



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE RECURSOS
NATURAIS DA AMAZÔNIA

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-MECÂNICA
DE COMPÓSITOS DE MATRIZES POLIMÉRICAS E
MATRIZES POLÍMERICAS FUNCIONALIZADAS COM
NANOTUBOS DE CARBONO REFORÇADAS COM FIBRAS
DA AMAZÔNIA

Miriane Alexandrino Pinheiro

Belém – PA/ Brasil

Fevereiro 2026



**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-MECÂNICA
DE COMPÓSITOS DE MATRIZES POLIMÉRICAS E
MATRIZES POLÍMERAS FUNCIONALIZADAS COM
NANOTUBOS DE CARBONO REFORÇADAS COM FIBRAS
DA AMAZÔNIA**

Miriane Alexandrino Pinheiro

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia, PRODERNA/ITEC, da Universidade Federal do Pará, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Doutor em Engenharia de Recursos Naturais.

Orientador: Prof^a Dr^a Verônica Scarpini Candido

Belém – PA/ Brasil

Fevereiro 2026

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-MECÂNICA
DE COMPÓSITOS DE MATRIZES POLIMÉRICAS E
MATRIZES POLÍMERAS FUNCIONALIZADAS COM
NANOTUBOS DE CARBONO REFORÇADAS COM FIBRAS
DA AMAZÔNIA**

Miriane Alexandrino Pinheiro

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE RECURSOS NATURAIS DA AMAZÔNIA (PRODERNA/ITEC) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM ENGENHARIA DE RECURSOS NATURAIS.

Aprovada por:

Prof. Dra. Verônica Scarpini Candido
(PRODERNA/ UFPA - Orientadora)

Prof. Dr. Marcos Allan dos Reis
(PRODERNA/ UFPA- Coorientador)

Prof. Dra. Carmen Gilda Barroso Dias
(PRODERNA/ UFPA- Membro)

Prof. Dr. Felipe Perissé Duarte Lopes
(PPGECM/ UENF- Membro Externo à instituição)

Prof. Dr. Michel Picanço Oliveira
(PPGCFL/ UFES – Membro Externo ao estado)

Prof. Dr. Sérgio Neves Monteiro
(PPGCEM/ IME – Membro Externo ao estado)

Belém – PA/ Brasil

Fevereiro 2026

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará
Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

P654p Pinheiro, Miriane Alexandrino.
PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-MECÂNICA
DE COMPOSITOS DE MATRIZES POLIMÉRICAS E
MATRIZES POLIMÉRICAS FUNCIONALIZADAS COM
NANOTUBOS DE CARBONO REFORÇADAS COM FIBRAS
DA AMAZÔNIA / Miriane Alexandrino Pinheiro. — 2026.
126 f. : il. color.

Orientador(a): Prof^ª. Dra. Verônica Scarpini Candido
Coorientador(a): Prof. Dr. Marcos Allan Leite dos Reis
Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Pará, Instituto de
Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de
Recursos Naturais na Amazônia, Belém, 2026.

1. Compósitos poliméricos. 2. Fibra de Envira. 3. Fibra de
Periquiteira. 4. Nanocompósitos. 5. Caracterização. I. Título.

CDD 620

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha família, cujo apoio constante, compreensão e incentivo foram fundamentais ao longo de toda esta jornada acadêmica. Esta conquista também é de vocês.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, pela vida, saúde e sabedoria concedidas ao longo de toda esta jornada acadêmica. Sua presença constante me fortaleceu nos momentos de incerteza e iluminou meus passos quando os desafios pareceram maiores que minhas forças. Sem a Sua graça, esta conquista não teria sido possível.

Agradeço, com todo o meu coração, ao meu esposo Aldo Freire, pela parceria, paciência e apoio incondicional em cada etapa desta jornada. Obrigado por acreditar em mim, por me fortalecer nos momentos de cansaço e por caminhar ao meu lado com amor e compreensão.

Às minhas filhas Milena e Maria Liz, meu motivo diário de esperança e inspiração. Vocês me ensinaram a persistir, a sonhar maior e a seguir adiante mesmo quando parecia difícil. Cada sorriso, cada abraço e cada gesto de carinho foram luz nos dias mais desafiadores.

À minha orientadora Verônica Scarpini, expresso minha mais profunda gratidão. Sua presença ao longo dessa caminhada foi essencial não apenas para a construção deste trabalho, mas para a minha formação como pesquisadora e como pessoa. Com sensibilidade, paciência e um olhar sempre atento, você acreditou em mim nos momentos de dúvida, celebrou cada conquista e transformou desafios em aprendizado. Mesmo seguindo agora para outra instituição, sua orientação permanece viva em cada capítulo, em cada resultado e em cada passo que dou. Levo comigo não apenas os ensinamentos científicos, mas o exemplo de humanidade, generosidade e amizade que marcaram para sempre essa trajetória. Obrigada por tudo e por tanto.

Ao meu coorientador Marcos Allan, agradeço pelo apoio acadêmico e pelo suporte que possibilitaram o desenvolvimento deste trabalho. Agradeço pela confiança, pelas contribuições valiosas e pelo incentivo.

A todos os professores que fizeram parte desta caminhada, meu muito obrigado. Em especial ao professor Alisson Rios, sou imensamente grata pelo acolhimento, pelas palavras de incentivo, pela paciência e pela generosidade em compartilhar saberes que levarei para toda a vida.

Aos amigos do GPMCOMP, meu sincero agradecimento por toda a parceria, incentivo e companheirismo. Foram dias de aprendizado, desafios e muitas risadas que tornaram esta jornada mais leve e prazerosa. Cada momento compartilhado contribuiu para que esta pesquisa se tornasse possível e mais significativa. Aos meus queridos

amigos Sarah, Leoncio e Edson, deixo minha profunda gratidão. A participação de vocês na etapa experimental desta pesquisa foi fundamental não apenas pelo apoio técnico, mas também pela parceria, pela paciência e pela disposição em enfrentar cada desafio ao meu lado. A colaboração e o entusiasmo de vocês tornaram o processo mais leve, mais produtivo e, sobretudo, mais significativo.

Obrigado por acreditarem neste trabalho e por contribuírem de forma tão generosa para que ele se realizasse.

Minhas queridas amigas Dayana, Atamy, Karla, Dori, deixo meu mais sincero agradecimento por estarem ao meu lado e tornarem esta jornada mais leve e alegre. Vocês não foram apenas companheiras de caminhada, mas verdadeiros presentes na minha vida, e levarei cada um de vocês no coração para sempre.

Estendo ainda meus agradecimentos a todos que contribuíram de forma direta ou indireta para a realização desta pesquisa. Cada orientação, gesto de apoio e palavra de incentivo teve um impacto significativo na construção desta tese.

Resumo do projeto de Tese apresentada ao PRODERNA/UFPA como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Engenharia de Recursos Naturais (Dr. Eng.)

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZES POLIMÉRICAS E MATRIZES POLÍMERICAS FUNCIONALIZADAS COM NANOTUBOS DE CARBONO REFORÇADAS COM FIBRAS DA AMAZÔNIA

Miriane Alexandrino Pinheiro

Fevereiro/2026

Orientador: Prof^ª. Dr^ª. Verônica Scarpini Candido

Coorientador: Prof. Dr. Marcos Allan Leite dos Reis

Área de Concentração: Uso e Transformação de Recursos Naturais

O desenvolvimento de novos materiais que apresentem características diferenciadas como bom desempenho mecânico e biodegradabilidade, tem aumentado consideravelmente nos últimos anos. Neste sentido, a produção de compósitos de matriz polimérica com reforço de fibras naturais da Amazônia e adição de nanotubos de carbono surge como uma alternativa viável desses novos materiais. A região Amazônica possui uma grande variedade de espécies, de onde podem ser retiradas as fibras naturais, utilizadas como reforço de materiais compósitos. Dentre essas espécies, as plantas de periquiteira (*Cochlospermum orinocense*) e envira (*Bocageopsis multiflora*) têm demonstrado potencial para serem utilizadas como agente de reforço em matrizes poliméricas. Além disso, a adição de nanotubos de carbono pode melhorar as propriedades mecânicas dos compósitos. Dessa forma, este trabalho tem por objetivo produzir materiais compósitos de matrizes poliméricas (poliéster e epóxi) com reforço de fibras naturais e compósitos de matriz polimérica com adição de nanotubo de carbono (NTC) e reforço de fibras naturais. Foram realizadas caracterizações físicas, químicas e térmica nas fibras. Os compósitos foram produzidos com incorporação de 10, 20, 30 e 40 % em volume de fibra e os nanocompósitos com adição de 0,1 % de NTC. As propriedades mecânicas dos compósitos foram avaliadas por ensaio de tração, flexão e impacto, realizados seguindo as diretrizes das normas ASTM D 638, ASTM D 790 e

ASTM 256. As caracterizações das fibras de periquiteira e envira indicaram, valores de densidade, índice de cristalinidade, estabilidade térmica e grupos funcionais característicos de fibras lignocelulósicas. Além disso, a análise morfológica por MEV revelou que tanto a fibra de periquiteira quanto a fibra de envira apresentaram finos feixes de fibrilas e superfície rugosa em todo o seu comprimento. Os valores de resistência mecânica em tração das fibras indicaram que, estas fibras apresentam potencial para serem utilizadas como reforço em compósitos poliméricos. A caracterização mecânica em tração dos compósitos com fibras de periquiteira em matriz epóxi apresentou um aumento de 48% e com fibra de envira 36 %, em relação a matriz. Para os compósitos com matriz poliéster o aumento na concentração ideal de fibras foi de 70 % para a periquiteira e 36 % para fibra de envira. Em relação a resistência em flexão apenas a composição de matriz epóxi com fibra de periquiteira apresentou aumento no valor de resistência. Para as nanocompósitos, não houve alteração significativa nos resultados obtidos tanto para tração como para flexão. As análises da região de fratura indicaram que de maneira geral a fratura ocorreu de forma frágil. Em relação aos nanocompósitos foram observadas áreas de aglomeração de NTC, indicando não ter ocorrido uma dispersão adequada.

Palavras-chave: Compósitos poliméricos. Fibra de Envira. Fibra de Periquiteira. Nanocompósitos. Caracterização.

Abstract of the Thesis presented to PRODERNA / UFPA as part fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Natural Resource Engineering (D. Eng.)

**PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF POLYMER MATRIX
COMPOSITES AND FUNCTIONALIZED POLYMER MATRIX WITH
CARBON NANOTUBES REINFORCED WITH AMAZONIAN FIBERS**

Miriane Alexandrino Pinheiro

February/2026

Advisor: Prof^a. Dr^a. Verônica Scapini Candido

Co-Advisor: Prof. Dr. Marcos Allan Leite dos Reis

Area of Concentration: Use and Transformation of Natural Resources

The development of new materials with distinctive characteristics such as good mechanical performance and biodegradability has increased considerably in recent years. In this sense, the production of polymer matrix composites reinforced with natural fibers from the Amazon and the addition of carbon nanotubes emerges as a viable alternative for these new materials. The Amazon region has a wide variety of species from which natural fibers can be extracted and used to reinforce composite materials. Among these species, the periquiteira (*Cochlospermum orinocense*) and envira (*Bocageopsis multiflora*) plants have shown potential for use as reinforcing agents in polymer matrices. In addition, the addition of carbon nanotubes can improve the mechanical properties of composites. Thus, this work aims to produce composite materials from polymer matrices (polyester and epoxy) reinforced with natural fibers and polymer matrix composites with the addition of carbon nanotubes (CNTs) and reinforced with natural fibers. Physical, chemical, and thermal characterizations were performed on the fibers. The composites were produced with the incorporation of 10, 20, 30, and 40% fiber by volume, and the nanocomposites with the addition of 0.1% CNTs. The mechanical properties of the composites were evaluated by tensile, flexural, and impact testing, performed following the guidelines of ASTM D 638, ASTM D 790, and ASTM 256 standards. The characterizations of periquiteira and envira fibers indicated values of density, crystallinity index, thermal stability, and functional groups characteristic of lignocellulosic fibers. In

addition, morphological analysis by SEM revealed that both periquiteira and envira fibers had fine bundles of fibrils and a rough surface along their entire length. The mechanical tensile strength values of the fibers indicated that these fibers have the potential to be used as reinforcement in polymer composites. The mechanical tensile characterization of composites with periquiteira fibers in an epoxy matrix showed an increase of 48% and with envira fiber 36% in relation to the matrix. For composites with a polyester matrix, the increase in the ideal fiber concentration was 70% for periquiteira and 36% for envira fiber. In relation to flexural strength, only the epoxy matrix composition with periquiteira fiber showed an increase in strength. For nanocomposites, there was no significant change in the results obtained for both tensile and flexural strength. Analyses of the fracture region indicated that, in general, the fracture occurred in a brittle manner. In relation to nanocomposites, areas of NTC agglomeration were observed, indicating that adequate dispersion did not occur.

Keywords: Polymer composites. Envira fiber. Periquiteira fiber. Nanocomposites. Characterization.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	XVIII
LISTA DE TABELAS	XX
LISTA DE SIGLAS.....	XXI
1 – INTRODUÇÃO	01
1.1- MOTIVAÇÃO	02
1.2- OBJETIVOS	03
1.3- ORGANIZAÇÃO DA TESE	03
REFERÊNCIAS.....	05
2 – ARTIGO 1: PERIQUITEIRA (<i>Cochlospermum Orinocense</i>): UMA FIBRA AMAZÔNICA PROMISSORA PARA APLICAÇÃO EM MATERIAIS COMPÓSITOS.....	07
2.1- INTRODUÇÃO	08
2.2 – MATERIAIS E MÉTODOS.....	10
2.2.1 – Caracterização Dimensional.....	11
2.2.2 – Difração de raios X (DRX).....	12
2.2.3 – Análise Termogravimétrica (TGA)	13
2.2.4 – Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).....	13
2.2.5 – Análise de MEV.....	13
2.2.6 – Ensaios de Tração.....	13
2.2.7 – Análise Estatística.....	13
2.3 – RESULTADOS.....	14
2.3.1 – Caracterização Dimensional.....	14
2.3.2 – Análise de DRX.....	15
2.3.3 – Análise de TGA.....	15
2.3.4 – Análise de FTIR.....	16
2.3.5 – Análise de MEV.....	17
2.3.6 – Ensaio de Tração.....	18
2.3.7 – Análise estatística.....	21
2.4 – Conclusões.....	23
Referências.....	25

3 – ARTIGO 2: CARACTERIZAÇÃO DE FIBRAS DE ENVIRA ENDÊMICAS DA FLORESTA AMAZÔNICA E SEU POTENCIAL PARA REFORÇO EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS	30
3.1- INTRODUÇÃO	31
3.2 – MATERIAIS E MÉTODOS.....	34
3.2.1 – Materiais.....	34
3.2.2 – Caracterização das Fibras.....	35
3.2.2.1 - Caracterização Dimensional.....	35
3.2.2.2 - Difração de raios X (DRX).....	35
3.2.3 – Análise Termogravimétrica (TGA)	36
3.2.4 – Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).....	36
3.2.5 – Caracterização Mecânica da Fibra.....	36
3.2.6 - Preparação e Caracterização Mecânica de Compósitos.....	36
3.2.7 – Análise Estatística.....	37
3.2.8 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	38
3.3 – RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	38
3.3.1 – Caracterização da Fibra de Envira.....	38
3.3.1.1 – Difração de Raios X.....	39
3.3.1.2 – Análise de TGA.....	39
3.3.1.3 – Análise de FTIR.....	40
3.3.1.4 – Análise da Morfologia da Fibra de Envira.....	42
3.3.1.5 – Caracterização Mecânica da Fibra de Envira.....	42
3.3.2 – Caracterização de Materiais Compósitos.....	45
3.3.2.1- Caracterização de compósitos de matriz epóxi por FTIR.....	45
3.3.2.2 - Propriedades Mecânicas de Tração.....	47
3.3.2.3 - Análise microestrutural da superfície fraturada.....	50
3.3.2.4 - Resistência à flexão.....	51
3.3.2.5 - Análise microestrutural de fraturas por flexão.....	54
3.4 – Conclusões.....	55
Referências.....	57
4 – RESULTADOS A SEREM SUBMETIDOS PARA PUBLICAÇÃO.....	63

