de novembro de 2023.



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

A Universidade Federal de Pelotas, certifica que

MARIANE WEIRICH BOSENBECKER

Apresentou o trabalho **“OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE DERIVADOS DA FIBRA DE BAMBU”** no **XXIII Encontro de Pós-Graduação**, da 7ª Semana Integrada de Inovação, Ensino, Pesquisa e Extensão, realizado na UFPel, no período de 18 a 22 de outubro de 2021. O referido trabalho possui o(s) seguinte(s) autor(es): **BOSENBECKER, Mariane Weirich; CHOLANT, Gabriel Monteiro; MARINI, Juliano; OLIVEIRA, Amanda Dantas de**, sob orientação do(a) Prof.(a) **Amanda Dantas de Oliveira**.

Pelotas, 30 de novembro de 2021.



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

A Universidade Federal de Pelotas, certifica que

MARIANE BOSENBECKER

Participou como **AVALIADOR(A)** de trabalhos submetidos ao **VII Congresso de Ensino de Graduação**, da 7ª Semana Integrada de Inovação, Ensino, Pesquisa e Extensão, realizado na UFPel, no período de 18 a 22 de outubro de 2021.

Pelotas, 30 de novembro de 2021.



6ª SIIPE
SEMANA INTEGRADA
UFPEL 2020
▶ INOVAÇÃO ▶ ENSINO ▶ PESQUISA ▶ EXTENSÃO



VI CONGRESSO DE
ENSINO DE GRADUAÇÃO

C E R T I F I C A D O

Certificamos que

MARIANE WEIRICH BOSENBECKER

Participou como AVALIADOR(A) de trabalhos submetidos ao **VI Congresso de Ensino de Graduação**, da 6ª Semana Integrada de Inovação, Ensino, Pesquisa e Extensão, realizado na Universidade Federal de Pelotas, no período de 23 a 27 de novembro de 2020.

Profª. Drª. Maria de Fátima Cossio
Pró-Reitora de Ensino

Profª. Drª. Carine Dahl Corcini
Chefe do Núcleo de Programas e Projetos

A autenticidade deste certificado pode ser verificada acessando o original online em <https://cti.ufpel.edu.br/siepe/certificados/valida/2020X589>



UFPEL



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

A Pró-Reitoria de Extensão e Cultura, no uso de suas atribuições, certifica que

MARIANE WEIRICH BOSENBECKER

participou como Avaliador(a) de trabalhos submetidos ao **VIII Congresso de Extensão e Cultura**, da 7ª Semana Integrada de Inovação, Ensino, Pesquisa e Extensão realizado pela Universidade Federal de Pelotas.

Pelotas, 14 de setembro de 2021.



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

A Universidade Federal de Pelotas, certifica que

MARIANE WEIRICH BOSENBECKER

Participou como **DEBATEDOR(A)** no **XXXII Congresso de Iniciação Científica (CIC)**, da 9ª Semana Integrada de Inovação, Ensino, Pesquisa e Extensão, realizado na UFPel, no período de 20 a 24 de novembro de 2023.

Pelotas, 30 de novembro de 2023.



Associação Brasileira de Polímeros
Regional Nordeste

CERTIFICADO

Certificamos que **Mariane Weirich Bosenbecker** participou do Minicurso “Parte 1: Análise de Falha Prematura de Polímeros”, ministrado pelo Prof. Dr. Marcelo Silveira Rabello, promovido pela Regional Nordeste da Associação Brasileira de Polímeros, realizado on-line, em 01 de setembro de 2020, com carga horária de 2 horas.

Profa. Dra. Tatianny Soares Alves
Diretoria da Regional Nordeste
Associação Brasileira de Polímeros

Prof. Dr. Antonio José Felix de Carvalho
Diretoria de Eventos
Associação Brasileira de Polímeros



Associação Brasileira de Polímeros
Regional Nordeste

CERTIFICADO

Certificamos que **Mariane Weirich Bosenbecker** participou do Minicurso “Parte 2: Análise de Falha Prematura de Polímeros”, ministrado pelo Prof. Dr. Marcelo Silveira Rabello, promovido pela Regional Nordeste da Associação Brasileira de Polímeros, realizado on-line, em 03 de setembro de 2020, com carga horária de 2 horas.

Profa. Dra. Tatianny Soares Alves
Diretoria da Regional Nordeste
Associação Brasileira de Polímeros

Prof. Dr. Antonio José Felix de Carvalho
Diretoria de Eventos
Associação Brasileira de Polímeros

Evaluation of the thermal behavior of high density polyethylene reinforced with cellulose obtained from rice husk

Mariane Weirich Bosenbecker¹, Sheila Costa Croche¹, Gabriel Monteiro Cholang¹, Oscar Giordani Paniz¹, Neftalí Lenin Villarreal Carreño¹, Juliano Marini², Amanda Dantas Oliveira¹

¹Federal University of Pelotas, ²Federal University of São Carlos

e-mail: marianebosenbecker@hotmail.com

Natural fibers obtained from agroindustrial residues, such as rice husk, are low cost materials with interesting properties such as biodegradability and low density, making them excellent candidates for use as reinforcing fillers in polymeric matrices. These composites may present improvements in the mechanical and thermal behaviors when compared to the pure polymer, and also contribute to the reduction of environmental impact [1]. In this work, the cellulose was extracted from the rice husk through an alkaline treatment and bleaching process. Composites of high density polyethylene (HDPE) and cellulose fibers were produced by melt mixing and thermally characterized by thermogravimetry (TGA) and differential scanning calorimetry (DSC). The inclusion of the cellulose fibers altered the crystallization behavior of the polymer matrix, increasing the crystallization temperature and crystallinity index. In addition, a reduction in the degradation temperature of the composites was observed.

References

[1] E.P. Ayswarya, K.F. Vidya Francis, V.S. Renju, Eby Thomas Thachil. Rice husk ash - A valuable reinforcement for high density polyethylene. *Materials and Design* 41 (2012) 1-7.



Certificamos que

Mariane Weirich Bosenbecker

participou, na qualidade de Palestrante, do evento **VIII Semana Acadêmica da Engenharia de Materiais da UFPel**, realizando a atividade Mesa-redonda - **De onde viemos, onde estamos e para onde vamos, uma perspectiva do curso Eng. de Materiais** com carga horária total de 3 hora(s).

Amanda Aparecida Gomes

Presidente do DAEM

Cristiane W. R. Ratmann

Coordenadora do Curso