4.1 – FTIR dos Nanocompósitos.....	63
4.2 – Caracterização Mecânica dos Nanocompósitos de Matriz Epóxi.....	64
4.3 – Caracterização Mecânica dos Nanocompósitos de Matriz poliéster.....	65
5 – CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	67
5.1 – Conclusões.....	67
5.2 – Sugestões para trabalhos futuros.....	68
6 – COLETÂNEA DE ARTIGOS.....	69

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1- Áreas de interesse de estudo sobre a planta periquiteira de acordo com a base de dados Scopus.....	10
Figura 2.2- Planta de periquiteira (a), local de extração da casca (b), casca da planta (c) e fibras de periquiteira (d).....	11
Figura 2.3 –Distribuição da frequência de fibras (a) e relação de densidade (b) com o diâmetro da fibra da periquiteira.....	14
Figura 2.4 – Difratoograma de raios X da fibra de periquiteira.....	15
Figura 2.5 – TG e DTG obtidos para fibras de periquiteira.....	16
Figura 2.6 – FTIR da fibra periquiteira.....	12
Figura 2.7 – Morfologia da superfície da fibra de periquiteira em MEV: (a) seção transversal da fibra com ampliação de 200×; (b) seção transversal da fibra com ampliação de 900×; (c) seção longitudinal.....	18
Figura 2.8 – Resistência à tração em relação ao intervalo de diâmetro da fibra de periquiteira.....	19
Figura 2.9 – Módulo de Young aparente em relação ao intervalo de diâmetro da fibra de periquiteira.....	20
Figura 2.10 – Deformação em relação ao intervalo de diâmetro.....	21
Figura 3.1 – A envira: planta Envira (a), caule (b) e planta com casca (c).....	34
Figura 3.2 – Caracterização dimensional. (a) Padrão de distribuição de frequência e (b) padrão de distribuição de densidade das fibras Envira.....	38
Figura 3.3 – Difratoograma de raios X da fibra Envira.....	39
Figura 3.4 – Curvas TGA/DTG obtidas a partir das fibras Envira.....	40
Figura 3.5 – Espectro FTIR da fibra Envira.....	41
Figura 3.6 – Microscopia eletrônica de varredura da fibra envira: (a) seção transversal com ampliação de 200×, (b) seção transversal com ampliação de 1000× e (c) seção longitudinal.....	42
Figura 3.7 – Resistência à tração da fibra envira (a), módulo de Young e deformação (b).....	43
Figura 3.8 – Gráfico FTIR obtido para resina epóxi, compósitos e fibra.....	46
Figura 3.9 - Gráficos das propriedades mecânicas de tração dos compósitos: resistência à tração (a) e módulo de Young e deformação (b).....	47

Figura 3.10 - Análise da região de fratura da resina epóxi (a) e dos compósitos com 10 (b), 20 (c), 30 (d) e 40 (e) vol% de fibra Envira, testados em resistência à tração.....	50
Figura 3.11 - Propriedades de flexão dos compósitos analisados. (a) resistência à flexão e (b) módulo de flexão e deformação.....	51
Figura 3.12 - Análise da região de fratura da resina epóxi (a) e compósitos com 10 (b), 20 (c), 30 (d) e 40 (e) vol% de fibra Envira após o teste de resistência à flexão.....	54
Figura 4.1 – Espectros de FTIR obtidos para os nanocompósitos.....	63
Figura 4.2 - Resistência à tração dos nanocompósitos de matriz epóxi: reforçados com fibras de periquiteira (a) e reforçados com fibras de envira (c) e resistência à flexão dos compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras de periquiteira (c) e reforçados com fibras de envira (d).....	64
Figura 4.3 - Resistência à tração dos nanocompósitos de matriz poliéster: reforçados com fibras de periquiteira (a) e reforçados com fibras de envira (c) e resistência à flexão dos compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras de periquiteira (c) e reforçados com fibras de envira (d).....	65

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Composição química da fibra de periquiteira.....	11
Tabela 2.2: Análise de variância para caracterização mecânica em relação ao intervalo de diâmetro.....	22
Tabela 2.3: Diferenças entre os valores médios dos intervalos de diâmetro após a aplicação do teste de Tukey.....	23
Tabela 3.1: Classificação e nomenclatura de materiais compósitos.....	37
Tabela 3.2 - Análise de variância (ANOVA) da resistência à tração da fibra Envira.....	43
Tabela 3.3 - Diferenças entre os valores médios dos intervalos de diâmetro após a aplicação do teste de Tukey.....	44
Tabela 3.4 - Análise de variância (ANOVA) da resistência à tração de compósitos reforçados com fibra Envira.....	48
Tabela 3.5 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios após a aplicação do teste de Tukey.....	49
Tabela 3.6 - Análise de variância (ANOVA) das propriedades de flexão dos compósitos reforçados com fibra Envira.....	52
Tabela 3.7 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência à flexão após a aplicação do teste de Tukey.....	53

LISTA DE SIGLAS

FNL – Fibras Naturais Lignocelulósicas

ONU – Organização das Nações Unidas

ODS – Objetivos de Desenvolvimento Sustentável

NTC – Nanotubos de Carbono

DRX - Difração de Raios X

FTIR - Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier

TG – Análise Termogravimétrica

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

IC – Índice de Cristalinidade

AMF – Ângulo Microfibrilar

DMS – Diferença Mínima Significativa

V_m – Volume Médio

d - Diâmetro

l – Comprimento

ρ – Densidade

m - Massa

1 – INTRODUÇÃO

O desenvolvimento sustentável e a responsabilidade ecológica vêm induzindo pesquisadores a buscarem alternativas de materiais, que possam ser utilizadas como reforço de materiais compósitos de alto desempenho e valor agregado. Estes materiais, geralmente são produzidos com reforço sintético e são aplicados em diversos setores tecnológicos. Entretanto, a produção destes materiais demanda grande energia de fabricação, são materiais não degradáveis, após seu período de vida útil geram grande quantidade de resíduos poluentes, causando sérios danos ao meio ambiente (KERNI *et al.*, 2020; RUA *et al.*, 2021; DA SILVA *et al.*, 2022; GHOLAMPOUR *et al.*, 2020).

A procura de materiais que sejam ambientalmente corretos, sustentáveis, que ofereçam propriedades mecânicas comparáveis as de materiais sintéticos e que possam ser produzidos com um menor custo, tem aumentado consideravelmente nos últimos anos. Neste contexto, a utilização de fibras naturais surge como alternativa para substituição de seus equivalentes sintéticos, como as fibras de vidro, carbono e aramida. Esta substituição tem despertado grande interesse de diversos setores industriais, como nas indústrias automobilística, militar, esportiva e de construção (MADASAMY, 2022; BELOUADAH *et al.*, 2022). As fibras naturais lignocelulósicas se destacam por sua natureza biodegradável, não poluente, baixo consumo de energia e baixo custo de aquisição, sendo economicamente mais viáveis (ELFALEH *et al.*, 2023; RAMASUBBU, MADASAMY, 2022; VIGNESH *et al.*, 2021; BELOUADAH *et al.*, 2022).

Apesar da atratividade, os compósitos à base de fibras naturais apresentam propriedades térmicas e mecânicas inferiores em comparação com os compósitos sintéticos. Várias abordagens são utilizadas para a melhoria destas propriedades, entre elas a incorporação de materiais em nanoescala como reforço (CASTRO *et al.*, 2020; REJAB *et al.*, 2022). O uso de nanotubos de carbono pode superar o efeito negativo dos compósitos com fibras naturais. Essas melhorias incluem, adesão entre fibra e matriz, módulos elevados, maior resistência à tração e estabilidade térmica, diminuição da absorção de água e melhoria das propriedades de inflamabilidade (ANZAR *et al.*, 2020; CASTRO *et al.*, 2020; YAGHOUBI, FEREIDOON, 2019; REJAB *et al.*, 2022; ABUBKRE *et al.*, 2023).

A floresta amazônica apresenta a maior biodiversidade do planeta, abrigando uma grande variedade de espécies de plantas, sendo a maior floresta preservada do mundo e abrigando um grande número de espécies de fibras lignocelulósicas que têm potencial para serem usadas como reforço em matrizes poliméricas (Oliveira *et al.*, 2020). Fibras como

curauá, ubim, tucum, matamatá, entre outras, vêm sendo investigadas quanto às suas propriedades e aplicações em compósitos poliméricos. Os estudos realizados com essas fibras têm indicado grande potencial de uso em estruturas mais leves, econômicas e resistentes. (MACIEL *et al.*, 2018; DEMOSTHENES *et al.*, 2020; PORTELA *et al.*, 2025; MARCHI *et al.*, 2022; OLIVEIRA *et al.*, 2020; SANTA ROSA *et al.*, 2025).

Dentre as inúmeras espécies encontradas na região amazônica, as espécies conhecidas como Periquiteira (*Cochlospermum orinocense*) e Envira (*Bocageopsis multiflora*), nativas e endêmicas da região, são exemplos de plantas de onde podem ser retiradas fibras que poderão ser utilizadas como agente de reforço em compósitos poliméricos. Tradicionalmente, as fibras extraídas do caule destas plantas, são utilizadas em confecção de cordas e reforços para paneiros (cestaria), devido a sua alta resistência. Dessa forma, a produção de materiais compósitos de matriz polimérica funcionalizada com nanotubos de carbono e reforço de fibra natural, contribui para o desenvolvimento materiais que podem utilizados em diversas aplicações de engenharia (MARCHI *et al.*, 2022; OLIVEIRA *et al.*, 2020).

Embora a literatura apresente diversos estudos sobre compósitos de matrizes poliméricas reforçados com fibras naturais e, mais recentemente, sobre a incorporação de nanotubos de carbono como agentes de reforço e funcionalização, não foram encontradas pesquisas que utilizem fibras naturais da Amazônia associadas a matrizes poliméricas funcionalizadas com nanotubos de carbono. Nesse contexto, o presente trabalho se destaca por investigar a produção e a caracterização de compósitos que combinam fibras amazônicas e nanotubos de carbono, contribuindo de forma inédita para a compreensão das interações interfaciais e do desempenho desses materiais, além de ampliar as possibilidades de aplicação de compósitos sustentáveis e multifuncionais.

Dessa forma, o objetivo deste trabalho é produzir e avaliar as propriedades físico-mecânicas de materiais compósitos de matriz polimérica não funcionalizada e matriz polimérica funcionalizada com NTC reforçados com fibras naturais da Amazônia.

1.1 – MOTIVAÇÃO

A preocupação ambiental tem levado a uma diminuição na utilização de materiais derivados de combustíveis fósseis. Dessa forma, a produção de materiais compósitos com reforço de fibra natural, surge como alternativa para amenizar os efeitos negativos da

utilização de materiais sintéticos. Além disso, os compósitos estão continuamente evoluindo para produtos mais eficientes e menos onerosos.

A região Amazônica apresenta expressiva biodiversidade vegetal, e a utilização de fibras oriundas de espécies nativas da região surge como alternativa para o desenvolvimento de materiais sustentáveis que poderão ser aplicados em diversos setores da indústria em especial na construção civil. Esses materiais poderão contribuir para o desenvolvimento de cidades sustentáveis, além de indústrias, inovação e infraestrutura da região amazônica. Assim alinha-se este trabalho com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) 9 e 11 da Organização das Nações Unidas (ONU). O ODS 9, que se refere a construir infraestruturas resilientes, promover a industrialização inclusiva e sustentável e fomentar a inovação, e o ODS 11 tornar as cidades e comunidades mais inclusivas, seguras, resilientes e sustentáveis.

Além disso, a utilização dessas fibras contribui para a bioeconomia da região, pois a extração das fibras é realizada por comunidades extrativistas valorizando o uso consciente dos recursos naturais. E a utilização de nanotubos de carbono, será realizada para melhorar a adesão da fibra na matriz, aumentando sua compatibilidade com o polímero e melhorando o desempenho dos compósitos.

1.2 – OBJETIVOS

1.2.1 – Objetivo Geral

Produzir materiais compósitos de matriz polimérica e matriz polimérica funcionalizada com NTC reforçados com fibras naturais da Amazônia.

1.2.2 – Objetivos Específicos

- Avaliar as características físicas, termoquímicas, morfológicas e mecânicas das fibras de Envira e Periquiteira;
- Avaliar as propriedades mecânicas dos compósitos com a incorporação de 10, 20, 30 e 40 % em volume de fibras;
- Analisar a influência da funcionalização das matrizes poliméricas (epóxi e poliéster) com 0,5 % em volume de NTC, nas propriedades mecânicas dos nanocompósitos;
- Analisar a região de fratura dos compósitos, bem como a influência dos NTC na interface matriz/fibra.

1.3 – ORGANIZAÇÃO DA TESE

A tese é apresentada no formato de agregação de artigos científicos. Portanto, o Capítulo 1 apresenta a introdução, a motivação, os objetivos da tese e a organização do trabalho.

O Capítulo 2 apresenta o primeiro artigo produzido com resultados do projeto de tese. Neste artigo, são apresentados os resultados de caracterização dimensional, densidade aparente, DRX, FTIR, TG e caracterização mecânica da fibra de periquiteira.

O Capítulo 3 apresenta o segundo artigo produzido com resultados do projeto de tese. Neste artigo, são apresentados os resultados de caracterização dimensional, densidade aparente, DRX, FTIR, TG e caracterização mecânica da fibra de envira e de seus compósitos produzidos em matriz epóxi.

O Capítulo 4 apresenta as considerações finais obtidas, a partir dos objetivos traçados e resultados alcançados. Ainda no Capítulo 4, são apresentadas sugestões de trabalhos futuros, de acordo com observações e indagações que surgiram ao longo da pesquisa.

O capítulo 5 apresenta a coletânea dos artigos publicados.

REFERÊNCIAS

ABUBAKRE, O. K., MEDUPIN, R. O., AKINTUNDE, I. B., JIMOH, O. T., ABDULKAREEM, A. S., MURIANA, R. A., YORO, K. O. “Carbon nanotube-reinforced polymer nanocomposites for sustainable biomedical applications: A review”. **Journal of Science: Advanced Materials and Devices**, pp. 100557, 2023.

ANZAR, N., HASAN, R., TYAGI, M., YADAV, N., NARANG, J., “Carbon nanotube-A review on Synthesis, Properties and plethora of applications in the field of biomedical Science”. **Sensors International**, v. 1, pp. 100003, 2020.

ARUCHAMY, K., S. S. K. PAVAYEE SUBRAMANI, B. PALANIAPPAN SETHURAMAN, G. VELU KALIYANNAN. Study on mechanical characteristics of woven cotton/bamboo hybrid reinforced composite laminates. **Journal of Materials Research and Technology**, v.9, n.1, pp. 718-726, 2020.

BELOUADAH, Z., ROKBI, M., ATI, A., “Manufacturing and characterization of new composite based on epoxy resin and Lygeum Spartum L. plant”. **Journal of Natural Fibers**, v. 19, n. 11, pp. 4236-4248, 2022.

DEMOSTHENES, L. C., NASCIMENTO, L. F. C., MONTEIRO, S. N., COSTA, U. O., DA COSTA GARCIA FILHO, F., DA LUZ, F. S., BRAGA, F. O., “Thermal and structural characterization of buriti fibers and their relevance in fabric reinforced composites”. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 1, pp. 115-123, 2020.

DA SILVA, R. N. A., DE MACEDO NETO, J. C., KIMURA, S. P. R., “Natural fiber for reinforcement in matrix polymeric”. **Independent Journal of Management & Production**, v. 13, n. 1, pp. 154-167, 2022.

GHOLAMPOUR, A., OZBAKKALOGLU, T., “A review of natural fiber composites: Properties, modification and processing techniques, characterization, applications”. **Journal of Materials Science**, v. 55, n. 3, pp. 829-892, 2020.

MACIEL, N. D. O. R., FERREIRA, J. B., DA SILVA VIEIRA, J., RIBEIRO, C. G. D., LOPES, F. P. D., MARGEM, F. M., DA SILVA, L. C., “Comparative tensile strength analysis between epoxy composites reinforced with curaua fiber and glass fiber”. **Journal of materials research and technology**, v. 7, n. 4, pp. 561-565, 2018.

MARCHI, B. Z., OLIVEIRA, M. S., BEZERRA, W. B. A., DE SOUSA, T. G., CÂNDIDO, V. S., DA SILVA, A. C. R., MONTEIRO, S.N. Ubim Fiber (*Geonoma baculífera*): A Less Known Brazilian Amazon Natural Fiber for Engineering Applications. **Sustainability**. v. 14, n. 1, pp. 421, 2021.

NAGARAJAGANESH, B., REKHA, B., “Intrinsic cellulosic fiber architecture and their effect on the mechanical properties of hybrid composites”. **Archives of Civil and Mechanical Engineering**, v. 20, pp. 1-12, 2020.

OLIVEIRA, E. G.D., LUZ, F. S.D., FUJIYAMA, R. T., SILVA, A. C. R. da; CANDIDO, V. S., MONTEIRO, S. N. “Effect of chemical treatment and length of raffia fiber (*Raphia*

vinifera) on mechanical stiffening of polyester composites”. **Polymers**, v. 12, n. 12, p. 2899, 2020.

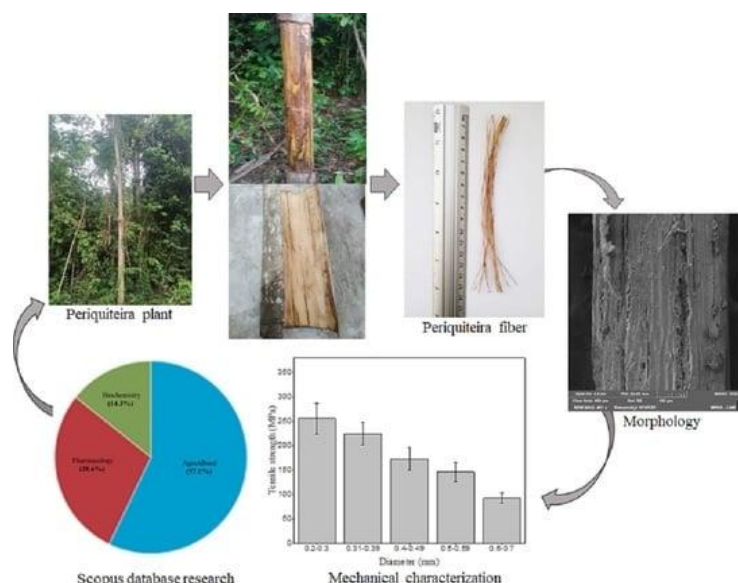
RUA, K., ZHONG, X., SHI, X., DANG, J., GU, J., “Liquid crystal epoxy resins with high intrinsic thermal conductivities and their composites: A mini-review”. *Materials Today Physics*, v. 20, p. 100456, 2021.

VIGNESH, V., BALAJI, A. N., NAGAPRASAD, N., SANJAY, M. R., KHAN, A., ASIRI, A. M., ... & SIENGCHIN, S., “Indian mallow fiber reinforced polyester composites: Mechanical and thermal Properties”. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 11, p. 274-284, 2021.

2 – ARTIGO 1: PERIQUITEIRA (*Cochlospermum Orinocense*): UMA FIBRA AMAZÔNICA PROMISSORA PARA APLICAÇÃO EM MATERIAIS COMPÓSITOS.

Nas últimas décadas, as fibras naturais lignocelulósicas (FNLs) têm surgido como alternativas sustentáveis de reforço para substituir fibras sintéticas em aplicações de materiais compósitos poliméricos. Neste trabalho, pela primeira vez, a periquiteira (*Cochlospermum orinocense*), uma FNL pouco conhecida da região amazônica, foi analisada quanto à sua densidade e, por difração de raios X (DRX), para calcular o índice de cristalinidade, bem como o ângulo microfibrilar (AMF), análise termogravimétrica (TGA), espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), análise eletrônica de varredura (MEV) e resistência à tração. A densidade aparente encontrada para a fibra de periquiteira foi de $0,43 \text{ g/cm}^3$ – uma das mais baixas entre as FNLs. A análise por DRX indicou um índice de cristalinidade de 70,49% e um AMF de $7,32^\circ$. A TGA revelou estabilidade térmica até 250°C . A análise por FTIR indicou a presença de grupos funcionais característicos de FNLs. A análise morfológica por MEV revelou que a fibra de periquiteira apresenta finos feixes de fibrilas e uma superfície rugosa em toda a sua extensão. O valor médio da resistência da fibra de periquiteira foi de 178 MPa. Esses resultados preliminares indicam que a fibra de periquiteira tem potencial para ser utilizada como agente de reforço em matrizes poliméricas e pode gerar um compósito leve com excelentes propriedades mecânicas, aplicável em diversos setores industriais.

Palavras-chave: fibra natural lignocelulósica; fibra de periquiteira ; caracterização.



Resumo gráfico

2.1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento sustentável e a responsabilidade ecológica têm, nos últimos anos, impulsionado a busca por materiais alternativos, econômicos e naturais que possam ser utilizados como reforço de compósitos de alto desempenho e agregar valor a esses materiais [1 , 2 , 3 , 4]. Os compósitos convencionais, geralmente aplicados em diversos setores tecnológicos, são produzidos com materiais de reforço sintéticos. No entanto, a produção desses materiais requer maior energia de fabricação, além de gerar uma grande quantidade de resíduos não degradáveis após seu ciclo de vida, causando poluição ambiental [5 , 6].

A busca por materiais naturais, ecologicamente corretos e sustentáveis que ofereçam propriedades mecânicas comparáveis às dos materiais sintéticos e que possam ser produzidos a um custo menor tem aumentado consideravelmente. Nesse contexto, as fibras e tecidos lignocelulósicos (FNLs) surgem como uma alternativa para substituir seus equivalentes sintéticos, como fibras de vidro, carbono e Kevlar [3 , 4 , 5 , 6]. Essa substituição está ocorrendo em diversos setores industriais, como o automotivo, o de blindagem balística, o esportivo e o da construção civil [7 , 8 , 9 , 10].

Em comparação com fibras sintéticas, as fibras naturais (FNL) são geralmente mais leves, mais baratas e possuem propriedades específicas para aplicações semelhantes [11 , 12 , 13 , 14 , 15 , 16 , 17 , 18 , 19 , 20 , 21 , 22], além de serem ecologicamente corretas. Essas propriedades podem variar de acordo com a composição química e as características físicas das fibras. O principal constituinte químico de uma FNL é a celulose, responsável pela rigidez da fibra. Uma maior quantidade de celulose representa melhores propriedades mecânicas. Outro fator que influencia as propriedades da FNL é a parte da planta da qual ela é extraída, além de aspectos de cultivo, como a idade da planta, o clima e os processos de degradação [6 , 11 , 13 , 15].

Diversos estudos têm revelado um aumento na busca por fibras naturais que podem ser utilizadas para reforçar compósitos poliméricos, entre as quais se destacam as encontradas na região amazônica [23 , 24 , 25 , 26 , 27 , 28 , 29 , 30 , 31 , 32 , 33 , 34 , 35 , 36 , 37]; por exemplo, curauá [23 , 29], buriti [19 , 30], malva [27 , 35], carnaúba [38] e cipó-de-titica [39]. Além das fibras amazônicas, diversas outras fibras naturais estão sendo estudadas como possíveis reforços para compósitos poliméricos.

Pennas *et al.* [33] investigaram as fibras de tucum quanto às suas características básicas, em termos de densidade, termogravimetria, composição química e propriedades mecânicas. Essas caracterizações mostraram que as fibras de tucum apresentam resultados

comparáveis aos de outras fibras naturais. Os autores também apontam que a semelhança com as fibras de sisal pode auxiliar pesquisas futuras sobre o potencial uso das fibras de tucum como fibras têxteis.

Ding *et al.* [40] analisaram as propriedades químicas, térmicas, mecânicas e morfológicas de uma nova fibra natural (FNL), extraída do caule da planta de rattan manau (*Calamus manan*) por meio de separação mecânica. Os resultados obtidos revelaram que essa fibra pode ser utilizada como reforço para compósitos termoplásticos com temperaturas de operação inferiores a 300 °C. Além disso, a resistência à tração média atingiu o valor de 273,28 MPa e a análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostrou que a fibra apresenta uma superfície rugosa. De acordo com os autores, essas características são benéficas para melhorar as propriedades mecânicas e a adesão interfacial entre a fibra e a matriz nos compósitos. Esses resultados indicam o grande potencial das fibras de *Calamus manan* como reforço em compósitos poliméricos.

Kummar *et al.* [41] investigaram as propriedades fundamentais de uma nova fibra vegetal extraída da casca da árvore *Acacia nilotica* . As fibras foram extraídas utilizando a técnica de maceração em água. De acordo com os autores, é necessário realizar um tratamento químico da superfície da fibra para aumentar a rugosidade superficial. As análises químicas e físicas mostraram propriedades notáveis para seu uso como material de reforço na produção de compósitos para aplicações de baixo peso.

Vinod *et al.* [42] estudaram as propriedades de uma fibra natural extraída do caule da planta *Cardiospermum halicababum* pelo processo de maceração manual. A fibra macerada foi analisada quanto a diversas propriedades físicas, químicas, cristalinas, de estabilidade térmica, de tração e morfológicas. Os resultados obtidos nessas análises indicaram que a fibra de *Cardiospermum halicababum* apresenta a vantagem de substituir fibras sintéticas em aplicações de compósitos leves.

Outro exemplo de fibras naturais nativas da região amazônica, encontradas em grandes quantidades e com potencial para aplicação como reforço em materiais compósitos poliméricos, é extraído da planta periquiteira, conhecida cientificamente como *Cochlospermum orinocense* . A periquiteira, nativa da floresta seca, é endêmica da região amazônica, ocorrendo nos estados de Mato Grosso, Maranhão e em todos os estados do norte do Brasil [43]. Tradicionalmente, as fibras extraídas do caule da planta são utilizadas para a confecção de cordas e reforços para cestaria, devido à sua alta resistência. É importante ressaltar que, após a remoção da casca para a extração das fibras, a periquiteira passa por um processo de regeneração sustentável.

A pesquisa na base de dados Scopus [44] indica que a planta periquiteira tem sido estudada nas áreas de agricultura, farmacologia e bioquímica, como mostrado na Figura 2.1. No entanto, até onde sabemos, estudos que relacionam o uso de fibras extraídas desta planta com aplicações de engenharia ainda não foram relatados.

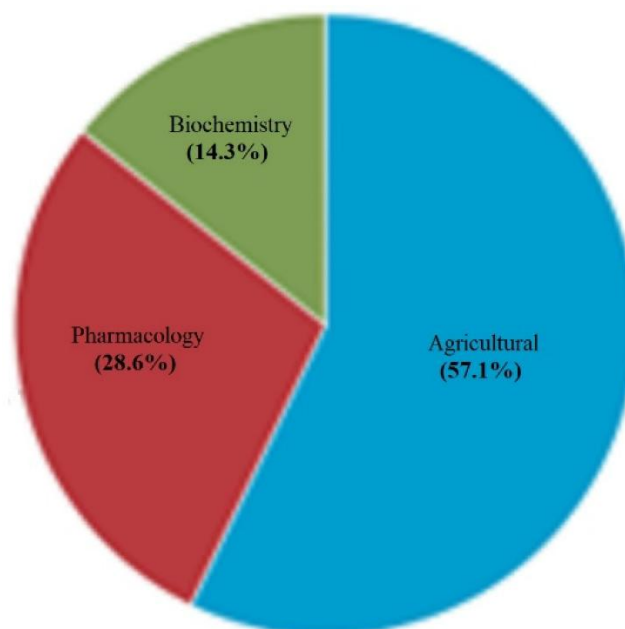


Figura 2.1- Áreas de interesse de estudo sobre a planta periquiteira de acordo com a base de dados Scopus [44].

Portanto, pela primeira vez, realiza-se uma investigação abrangente sobre as características microestruturais, morfológicas e mecânicas da fibra de periquiteira, principalmente no que diz respeito à caracterização do índice de cristalinidade (IC) e do ângulo microfibrilar (AMF), que não foram previamente relatados na literatura. Além disso, investiga-se a relação entre a resistência à tração e o diâmetro das fibras de periquiteira, bem como a validação estatística desses dados. Assim, este trabalho visa estudar as características morfológicas, microestruturais e mecânicas das fibras de periquiteira, bem como estabelecer uma correlação entre a resistência à tração das fibras e seu padrão de distribuição diametral.

2.2 MATERIAIS E MÉTODOS

A fibra de periquiteira foi extraída do caule da planta, encontrada especificamente na região do Câmbio Amazônico, e fornecida no município de Baião, Pará, Brasil. A Figura 2.2 ilustra a planta periquiteira, o local de extração da casca, bem como as fibras extraídas

manualmente. A casca da planta foi imersa em água por 24 horas para facilitar a extração das fibras.



Figura 2.2- Planta de periquiteira (**a**), local de extração da casca (**b**), casca da planta (**c**) e fibras de periquiteira (**d**).

A Tabela 2.1 mostra a composição química da fibra de periquiteira com referência aos teores de celulose e lignina.

Tabela 2.1- Composição química da fibra de periquiteira.

Fibra de Periquiteira	Celulose (%)	Lignina (%)	Referência
	60,15	15,03	[45]

2.2.1. Caracterização Dimensional

A densidade aparente, massa dividida pelo volume, foi obtida pelo método geométrico. Para obter o diâmetro médio (d), cada fibra foi dividida em cinco pontos distintos, uniformemente separados, e então girada em 90° . Uma nova leitura foi realizada nos mesmos cinco pontos anteriores. Um total de três medições foram feitas em cada ponto, obtendo-se assim uma média estatística. O equipamento utilizado foi um microscópio óptico Even, modelo MDA 1300 (Future Win Joe, Xiasha, Hangzhou, China).

O comprimento (l) de cada fibra foi medido usando um paquímetro de precisão de 0,01 mm, e sua massa foi pesada em uma balança eletrônica YMC, modelo Chyo JK-200 (Quioto, Japão), com precisão de 0,0001 g. Para calcular o volume, considerou-se que a fibra possui geometria cilíndrica perfeita, utilizando a Equação (1), onde v_m é o volume médio, d é o diâmetro médio da fibra e l é o comprimento médio:

$$V_m = \frac{\pi d^2 l}{4} \quad (1)$$

A partir dos valores obtidos para a massa (m) e o volume médio da fibra, foi possível calcular a densidade (ρ) usando a Equação (2) e depois disso, as fibras foram divididas em intervalos de diâmetro e uma correlação foi feita entre a densidade aparente e os intervalos diametrais.

$$\rho = \frac{m}{V_m} \quad (2)$$

2.2.2 Difração de raios X (DRX)

A análise de difração de raios X (DRX) foi realizada no equipamento Proto Manufacturing, sistema de difração de raios X em pó: gerador de 30 kV e 2 mA, radiação Cu-K α 1, passo angular de 0,0149°, intervalo de tempo de 0,5 s, varredura de 47 min e 2 θ variando de 5° a 60°.

O cálculo do Índice de Cristalinidade (IC) seguiu o método descrito por Segal et al. [46]. Ele utilizou a intensidade máxima ou a área dos picos (1 0 1) e (0 0 2), que estão associados às fases amorfa e cristalina das fibras. O valor do CI foi determinado utilizando:

$$IC = \left(1 - \frac{I_1}{I_2}\right) * 100 \quad (3)$$

Em que I_1 é a intensidade do mínimo (região amorfa) e I_2 é a intensidade do máximo de difração (região cristalina).

O Ângulo da Microfibrila (AMF) foi avaliado pelo método proposto por Cave [47] com base no pico da celulose (0 0 2). Com base na análise de DRX, o valor do MFA é obtido a partir da relação entre a curva gaussiana e as curvas de derivada de primeira e segunda ordem. A partir dessa análise, obtém-se o parâmetro “T”, que é aplicado à expressão polinomial:

$$MFA = -12,19 \times T^3 + 113,67 \times T^2 - 348,40 \times T + 358,09 \quad (4)$$

2.2.3. Análise Termogravimétrica (TGA)

Para analisar a estabilidade térmica das fibras, a análise termogravimétrica (TG) foi realizada em um equipamento NETZSCH (Berlim, Alemanha), modelo STA 449 F3 Jupiter. A atmosfera utilizada foi de nitrogênio com vazão de 50 mL/min, taxa de aquecimento de 10 °C/min e faixa de temperatura de 20 a 500 °C.

2.2.4. Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A análise FTIR foi realizada em um equipamento Bruker, modelo Vertex 70 v (Madison, WI, EUA), usando uma faixa de infravermelho médio (4000–400 cm⁻¹).

2.2.5. Análise de MEV

A morfologia da superfície da fibra de periquiteira foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um microscópio modelo Mira3 FEG 250 TESCAN (Brno, República Tcheca) operando com elétrons secundários a 5 kV e uma distância de trabalho entre 25 e 10 mm.

2.2.6. Ensaios de Tração

A determinação das propriedades mecânicas obtidas em 60 fibras foi realizada por meio do ensaio de tração. A preparação de cada amostra de fibra foi realizada de acordo com a norma ASTM C1557 [48]. Antes do ensaio de tração, as fibras foram fixadas a um papel de 90 m/g² utilizando adesivo epóxi. Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina de ensaios universal EMIC DL 10000 (Instron, São José dos Pinhais, Brasil), com uma célula de carga de 5 kN. Os ensaios de tração foram realizados em amostras com comprimento útil de 40 mm, utilizando controle de deslocamento a uma taxa de 0,5 mm/min. A seção transversal das fibras foi considerada circular, e suas áreas de seção transversal foram utilizadas para calcular a resistência à tração. Além disso, a deformação foi calculada a partir dos dados de carga-deslocamento, e o módulo de Young aparente foi baseado na inclinação da curva tensão-deformação na região elástica.

2.2.7. Análise Estatística

A validação estatística dos dados foi realizada por meio da análise de variância (ANOVA), com intervalo de confiança de 95% ($p < 0,05$). Os valores médios foram comparados pelo teste de Tukey.

2.3. Resultados

2.3.1. Caracterização Dimensional

A distribuição da frequência das fibras em relação ao intervalo de diâmetro é apresentada na Figura 2.3a e a variação da densidade com o diâmetro da fibra da periquiteira está na Figura 2.3b.

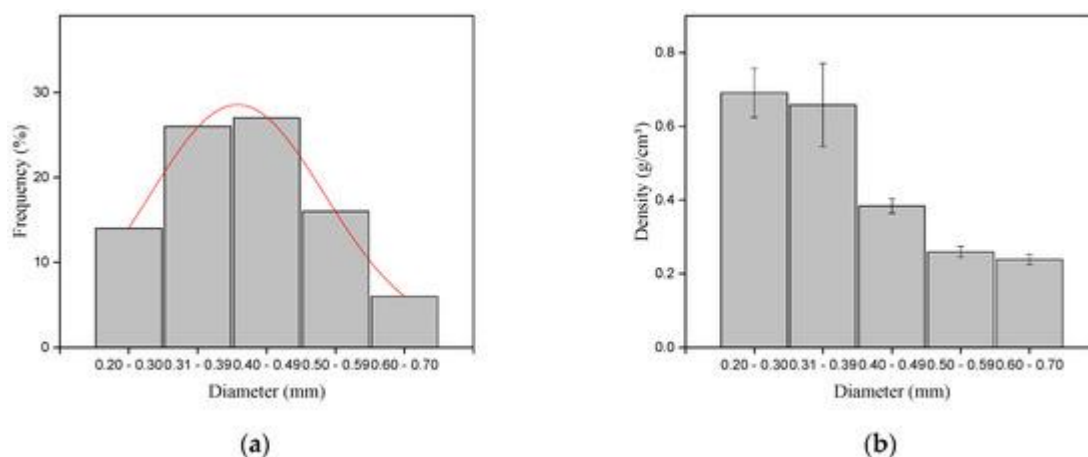


Figura 2.3 - Distribuição da frequência de fibras (**a**) e relação de densidade (**b**) com o diâmetro da fibra da periquiteira.

É possível observar uma maior quantidade de fibras na faixa de diâmetro de 0,4–0,49 mm, seguindo um padrão de distribuição quase normal. Esse padrão sugere que as fibras de periquiteira possuem um número maior de fibras com diâmetro médio e apenas um número menor de fibras grossas. O valor encontrado para o diâmetro médio das fibras foi de 0,50 mm. Esse resultado pode estar associado à natureza das fibras, que, por serem mais compactas, apresentam um diâmetro relativamente menor. O valor médio da densidade, obtido pelo método geométrico, foi de 0,43 g/cm³. Esse valor é inferior quando comparado às densidades de outras fibras naturais da Amazônia, como o guarumã e o ubim [25 , 26 , 34]. Observa-se também, na Figura 3b , que a densidade média diminui com o aumento do diâmetro. Esse fato pode estar associado a um maior número de vazios na estrutura das fibras de maior diâmetro. O mesmo padrão foi observado para a fibra de guaruman, na qual as fibras de menor espessura tinham menos vazios e poros de espaço aberto e, conseqüentemente, maior densidade [26]. De acordo com Moshi *et al.*, [49] fibras de baixa densidade podem ser indicadas para a produção de compósitos mais leves com alto desempenho mecânico.

2.3.2. Análise de DRX

A Figura 2.4 mostra o difratograma obtido da fibra de periquiteira. Observa-se um halo em um ângulo de $16,48^\circ$ e um pico em $22,78^\circ$, referentes aos planos (1 0 1) e (0 0 2), que indicam, respectivamente, a presença de constituintes amorfos e celulose cristalina na fibra. O valor do índice de cristalinidade obtido da fibra de periquiteira foi de 70,49%. Este resultado é comparável a outros valores relatados para fibras naturais amazônicas, como guarumã [25], buriti [30] e ubim [34].

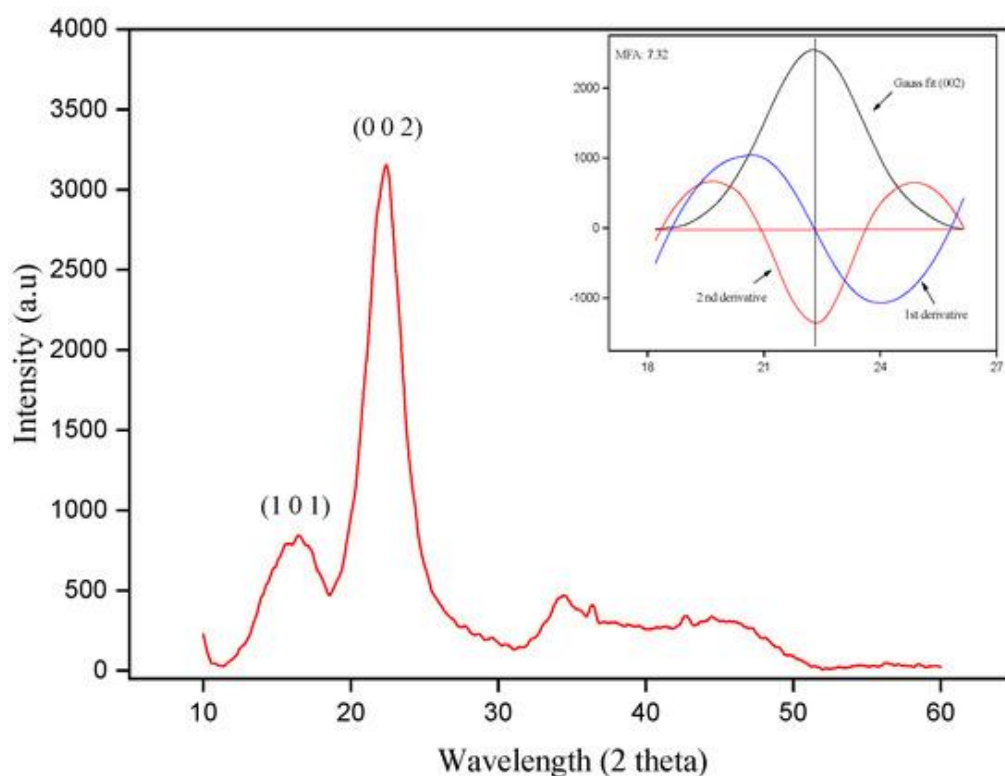


Figura 2.4 - Difratograma de raios X da fibra de periquiteira.

O pico em $22,78^\circ$, que indica a parte cristalina da fibra, foi usado para avaliar o AMF e calculado como $7,32^\circ$. Este valor é semelhante aos valores de MFA de outras fibras lignocelulósicas [25 , 34 , 38]. De acordo com Junio *et al.*, [38] valores baixos de AMF são considerados indicadores favoráveis de boas propriedades mecânicas, proporcionando melhores resultados de resistência da fibra.

2.3.3. Análise de TGA

A curva termogravimétrica (TG) e sua derivada (DTG) obtidas para as fibras de periquiteira são mostradas na Figura 2.5.

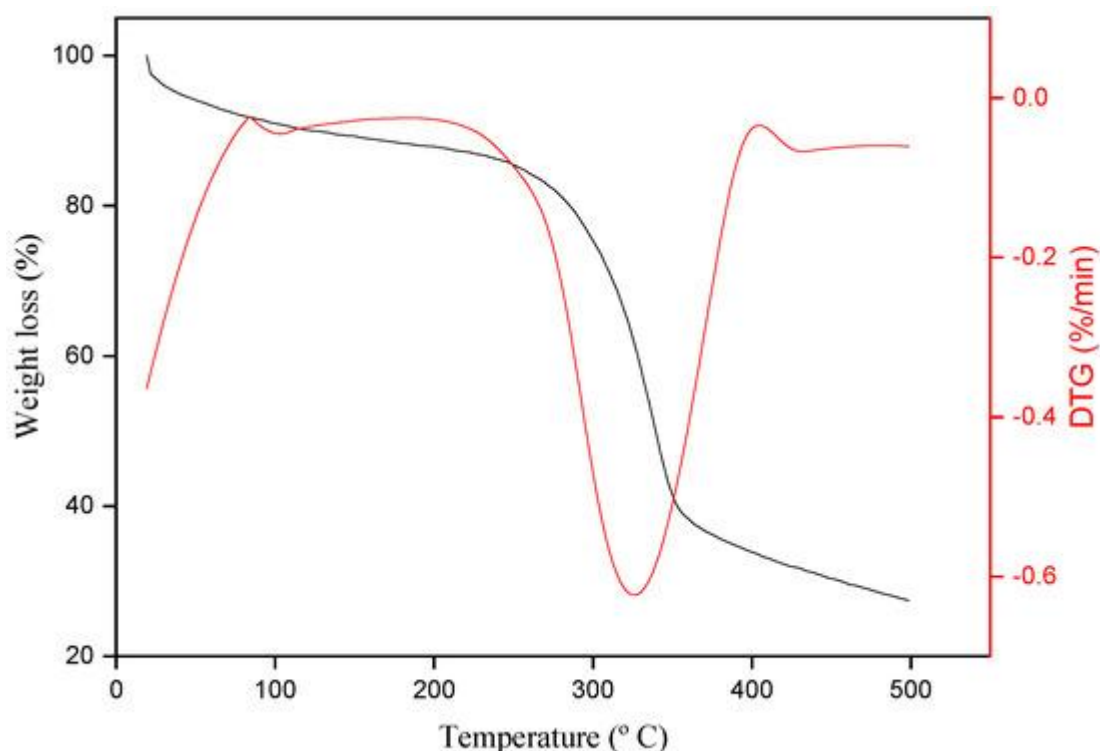


Figura 2.5 - TG e DTG obtidos para fibras de periquiteira.

A curva TG mostra que a redução da massa da fibra ocorre em duas faixas de temperatura, como observado por da Silva *et al.* [45]. Entre a temperatura ambiente e 120 °C, ocorre a primeira redução, relacionada à evaporação da água, o que evidencia a presença do grupo OH na estrutura das fibras [50]. A segunda perda ocorre entre 250 e 320 °C, correspondendo à quebra das ligações glicosídicas da celulose [50 , 51] além da degradação da lignina [52] que pode ocorrer por pirólise [50]. Esse mesmo padrão também foi observado por Moshi *et al.* [49] e Maache *et al.* [53]. A degradação da cadeia de celulose é observada em temperaturas próximas a 300 °C, devido à atmosfera inerte [50] utilizada neste experimento, fato também observado por da Silva [45], Cunha *et al.* [54] e Moshi *et al.* [49]. Após esta temperatura, não se observa perda de massa, sugerindo que, além deste estágio, todos os componentes da fibra natural foram degradados termicamente.

2.3.4. Análise de FTIR

O espectro FTIR da fibra de periquiteira é mostrado na Figura 2.6. Este espectro mostra bandas de absorção de diferentes grupos funcionais químicos, presentes nas estruturas de celulose, hemicelulose e lignina. Entre 3100 e 3800 cm^{-1} , observam-se bandas atribuídas ao estiramento do grupo OH, evidenciando a presença de celulose e lignina [49 , 55]. A banda em 2895 cm^{-1} corresponde ao alongamento da ligação CH, um constituinte da celulose [56]. Em 2345 cm^{-1} , a banda referente à cadeia alquílica denota a presença de cera [56]. A banda

em 1727 cm^{-1} está relacionada ao estiramento e à flexão de C=O na hemicelulose [57]. A absorvância em 1645 cm^{-1} pode ser atribuída ao estiramento de C=C do anel benzênico, referente ao teor de lignina [58]. Em 1445 cm^{-1} observa-se uma flexão simétrica de CH_2 , que denota a presença de celulose [57]. A banda em 1025 cm^{-1} denota a presença de um anel aromático relacionado à flexão e vibração de CH e CO [59].

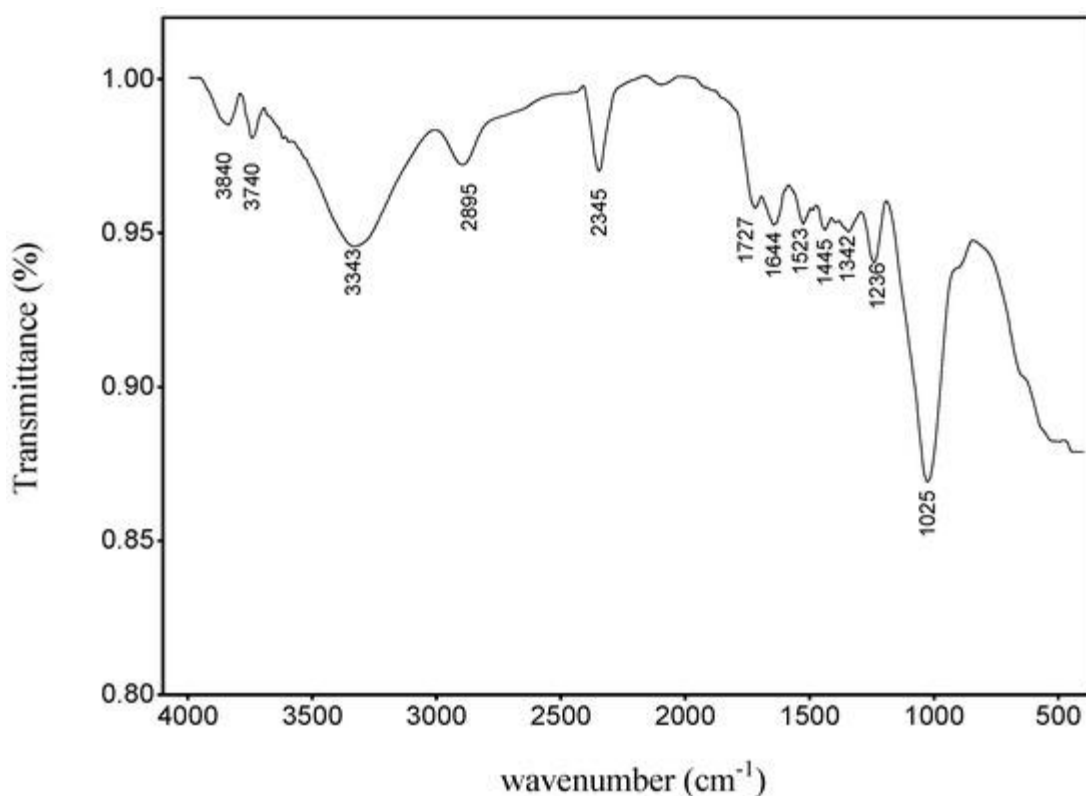


Figura 2.6 - FTIR da fibra periquiteira.

2.3.5. Análise de MEV

A morfologia da fibra de periquiteira, analisada por MEV, é mostrada na Figura 7. É possível observar nas Figuras 2.7a e 2.7b que a fibra de periquiteira é composta por vários feixes finos de fibrilas. Além disso, apresenta falhas e irregularidades ao longo do seu comprimento. Observa-se ainda, na Figura 7c, que a fibra possui uma superfície rugosa e a presença de porosidade, além dos feixes de fibrilas alinhados na direção do seu comprimento. Manimaran *et al.* [55] também observaram a presença de uma superfície rugosa, feixes alinhados e poros. A presença de poros pode afetar a resistência à tração, mas também pode contribuir para uma melhor adesão da fibra na matriz [53 , 59 , 60]. Este fator pode indicar boas propriedades mecânicas para compósitos poliméricos reforçados com fibra de periquiteira. Maache *et al.* [53] associaram a melhoria da ancoragem mecânica da

fibra de *Juncus effusus* na matriz à rugosidade superficial observada. As características morfológicas das fibras apresentadas na Figura 7 podem ser comparadas com as morfologias de diferentes FNLs já relatadas na literatura [49 , 53 , 55 , 56 , 57 , 58 , 59 , 60].

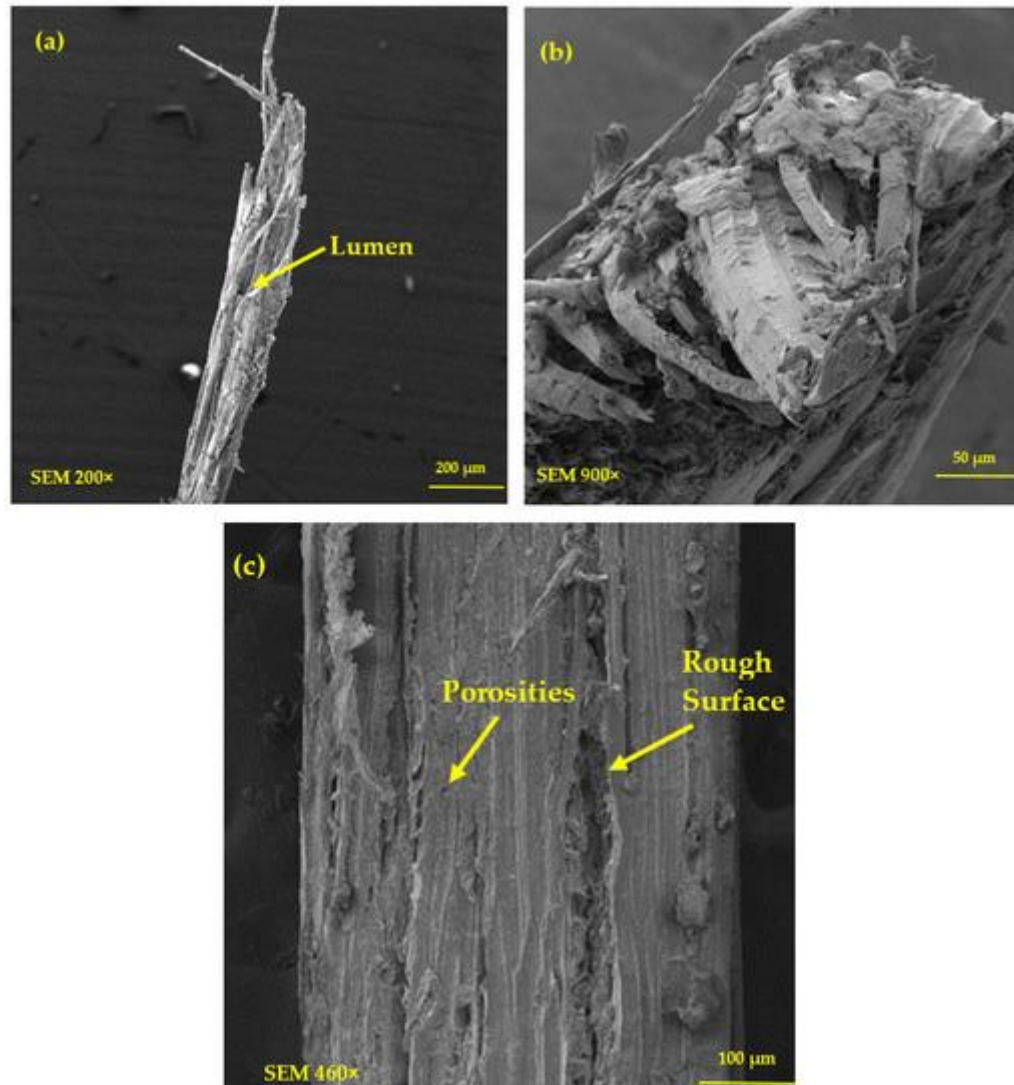


Figura 2.7 - Morfologia da superfície da fibra de periquiteira em MEV: (**a**) seção transversal da fibra com ampliação de 200×; (**b**) seção transversal da fibra com ampliação de 900×; (**c**) seção longitudinal.

2.3.6. Ensaio de Tração

A Figura 2.8 mostra o gráfico da resistência à tração em relação ao intervalo de diâmetro da fibra de periquiteira.

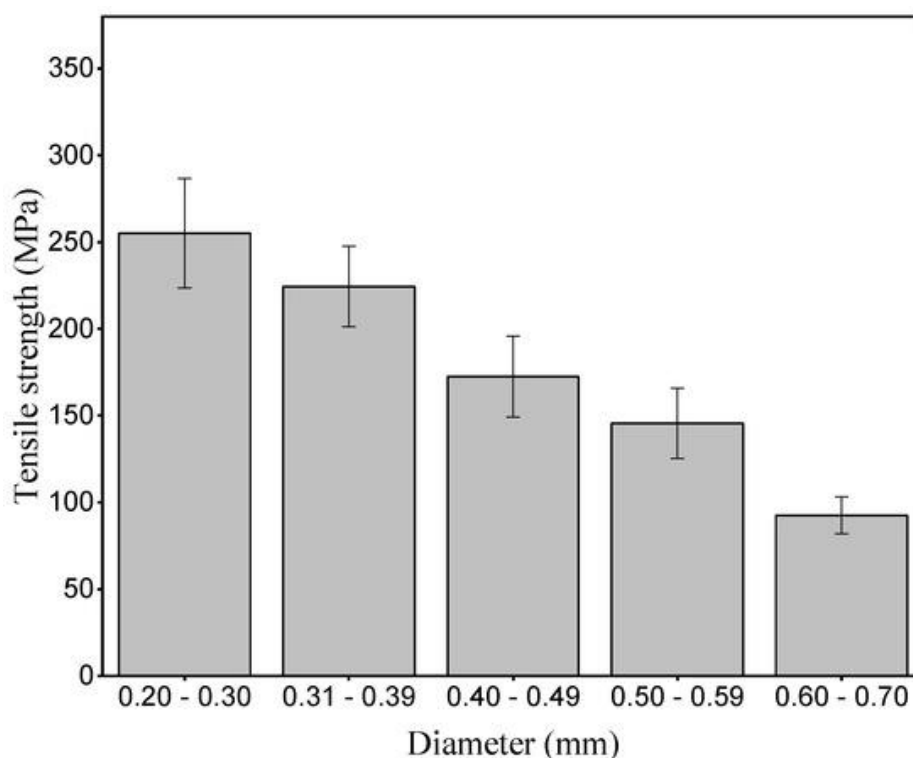


Figura 2.8 - Resistência à tração em relação ao intervalo de diâmetro da fibra de periqueira.

O valor médio encontrado para a resistência da fibra de periqueira foi de 178 MPa. Este valor é semelhante ao encontrado por da Silva *et al.* [45]. No entanto, é superior quando comparado à resistência de algumas fibras naturais de madeira que foram investigadas para possíveis aplicações em materiais compósitos [49 , 53 , 55 , 56 , 57 , 58 , 59]. É possível observar uma diminuição na resistência à tração com o aumento do intervalo de diâmetro, sugerindo que a resistência à tração das fibras é inversamente proporcional ao aumento do diâmetro fibrilar. Esta correlação pode contribuir para a seleção de fibras mais resistentes para a fabricação de compósitos de alto desempenho. Além disso, sugere-se que fibras mais finas podem ter maiores teores de celulose em detrimento das mais grossas, o que também pode explicar esta correlação inversamente proporcional entre resistência à tração e aumento do diâmetro fibrilar; entretanto, este fato ainda está em estudo. O valor médio encontrado para o menor intervalo de diâmetro foi de 255 MPa. Este padrão pode estar relacionado ao número de defeitos na estrutura da fibra, como observado nas micrografias da Figura 7 , e também no padrão de densidade da Figura 3b , em relação ao intervalo de diâmetro. Estudos indicam que fibras com diâmetros menores tendem a apresentar um padrão uniforme com microfibrilas mais compactas, menos espaços vazios e, conseqüentemente, maior resistência [25 , 34]. No entanto, em fibras mais espessas, há um maior número de defeitos e porosidade microestrutural, o que pode causar uma diminuição na resistência [61 , 62 , 63 , 64]. A resistência da fibra de periqueira pode

ser diretamente relacionada ao seu alto teor de celulose e ao baixo ângulo microfibrilar, uma vez que altos teores de celulose e maiores ângulos conferem maior resistência mecânica [34 , 55].

Marchi *et al.* [34], ao caracterizarem as fibras de ubim, encontraram valores de resistência à tração semelhantes aos relatados no presente estudo. Ribeiro *et al.* [35] encontraram valores de resistência à tração para juta e malva muito superiores aos da fibra de periquiteira. No entanto, a fibra estudada pode ser considerada mais leve como alternativa para reforço de compósitos de matriz polimérica. Além disso, o uso dessa nova fibra pode contribuir para o desenvolvimento de compósitos leves mais sustentáveis, visto que essa fibra apresenta menor densidade quando comparada a outras fibras naturais, como juta e malva [35], coco e banana [65].

A Figura 2.9 mostra o gráfico do módulo de Young aparente em relação ao intervalo de diâmetro das fibras da periquiteira.

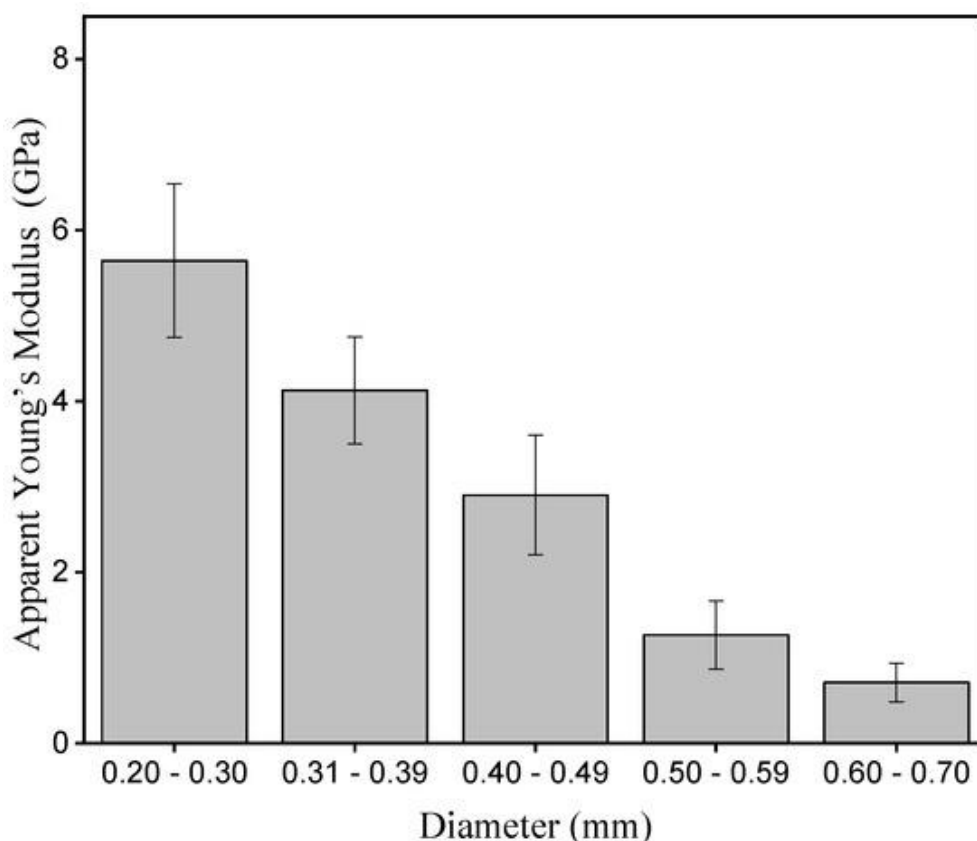


Figura 2.9 - Módulo de Young aparente em relação ao intervalo de diâmetro da fibra de periquiteira.

É possível observar que, com o aumento do diâmetro, há uma diminuição no valor médio do módulo de Young aparente. Esse fato indica que as fibras de periquiteira mais finas

apresentam maior rigidez do que as fibras mais grossas, sugerindo que as fibras de menor diâmetro possuem feixes de fibrilas mais compactos. A correlação inversa da rigidez com o diâmetro pode ser atribuída à microestrutura da fibra e também à ruptura aleatória das microfibrilas [66 , 67 , 68 , 69]. Comportamento semelhante foi observado por Zakikhani *et al.* [70] ao estudar as propriedades mecânicas de fibras de bambu.

A Figura 2.10 apresenta a deformação das fibras da periquiteira em relação ao intervalo de diâmetro.

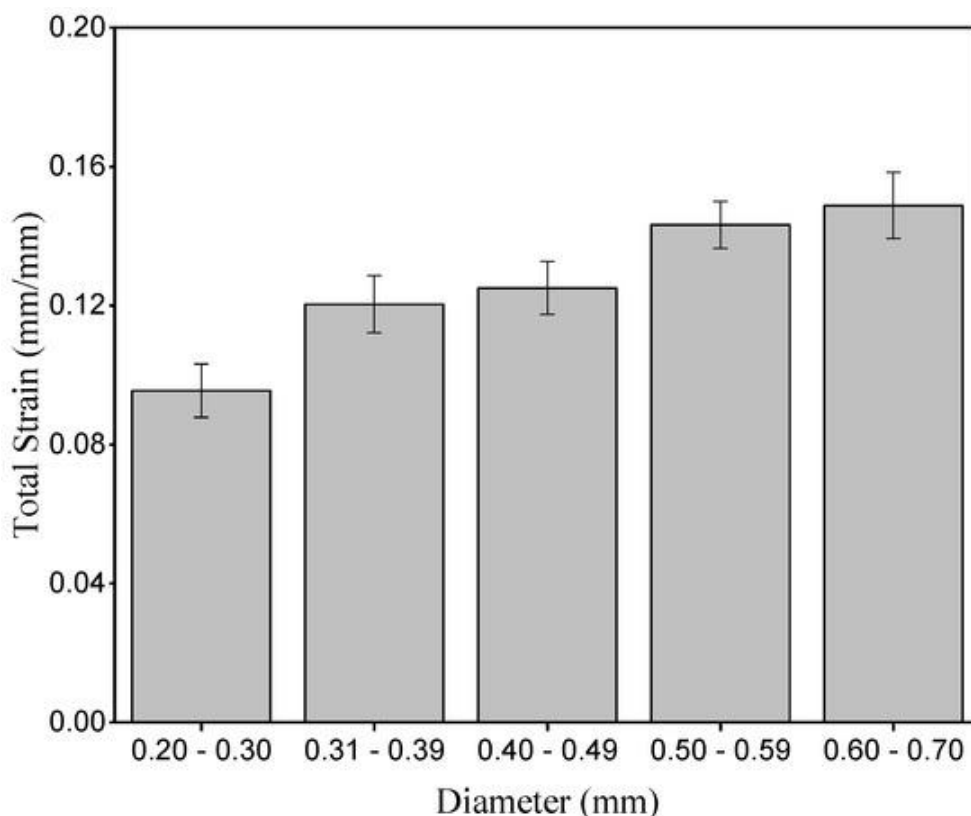


Figura 2.10 - Deformação em relação ao intervalo de diâmetro.

Observa-se que a fibra de periquiteira apresenta um aumento no valor médio de deformação para fibras com maior diâmetro, confirmando os resultados obtidos para o módulo de Young aparente mostrado na Figura 9. A maior quantidade de microfibrilas e menores teores de lignina [45] nas fibras de maior diâmetro podem contribuir para o aumento da deformação da fibra.

2.3.7. Análise Estatística

A análise estatística de variância (ANOVA) da caracterização mecânica é apresentada na Tabela 2.2 .

Tabela 2.2 - Análise de variância para caracterização mecânica em relação ao intervalo de diâmetro.

Resistência à tração (MPa)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (Calculado)	Valor p	F Crítico
Entre os grupos	164.850,8	4	41.212,7	7,920	$6,37 \times 10^{-5}$	2,579
Dentro do grupo	234.150,4	45	5203.342			
Total	399.001,2	49				
Módulo de Young aparente (GPa)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (calculado)	valor p	F crítico
Entre os grupos	164,845	4	41.211	10,888	$2,93 \times 10^{-6}$	2,579
Dentro do grupo	170,327	45	3,785			
Total	335,173	49				
Deformação total (mm/mm)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (calculado)	valor p	F crítico
Entre os grupos	0,017	4	0,004	6,898	$0,2 \times 10^{-3}$	2,579
Dentro do grupo	0,029	45	0,0006			
Total	0,047	49				

É possível observar que os valores de F calculados são superiores aos valores críticos de F para todas as propriedades. Assim, a hipótese de igualdade entre os valores médios das propriedades, para um nível de significância de 5%, é rejeitada. Com base nesses resultados, foi necessário realizar o teste de Tukey para avaliar se o aumento do diâmetro altera significativamente as propriedades mecânicas das fibras. Os resultados do teste de Tukey são apresentados na Tabela 2.3.

Tabela 2.3 - Diferenças entre os valores médios dos intervalos de diâmetro após a aplicação do teste de Tukey.

Resistência à tração (msd = 84,400)						Módulo de Young aparente (msd = 2,276)					Deformação total (dp = 0,030)				
	0,20 – 0,30	0,31 – 0,39	0,40 – 0,49	0,50 – 0,59	0,60 – 0,70	0,2 – 0,30	0,31 – 0,39	0,4 – 0,49	0,5 – 0,59	0,60 – 0,70	0,20 – 0,30	0,31 – 0,39	0,40 – 0,49	0,50 – 0,59	0,60 – 0,70
0,20 – 0,30	0	30,76	82,66	109,62	162,56	0	1,51	2,73	4,37	4,93	0	0,02	0,02	0,048	0,05
0,31 – 0,39	30,76	0	51,89	78,86	131,80	1,51	0	1,22	2,86	3,41	0,02	0	0,005	0,023	0,02
0,40 – 0,49	82,66	51,89	0	26,96	79,90	2,73	1,22	0	1,63	2,19	0,02	0,005	0	0,018	0,02
0,50 – 0,59	109,62	78,86	26,96	0	52,94	4,37	2,86	1,63	0	0,55	0,04	0,02	0,018	0	0,006
0,60 – 0,70	162,56	131,80	79,90	52,94	0	4,93	3,41	2,19	0,55	0	0,05	0,02	0,024	0,006	0

A diferença mínima significativa (DMS) é um valor que indica qual tratamento difere em seus valores médios. Quando o valor absoluto da diferença entre duas médias é igual ou maior que o valor da DMS, as médias são consideradas estatisticamente diferentes. Os valores de DMS obtidos para a resistência à tração, o módulo de Young aparente e a deformação total foram, respectivamente, 84,400, 2,276 e 0,030.

Assim, foi possível observar que o diâmetro influencia as propriedades mecânicas da fibra. Os intervalos de menor diâmetro apresentam, de fato, maiores resistências à tração e módulo de Young aparente. A deformação apresenta os menores valores nas fibras mais finas. Acredita-se também que exista uma correlação diretamente proporcional entre a densidade e a resistência à tração das fibras de periquiteira, sendo as fibras mais densas e resistentes quanto menor o diâmetro. Isso pode proporcionar a produção de compósitos com alto desempenho mecânico e, ainda assim, leves devido à densidade aparente média dessa fibra.

2.4. Conclusões

A caracterização das fibras de periquiteira extraídas do caule da planta, cientificamente conhecida como *Cochlospermum orinocense*, revelou que:

A densidade da fibra, medida pelo método geométrico, foi de 0,43 g/cm³, um dos valores mais baixos relatados até o momento para fibras lignocelulósicas naturais (FNLs). Além disso, apresentou uma tendência de diminuição com o aumento do diâmetro da fibra. A análise de difração de raios X (DRX) da fibra de periquiteira permitiu calcular o índice de

cristalinidade (70,4%) e o ângulo microfibrilar (7,32°), valores associados às boas propriedades mecânicas das fibras. A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) indicou a presença de diferentes grupos funcionais encontrados na celulose, hemicelulose, lignina e ceras, principais componentes das FNLs. A análise da morfologia da fibra revelou a presença de microfibrilas, defeitos e irregularidades microestruturais ao longo de seu comprimento, características morfológicas semelhantes às observadas em diferentes FNLs. A caracterização mecânica mostrou que os valores médios de resistência e módulo de Young aparente da fibra de periquiteira foram de 178 MPa e 2,92 GPa, respectivamente, indicando uma diminuição da resistência com o aumento do diâmetro da fibra. Além disso, constatou-se que a resistência da fibra de periquiteira está diretamente associada ao diâmetro fibrilar, demonstrando que os defeitos naturais e intrínsecos da fibra afetam diretamente sua resistência, sugerindo que fibras mais espessas apresentam maior número de defeitos e, portanto, são menos resistentes. O mesmo padrão foi observado nos valores de densidade, indicando que fibras com maior densidade, com menos defeitos em sua estrutura, apresentaram melhor resistência. O valor médio da resistência à tração, a baixa densidade fibrilar e os resultados térmicos revelam que as fibras de periquiteira, uma fibra natural de baixa densidade (FNB) promissora, têm potencial para serem utilizadas no reforço de compósitos poliméricos de baixa densidade, podendo ser aplicadas na construção civil e na indústria esportiva, substituindo compósitos reforçados com fibras sintéticas.

Contribuições dos autores

Conceitualização, investigação, metodologia, recursos, validação e visualização: MAP e MMR; investigação, metodologia: DLSR e DdCBN; análise formal, validação, visualização e obtenção de financiamento: SNM; validação, visualização e supervisão: ACRdS e MALdR; conceitualização, investigação, curadoria de dados, visualização, redação – rascunho original, redação – revisão e edição e validação: VSC. Todos os autores leram e concordaram com a versão publicada do manuscrito.

Financiamento

Esta pesquisa foi parcialmente financiada pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), número 400700/2021-2, Brasil, e pela Decania de Pesquisa e Pós-Graduação (Propesp) da Universidade Federal do Pará.

Agradecimentos

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes), Decanato de Pesquisa e Pós-Graduação (Propesp), Universidade Federal do Pará (UFPA).

Referências

1. Gu, Y.; Zhang, J. Propriedades de tração de tiras de rattan natural e sintético usadas como materiais de tecelagem de móveis. *Forests* **2020** , 11 , 1299.
2. Meliande, NM; Silveira, PHPMd; Monteiro, SN; Nascimento, LFC. Propriedades de tração de compósitos laminados híbridos de curauá-aramida para capacete balístico. *Polymers* **2022** , 14 , 2588.
3. Hasan, KMF; Horváth, PG; Alpár, T. Nanobiocompósitos poliméricos de fibra natural potencial: uma revisão. *Polímeros* **2020** , 12 , 1072.
4. Kerni, L.; Singh, S.; Patnaik, A.; Kumar, N. Uma revisão sobre compósitos reforçados com fibras naturais. *Mater. Today Proc.* **2020** , 28 , 1616–1621.
5. Yogesha, B.; Bhat, KS; Madhu, P.; Sanjay, MR; Gowda, TY; Senthamaraiannan, P. Compósitos de matriz polimérica e fibra natural: uma visão geral. *Cogent Eng.* **2018** , 5 , 1446667.
6. Li, M.; Pu, Y.; Thomas, VM; Yoo, CG; Ozcan, S.; Deng, Y.; Nelson, K.; Ragauskas, AJ. Avanços recentes em compósitos reforçados com fibras naturais de origem vegetal e suas aplicações. *Compos. Part B Eng.* **2020** , 200 , 108254.
7. Kumar, R.; Ul Haq, MI; Raina, A.; Anand, A. Aplicações industriais de compósitos de polímero reforçados com fibras naturais – desafios e oportunidades. *Int. J. Sustain. Eng.* **2019** , 12 , 212–220.
8. Keya, KN; Kona, NA; Koly, FA; Maraz, KM; Islam, MN; Khan, RA. Compósitos de polímero reforçados com fibra natural: história, tipos, vantagens e aplicações. *Mater. Eng. Res.* **2019** , 1 , 69–85.
9. Ferreira, FV; Pinheiro, IF; de Souza, SF; Mei, LH; Lona, LM. Compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais e nanocelulose na indústria automotiva: uma breve revisão. *J. Compos. Sci.* **2019** , 3 , 51.
10. Getu, D.; Nallamotheu, RB; Masresha, M.; Nallamotheu, SK; Nallamotheu, AK. Produção e caracterização de compósito híbrido reforçado com fibra de bambu e sisal para aplicação em carrocerias automotivas internas. *Mater. Today Proc.* **2021** , 38 , 2853–2860.
11. Aisyah, HA; Paridah, MT; Sapuan, SM; Ilyas, RA; Khalina, A.; Nurazzi, NM; Lee, SH; Lee, CH. Uma revisão abrangente sobre compósitos poliméricos de fibra natural tecida sustentáveis avançados. *Polymers* **2021** , 13 , 471.
12. Filho, EGO; Luz, FS; Fujiyama, RT; Silva, ACR; Candido, VS; Monteiro, SN. Efeito do tratamento químico e do comprimento da fibra de ráfia (*Raphia vinifera*) no endurecimento mecânico de compósitos de poliéster. *Polymers* **2020** , 12 , 2899.
13. Karimah, A.; Ridho, MR; Munawar, SS; Adi, DS; Damayanti, R.; Subiyanto, B.; Fatriasari, W.; Fudholi, A. Uma revisão sobre fibras naturais para o desenvolvimento de biocompósitos ecológicos: características e utilizações. *J. Mater. Res. Technol.* **2021** , 13 , 2442–2458.
14. Vigneshwaran, S.; Sundarakannan, R.; John, KM; Johnson, RDJ; Prasath, KA; Ajith, S.; Arumugaprabu, V.; Uthayakumar, M. Avanços recentes em compósitos de polímeros com fibras naturais: uma revisão abrangente. *J. Clean. Prod.* **2020** , 277 , 124109.
15. Zhang, Z.; Cai, S.; Li, Y.; Wang, Z.; Long, Y.; Yu, T.; Shen, Y. Alto desempenho de compósitos reforçados com fibras vegetais — Uma nova perspectiva a partir de microestruturas hierárquicas. *Compos. Sci. Technol.* **2020** , 194 , 108151.
16. da Luz, FS; Garcia Filho, FDC; Del-Rio, MTG; Nascimento, LFC; Pinheiro, WA; Monteiro, SN Compósitos poliméricos de fibra natural com incorporação de grafeno: Uma primeira visão geral. *Polímeros* **2020** , 12 , 1601.

17. Sanjay, MR; Siengchin, S.; Parameswaranpillai, J.; Jawaid, M.; Pruncu, CI; Khan, A. Uma revisão abrangente das técnicas para fibras naturais como reforço em compósitos: Preparação, processamento e caracterização. *Carbohydr. Polym.* **2019** , 207 , 108–121.
18. Negrão, AG; Pinto, EM; Silva, LBD Compósito de fibra de folha de abacaxi (*Ananas comosus*) para uso em ambiente construído. *Ambiente Construído* **2020** , 20 , 627–645.
19. Monteiro, SN; Margem, FM; Altoé, GR; Loiola, RL; Picanço Oliveira, M. Resistência à tração de compósitos de poliéster reforçados com fibras mais finas de buriti. *Matéria. Ciência. Fórum* **2014** , 805 , 466–471.
20. Jeyapragash, R.; Srinivasan, V.; Sathiyamurthy, S. Propriedades mecânicas de compósitos de epóxi reforçados com fibra natural/partículas — Uma revisão da literatura. *Mater. Today* **2020** , 22 , 1223–1227.
21. Jain, J.; Jain, S.; Sinha, S. Caracterização e análise cinética térmica de fibras de folhas de abacaxi e seu reforço em epóxi. *J. Elastomers Plast.* **2019** , 51 , 224–243.
22. Kumar, PSS; Allamraju, KV Uma revisão de compósitos de fibras naturais [Juta, Sisal, Kenaf]. *Mater. Today Proc.* **2019** , 18 , 2556–2562.
23. Maciel, NDOR; Ferreira, JB; da Silva Vieira, J.; Ribeiro, CGD; Lopes, FPD; Margem, FM; da Silva, LC Análise comparativa da resistência à tração entre compósitos epóxi reforçados com fibra de curauá e fibra de vidro. *J. Mater. Res. Tecnologia.* **2018** , 7 , 561–565.
24. de Assis, FS; Pereira, AC; da Costa Garcia Filho, F.; Lima, EP, Jr.; Monteiro, SN; Weber, RP. Desempenho de compósito de matriz de poliéster reforçado com manta não tecida de juta em blindagem multicamadas. *J. Mater. Res. Technol.* **2018** , 7 , 535–540.
25. Reis, RHM; Nunes, L. F.; Oliveira, MS; de Veiga Júnior, VF; Garcia Filho, FDC; Pinheiro, MA; Monteiro, SN Fibra Guaruman: Outro possível reforço em compósitos. *J. Mater. Res. Tecnologia.* **2020** , 9 , 622–628.
26. Reis, RHM; Candido, VS; Nunes, LF; Monteiro, SN. Caracterização química e morfológica da fibra de guaruman. Em *Engenharia de Materiais Verdes* ; Springer: Cham, Suíça, 2019; pp. 107–113.
27. de Moraes, YM; Ribeiro, CGD; Ferreira, CL; Lima, ES; Margem, JI; Nascimento, LFC; Monteiro, SN Comportamento mecânico de compósitos com matriz de poliéster reforçados com tecido de malva. *J. Mater. Res. Tecnologia.* **2018** , 7 , 515–519.
28. Souza, AT; Neuba, LM; Júnio, RFP; Carvalho, MT; Cândido, VS; Figueiredo, ABS; Monteiro, SN; Nascimento, LFC; da Silva, ACR Propriedades Balísticas e Resistência ao Impacto Izod de Novos Compósitos Epóxi Reforçados com Fibra Caranan (*Mauritiella armata*). *Polímeros* **2022** , 14 , 3348.
29. Teixeira, LA; Vilson Dalla Junior, L.; Luz, SM Tratamento químico de fibras de curauá e seu efeito no desempenho mecânico de compósitos fibra/poliéster. *Plast. Rubber Compos.* **2021** , 50 , 189–199.
30. da Cruz, DLC; Nascimento, LFC; Monteiro, SN; Costa, UO; da Costa Garcia Filho, F.; da Luz, FS; Braga, FO Caracterização térmica e estrutural de fibras de buriti e sua relevância em compósitos reforçados com tecido. *J. Mater. Res. Tecnologia.* **2020** , 9 , 115–123.
31. Reis, RH; Garcia Filho, FC; Nunes, LF; Candido, VS; Silva, AC; Monteiro, SN. Resistência ao impacto de compósitos epóxi reforçados com fibra de guaruman da Amazônia: um breve relatório. *Polymers* **2021** , 13 , 2264.

32. Luz, FSD; Monteiro, SN; Tommasini, FJ Avaliação das propriedades mecânicas dinâmicas de compósitos de epóxi reforçados com PALF e fibra de coco. *Mater. Res.* **2018** , 21 , 1–5.
33. Pennas, LGDA; Leonardi, B.; Das Neves, P.; Coelho, LS; Junior, HS; Baruque-Ramos, J. Caracterização da fibra da folha de tucum amazônico (*Astrocaryum chambira* Burret) e do fio artesanal. *SN Appl. Sci.* **2020** , 2 , 228.
34. Marchi, BZ; Oliveira, MS; Bezerra, WBA; de Sousa, TG; Cândido, VS; da Silva, ACR; Monteiro, SN Fibra Ubim (*Geonoma baculífera*): Uma Fibra Natural da Amazônia Brasileira Menos Conhecida para Aplicações em Engenharia. *Sustentabilidade* **2022** , 14 , 421.
35. Ribeiro, MM; Pinheiro, MA; Rodrigues, JdS; Ramos, RPB; Corrêa, AdC; Monteiro, SN; da Silva, ACR; Candido, VS. Comparação do módulo de Young de compósitos de poliéster reforçados com fibras lignocelulósicas contínuas e alinhadas de juta e malva, determinado experimentalmente e por modelos de predição teórica. *Polymers* **2022** , 14 , 401.
36. Pinheiro, MA; Gomes, LG; da Silva, ACR; Cândido, VS; Reis, RHM; Monteiro, S. N Guaruman: Uma fibra natural amazônica com potencial para reforço de compósitos poliméricos. *Matéria. Res.* **2019** , 22 , 1–8.
37. De Carvalho, JPR; Lopes, FPD; Simonassi, NT; Neves, ACC; de Carvalho, EA; Monteiro, SN; Vieira, CMF. Análise metodológica de compósitos de resina de poliuretano verde reforçados com tecido de juta. *Case Stud. Constr. Mater.* **2022** , 17 , e01512.
38. Júnio, RFP; de Mendonça, LN; Souza, AT; Pereira, AC; Nascimento, LFC; Monteiro, SN Caracterização termoquímica e estrutural de promissoras novas fibras foliares de carnaúba (*Copernicia prunifera*). *J. Mater. Res. Tecnologia.* **2022** , 18 , 4714–4723.
39. da Cunha, JdSC; Nascimento, LFC; da Luz, FS; Monteiro, SN; Lemos, M. F.; da Silva, CG; Simonassi, NT Caracterização Física e Mecânica de Compósitos de Matriz Epóxi Incorporados em Videira Titica (*Heteropsis flexuosa*). *Polímeros* **2021** , 13 , 4079.
40. Ding, L.; Han, X.; Cao, L.; Chen, Y.; Ling, Z.; Han, J.; He, S.; Jiang, S. Caracterização da fibra natural do rattan manau (*Calamus manan*) como um potencial reforço para compósitos à base de polímeros. *J. Bioresour. Bioprod.* **2022** , 7 , 190–200.
41. Kumar, R.; Sivaganesan, S.; Senthamaraikannan, P.; Saravanakumar, SS; Khan, A.; Ajith Arul Daniel, S.; Loganathan, L. Caracterização de uma nova fibra celulósica da casca da planta *Acacia nilotica* L. *J. Nat. Fibers* **2022** , 19 , 199–208.
42. Vinod, A.; Vijay, R.; Singaravelu, DL; Sanjay, MR; Siengchin, S.; Yagnaraj, Y.; Khan, S. Extração e caracterização de fibra natural do caule de *Cardiospermum halicababum* . *J. Nat. Fibers* **2021** , 18 , 898–908.
43. Antar, GM Bixaceae em Flora e Fungos do Brasil. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível online: <https://floradobrasil.jbrj.gov.br/FB22270> (acessado em 13 de dezembro de 2022).
44. Scopus. Disponível online: www.scopus.com/term/analyzer.uri (acessado em 13 de dezembro de 2022).
45. da Silva, RNA; de Macedo neto, JC; Kimura, SPR Fibra natural para reforço em matriz polimérica. *Indep. J. Gerente. Prod.* **2022** , 13 , 154–167.
46. Segal, LEA Um método empírico para estimar o grau de cristalinidade da celulose nativa usando o difratômetro de raios X. *Text. Res. J.* **1959** , 29 , 786–794.

47. Cave, ID. Medição por raios X do ângulo da microfibrila. *For. Prod. J.* **1966** , 16 , 37–42.
48. ASTM C1557-20 ; Método de Ensaio Padrão para Resistência à Tração e Módulo de Young de Fibras. ASTM International: West Conshohocken, PA, EUA, 2017.
49. Moshi, AAM; Ravindran, D.; Bharathi, SRS; Indran, S.; Divya, D. Caracterização da fibra celulósica natural extraída do caule da planta florida *Grewia damine*. *Int. J. Biol. Macromol.* **2020** , 164 , 1246–1255.
50. Monteiro, SN; Calado, V.; Rodriguez, RJS; Margem, FM. Comportamento termogravimétrico de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais: uma visão geral. *Mater. Sci. Eng. A* **2012** , 557 , 17–28.
51. Dorez, G.; Taguet, A.; Ferry, L.; Lopez-Cuesta, J. Comportamento térmico e de combustão de biocompósitos de fibras naturais/PBS. *Polym. Degrad. Stab.* **2013** , 98 , 87–95.
52. Asim, M.; Paridah, MT; Chandrasekar, M.; Shahroze, RM; Jawaid, M.; Nasir, M.; Siakeng, R. Estabilidade térmica de fibras naturais e seus compósitos poliméricos. *Iran. Polym. J.* **2020** , 29 , 625–648.
53. Maache, M.; Bezazi, A.; Amroune, S.; Scarpa, F.; Dufresne, A. Caracterização de uma nova fibra celulósica natural de *Juncus effusus* L. *Carbohydr. Polim.* **2017** , 171 , 163–172.
54. Cunha, JSC; Oliveira Neto, HE; Giacon, VM; Manzato, L.; Silva, CG Estudo das propriedades mecânicas e térmicas de fibras da Amazônia em biocompósitos poliméricos: Malva e Tucum. *Fibers Polym.* **2021** , 22 , 3203–3211.
55. Manimaran, P.; Senthamarai kannan, P.; Sanjay, MR; Marichelvam, MK; Jawaid, M. Estudo sobre a caracterização de *Furcraea foetida*, uma nova fibra natural, como reforço de compósitos para aplicações leves. *Carbohydr. Polym.* **2018** , 181 , 650–658.
56. Hyness, NRJ; Vignesh, NJ; Senthamarai kannan, P.; Saravanakumar, SS; Sanjay, MR. Caracterização de uma nova fibra celulósica natural da planta *Heteropogon contortus*. *J. Nat. Fibers* **2018** , 15 , 146–153.
57. Raja, S.; Rajesh, R.; Indran, S.; Divya, D.; Suganya Priyadharshini, G. Caracterização de uma nova fibra de caule de *Cymbopogon flexuosus* descartada industrialmente: um potencial substituto para fibra sintética. *J. Ind. Text.* **2021** , 51 , 1207S–1234S.
58. Vijay, R.; Singaravelu, DL; Vinod, A.; Raj, IFP; Sanjay, MR; Siengchin, S. Caracterização de uma nova fibra natural da grama *Saccharum bengalense* (Sarkanda). *J. Nat. Fibers* **2019** , 12 , 1739–1747.
59. Khan, A.; Vijay, R.; Singaravelu, DL; Sanjay, MR; Siengchin, S.; Verpoort, F.; Asiri, AM. Extração e caracterização de fibra natural da grama *Eleusine indica* como reforço de compósitos poliméricos sustentáveis reforçados com fibra. *J. Nat. Fibers* **2021** , 18 , 1742–1750.
60. Senthamarai kannan, P.; Kathiresan, M. Caracterização de nova fibra celulósica natural bruta e tratada com álcali de *Coccinia grandis* L. *Carbohydr. Polym.* **2018** , 186 , 332–343.
61. Yoganandam, K.; Ganeshan, P.; Nagaraja Ganesh, B.; Raja, K. Estudos de caracterização de fibras de *Calotropis procera* e seu desempenho como reforços em matriz epóxi. *J. Nat. Fibers* **2019** , 12 , 1706–1718.
62. Ferreira, DCDON; Ferreira, ADS; Monteiro, SN Análise Weibull de fibras de piaçava testadas à tração com diferentes diâmetros. *Matéria* **2018** , 23 , e-12254.

63. Monteiro, SN; Margem, FM; de Oliveira Braga, F.; da Luz, FS; Simonassi, NT. Análise de Weibull da dependência da resistência à tração com o diâmetro da fibra do bambu gigante. *J. Mater. Res. Technol.* **2017** , 6 , 317–322.
64. Candido, VS; Oliveira, MP; de Almeida Gouvêa, R.; Martins, ALBS; Monteiro, SN. Caracterização da dependência da resistência à tração com o diâmetro das fibras da cabaça por análise estatística de Weibull. *Mater. Sci. Forum* **2014** , 775 , 86–91.
65. Dittenber, BD; GangaRao, HVS. Revisão crítica de publicações recentes sobre o uso de compósitos naturais em infraestrutura. *Compos. Part A* **2012** , 43 , 1419–1429.
66. Teles, MCA; Glória, GO; Altoé, GR; Amoy Netto, P.; Margem, FM; Braga, FO; Monteiro, SN. Avaliação da influência do diâmetro na resistência à tração de fibras de folhas de abacaxi (PALF) pelo método de Weibull. *Mater. Res.* **2015** , 18 , 185–192.
67. Barbosa, ADP; Muylaert, FM; Monteiro, SN; Oliveira, CG; Tonini Simonassi, N. Efeito do diâmetro equivalente da fibra no módulo de elasticidade das fibras de eucalipto. *Mater. Sci. Forum* **2016** , 869 , 396–401.
68. Teles, MCA; Altoé, GR; Amoy Netto, P.; Colorado, H.; Margem, FM; Monteiro, SN. Dependência do módulo de elasticidade à tração da fibra Figue com o diâmetro usando a análise estatística de Weibull. *Mater. Res.* **2015** , 18 , 193–199.
69. Monteiro, SN; Lopes, FPD; Ferreira, AS. Análise de Weibull para a dependência do diâmetro do módulo de elasticidade das fibras de curauá. *Matéria* **2013** , 18 , 46–54.
70. Zakikhani, P.; Zahari, R.; Mohamed, THS; Majid, DL. Propriedades morfológicas, mecânicas e físicas de quatro espécies de bambu. *BioResources* **2017** , 12 , 2479–2495.

ARTIGO 2: CARACTERIZAÇÃO DE FIBRAS DE ENVIRA ENDÊMICAS DA FLORESTA AMAZÔNICA E SEU POTENCIAL PARA REFORÇO EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS.

Fibras lignocelulósicas naturais (FNLs) têm sido utilizadas como reforço em compósitos de matriz polimérica, substituindo fibras sintéticas. Neste trabalho, uma FNL pouco conhecida, endêmica da região amazônica, a fibra envira (*Bocageopsis multiflora*), foi analisada quanto às suas características físicas, termoquímicas, morfológicas e mecânicas básicas. Além disso, compósitos de matriz epóxi com 10, 20, 30 e 40% em volume de fibras de envira contínuas e alinhadas foram avaliados por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e ensaios de tração. Os resultados foram comparados estatisticamente por ANOVA e teste de Tukey. A densidade encontrada para a fibra envira foi de $0,23 \text{ g/cm}^3$. O índice de cristalinidade e o ângulo microfibrilar obtidos foram de 69,5% e $7,07^\circ$, respectivamente. A estabilidade térmica da fibra foi observada até aproximadamente 210°C . A FTIR confirmou a presença de grupos funcionais característicos de FNLs. A análise morfológica por MEV revelou que a fibra de envira apresentava feixes finos de fibrilas e uma superfície rugosa ao longo de seu comprimento. O valor médio da resistência da fibra de envira foi de 62 MPa. A análise por FTIR dos compósitos confirmou a presença dos principais constituintes da resina epóxi e das fibras de nanofibras (FNLs). Os resultados de resistência à tração indicaram que a adição de fibra de envira aumentou a resistência dos compósitos em até 40% em volume. A análise da região de fratura revelou características de fragilidade. Esses resultados indicam que as fibras de envira apresentam potencial como reforço para compósitos de matriz polimérica e podem ser utilizadas em aplicações de engenharia, devido à sua leveza e baixo custo.

Palavras-chave: fibra Envira ; compósitos de fibra natural ; caracterização



Resumo gráfico

3.1. Introdução

Com os avanços tecnológicos e industriais, tornou-se cada vez mais necessário desenvolver materiais de engenharia que apresentem propriedades mecânicas aprimoradas, como alta resistência e rigidez, combinadas com facilidade de processamento e baixo peso [1 , 2 , 3 , 4 , 5]. Os compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras são exemplos de materiais com essa combinação. Os compósitos reforçados mais comumente utilizados são produzidos com fibras sintéticas. Esses compósitos são atualmente utilizados nas indústrias aeroespacial, de defesa, automotiva, esportiva e de energia eólica [4 , 5 , 6 , 7 , 8 , 9 , 10]. No entanto, os compósitos feitos com fibras sintéticas são relativamente caros, pesados, difíceis de fabricar, exigem grande quantidade de energia para serem produzidos e têm um impacto negativo na saúde humana e no meio ambiente [9 , 10 , 11 , 12 , 13 , 14 , 15 , 16].

A busca por materiais leves, especialmente no setor automotivo, tem sido impulsionada há muito tempo pela procura por maior eficiência de combustível e redução das emissões de gases de efeito estufa [15 , 16 , 17]. Além disso, a preocupação com o meio ambiente tem crescido constantemente nas últimas décadas. Isso levou a comunidade científica a estudar possíveis materiais que poderiam substituir seus equivalentes sintéticos [16 , 17 , 18 , 19 , 20 , 21 , 22]. Uma maneira promissora de substituir ou reduzir o uso de materiais sintéticos é considerar reforços naturais na produção de compósitos. As fibras naturais, especialmente as fibras de origem vegetal, também conhecidas como fibras naturais lignocelulósicas (FNLs), têm sido cada vez mais investigadas como possíveis reforços em materiais compósitos [10 , 11 , 12 , 13 , 14 , 15 , 16 , 17 , 18 , 19 , 20 , 21 , 22 , 23 , 24 , 25].

Materiais compósitos com reforço de fibras naturais têm despertado interesse mundial devido à demanda por materiais ecologicamente corretos, aliada à viabilidade tecnológica e econômica [26 , 27 , 28 , 29]. Esses materiais são leves e oferecem maior resistência a um custo razoável em comparação com outros compósitos [6 , 9 , 18]. A redução da abrasividade facilita o processamento das fibras naturais e aumenta sua reciclabilidade [17 , 18 , 21]. Embora os compósitos de fibras sintéticas apresentem maior resistência específica do que os compósitos de fibras naturais, a abundância, o baixo custo e a baixa densidade são fatores que influenciam significativamente a produção desses materiais [23 , 24 , 25]. A combinação dessas características posiciona os compósitos reforçados com fibras naturais como uma opção atraente para aplicações em diversos setores, como a

indústria automotiva, onde a demanda por materiais sustentáveis e de alto desempenho é fundamental [17].

Fibras naturais de diversas espécies têm sido investigadas mundialmente para uso como reforço em compósitos. Mencionando apenas alguns exemplos recentes de compósitos epóxi, Helaili *et al.* [30] estudaram as propriedades mecânicas de compósitos de fibras naturais alfa em epóxi; com fibras curtas e orientadas aleatoriamente, foi identificado um aumento no módulo e na resistência à tração. Belouadah *et al.* [31] produziram um compósito à base de resina epóxi reforçado com fibras de *Lygeum spartum* ; observou-se uma melhoria nas propriedades mecânicas de tração e flexão em comparação com a resina epóxi pura, bem como boa adesão fibra-matriz. Rekha *et al.* [32] avaliaram as características macroscópicas da superfície do compósito de matriz polimérica epóxi reforçado com fibra de bambu; os resultados indicaram que os dois fatores que mais influenciam as propriedades mecânicas são o comprimento e o teor ideal de fibras. Maguteeswaran *et al.* [33] estudaram o efeito do tratamento alcalino na fibra extraída do caule da *acácia Lakaran* em uma matriz epóxi. Observou-se que o tratamento melhorou as propriedades mecânicas de tração, flexão e impacto, aprimorando a adesão entre a fibra e a matriz epóxi, o que resultou em propriedades mecânicas superiores no compósito fabricado. Fibras de algodão em epóxi [34] foram avaliadas quanto às suas propriedades mecânicas, de desgaste e térmicas. Os autores observaram que o compósito apresentou boa resistência, com um valor de 52 MPa, tornando-o adequado para aplicações que exigem propriedades mecânicas robustas. Owen *et al.* [35] produziram e caracterizaram mecanicamente compósitos de fibra de aguapé em epóxi; os autores observaram uma forte adesão interfacial fibra/matriz entre as fibras tratadas e a matriz epóxi, demonstrando que as fibras de aguapé têm potencial como material alternativo para substituir fibras sintéticas em aplicações de compósitos. Estudos com fibra de *Tectona grandis* [36] mostraram que o reforço com fibra causou uma melhora significativa no aspecto mecânico do compósito. De acordo com os autores, esses resultados indicam que o material produzido representa um substituto viável para reforços sintéticos.

A floresta amazônica possui a maior biodiversidade do planeta, abrigando uma grande variedade de espécies vegetais, sendo a maior floresta preservada do mundo e abrigando um vasto número de espécies de fibras naturais que têm potencial para serem utilizadas como reforço em matrizes poliméricas [25 , 26 , 27]. Oliveira *et al.* [25] estudaram a fibra de tucum (*Astrocaryum vulgare*) e concluíram que os compósitos podem ser aplicados como substitutos dos compósitos convencionais reforçados com fibras sintéticas, particularmente

em blindagem multicamadas para proteção corporal. Marchi *et al.* [26] estudaram as características da fibra de ubim (*Geonoma baculifera*) e concluíram que, devido à sua baixa densidade, aproximadamente $0,73 \text{ g/cm}^3$, seu uso como agente de reforço em matrizes poliméricas possibilita a produção de compósitos mais leves com aplicações na construção civil. Um estudo sobre a incorporação de fibras de caranan (*Mauritiella armata*) como reforço em compósitos de matriz epóxi mostrou que a fibra de caranan aumenta significativamente a resistência à tração dos compósitos e pode substituir as fibras de vidro [27]. Maciel *et al.* [37] realizaram um estudo comparativo de compósitos reforçados com fibras de curauá (*Ananas erectifolius*) e de vidro, concluindo que, do ponto de vista da resistência mecânica, as fibras de curauá podem substituir as fibras de vidro. Além disso, os compósitos com fibra de curauá podem apresentar uma redução de peso de até 15% quando comparados a materiais reforçados com fibras de vidro. Os autores indicaram que os compósitos podem ser utilizados em equipamentos esportivos, reduzindo tanto o peso quanto o custo do material produzido. Fibras de malva (*Urena lobata*) e tucum foram estudadas como reforços para biomatrizes poliméricas [38]. Os resultados indicaram que os compósitos preparados com alto teor de fibras lignocelulósicas apresentaram desempenho promissor nos ensaios mecânicos aplicados, com excelente potencial para substituir materiais de engenharia. Estudos realizados com fibra de buriti (*Mauritia flexuosa*) [39] indicaram um valor de 58% para o teor de celulose, demonstrando que essa fibra possui boa rigidez e resistência. Lopes Jr. *et al.* [40] caracterizaram fibras naturais extraídas do caule da aninga (*Montrichardia linifera*) e desenvolveram uma folha polimérica unidirecional com matriz epóxi. Os resultados observados garantem que a fibra de aninga seja considerada de alto desempenho ($>200 \text{ MPa}$) e possa ser utilizada em componentes internos de automóveis.

Devido à sua grande diversidade de plantas, a Floresta Amazônica possui um grande número de fibras naturais ainda pouco investigadas [25 , 39]. Este é o caso da fibra extraída da planta popularmente conhecida como envira (*Bocageopsis multiflora*), comum na região, encontrada principalmente nos estados do Amazonas, Pará e Amapá, no Brasil. Do caule desta planta, as fibras são extraídas e utilizadas por tribos indígenas, bem como por pequenas comunidades rurais, para a fabricação de cordas para amarrar cabanas e casas de palha e para envolver talos de mandioca, gerando emprego e renda para essas comunidades [41]. Esses usos indicam que a fibra de envira pode apresentar boas propriedades mecânicas, bem como potencial para reforço de compósitos poliméricos. Embora os usos tradicionais da envira demonstrem propriedades promissoras, não foram encontrados

estudos que apresentem suas propriedades mecânicas e possível aplicação como reforço em compósitos poliméricos. Pela primeira vez, é realizada uma investigação abrangente sobre a microestrutura, estabilidade térmica e comportamento mecânico das fibras de envira. Além disso, a interação entre a fibra Envira e a matriz epóxi em compósitos, bem como seu potencial de reforço, foram investigados. Especificamente, o objetivo deste trabalho foi investigar a fibra Envira em relação à sua densidade, comportamento termogravimétrico, morfologia e propriedades mecânicas, além de avaliar as propriedades de tração e flexão de compósitos de matriz epóxi incorporados com fibra Envira.

3.2. Materiais e Métodos

3.2.1. Materiais

A resina epóxi de éter diglicidílico de bisfenol-A (DGEBA) e o endurecedor trietilenotetramina (TETA), utilizados na proporção de 2 partes de resina para 1 parte de endurecedor, foram usados como matriz para o compósito, fornecidos comercialmente pela Epoxy Fiber (São Paulo, Brasil).

As fibras de envira (*B. multiflora*) utilizadas nesta pesquisa foram adquiridas no comércio local da cidade de Moju, Pará, Brasil (01°53'10" S e 48°46'00" O). As fibras foram extraídas da casca da árvore de envira, manualmente, sem causar danos ou a morte da planta. Em seguida, as fibras foram lavadas, secas em estufa, separadas manualmente em filamentos e cortadas em comprimentos de 300 mm. A Figura 3.1 mostra a planta de envira (a), o caule (b) e a casca (c).

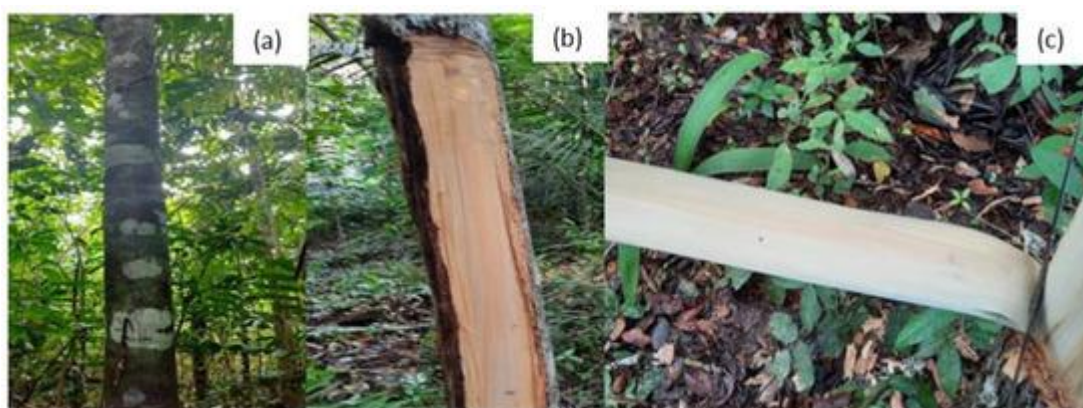


Figura 3.1 - A envira: planta Envira (a), caule (b) e planta com casca (c).

3.2.2. Caracterização das Fibras

3.2.2.1. Caracterização Dimensional

O diâmetro médio foi medido utilizando um microscópio óptico Even, modelo MDA 1300 (Future Win Joe, Xiasha, Hangzhou, China). Cada fibra foi medida em cinco pontos diferentes, equidistantes entre si, e então girada 90° para uma nova leitura nos mesmos cinco pontos anteriores. O comprimento de cada fibra foi medido com um paquímetro com precisão de 0,01 mm, e sua massa foi pesada em uma balança eletrônica YMC, modelo Chyo JK-200 (Quioto, Japão), com precisão de 0,0001 g. Para calcular o volume (V_m), considerou-se que a fibra possuía uma geometria cilíndrica perfeita, utilizando:

$$V_m = \frac{\pi d^2 l}{4} \quad (1)$$

onde V_m é o volume médio, d é o diâmetro e l é o comprimento.

A partir dos valores de volume médio e massa (m), foi possível calcular a densidade (ρ) utilizando:

$$\rho = \frac{m}{V_m} \quad (2)$$

3.2.2.2. Difração de raios X (DRX)

A difração de raios X (DRX) foi realizada em um sistema de difração de raios X para pó da Proto Manufacturing: gerador de 30 kV e 2 mA, radiação Cu-K α 1, passo angular de 0,0149°, intervalo de tempo de 0,5 s, varredura de 47 min e 2θ variando de 5° a 60°. O cálculo do índice de cristalinidade (IC) seguiu o método descrito por Segal et al. [42], utilizando a intensidade máxima dos picos (1 0 1) e (0 0 2) associados às fases amorfa e cristalina da fibra. Os valores de IC foram determinados utilizando a Equação (3), onde I_1 é a intensidade do mínimo (região amorfa) e I_2 é a intensidade do máximo de difração (região cristalina).

$$IC = \left(1 - \frac{I_1}{I_2}\right) * 100 \quad (3)$$

O ângulo da microfibrila (AMF) foi determinado a partir do pico da celulose cristalina (0 0 2), de acordo com a metodologia descrita por Cave [43]. Com base na análise de DRX, o valor do AMF é obtido a partir da relação entre a curva gaussiana e as curvas de derivadas

de primeira e segunda ordem. A partir dessa análise, o parâmetro “T” é obtido e aplicado à equação polinomial:

$$\text{MFA} = - 12,19 * T^3 + 113,67 * T^2 - 348,40 * T + 358,09 \quad (4)$$

3.2.3. Análise Termogravimétrica (TG)

A análise termogravimétrica (TG) foi realizada em um analisador térmico simultâneo, modelo STA 449 F3 Jupiter da NETZSCH (Berlim, Alemanha), sob atmosfera de nitrogênio com vazão de 50 mL/min, taxa de aquecimento de 10 °C/min e faixa de temperatura de 20 a 500 °C.

3.2.4. Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Os espectros de infravermelho das amostras de fibra e dos compósitos foram obtidos por reflectância total atenuada (ATR). A análise FTIR foi realizada utilizando um equipamento Bruker modelo Vertex 70v (Billerica, MA, EUA), na faixa do infravermelho médio ($4000 \text{ cm}^{-1} - 400 \text{ cm}^{-1}$).

3.2.5. Caracterização Mecânica da Fibra

Cem fibras Envira foram submetidas a ensaios de tração individuais após serem fixadas a um papel de 90 m/g² utilizando adesivo epóxi. Cada ensaio de tração das fibras foi realizado de acordo com o método padrão ASTM C1557 [44], à temperatura ambiente (TA), utilizando uma máquina de ensaios universal Intermetric-iM50 (São Paulo, Brasil), com uma célula de carga de 5 kN e velocidade de 0,5 mm/min para todos os ensaios de tração. A seção transversal das fibras foi considerada circular, e suas áreas transversais foram utilizadas para calcular a resistência à tração. Além disso, a propriedade de deformação foi calculada a partir dos dados de carga-deslocamento, e o módulo de Young foi baseado na inclinação da curva tensão-deformação na região elástica.

3.2.6. Preparação e Caracterização Mecânica de Compósitos

Compósitos de matriz epóxi para ensaios de tração e flexão foram produzidos com base nos métodos padrão ASTM D 638 [45] e ASTM D 790 [46]. Proporções de 10, 20, 30 e 40% em volume de fibra Envira foram utilizadas na produção. Os compósitos foram produzidos por laminação manual em um molde de silicone. Primeiramente, a resina epóxi foi adicionada ao molde, seguida pelas fibras. Após a adição da quantidade exata de fibras, o molde foi completamente preenchido com resina. Os corpos de prova permaneceram no

molde por 24 horas, após o que foram removidos e lixados. A Tabela 3.1 apresenta a nomenclatura dos diferentes compósitos.

Tabela 3.1 - Classificação e nomenclatura de materiais compósitos.

Matérias-primas	Composições				
	E0E	E10E	E20E	E30E	E40E
Fibra (%)	0	10	20	30	40
Resina (%)	100	90	80	70	60
Número de amostras	8	8	8	8	8

Os ensaios de tração dos compósitos foram realizados à temperatura ambiente, de acordo com a norma ASTM D 638 [45], utilizando uma máquina de ensaios universal Intermetric-iM50 (São Paulo, Brasil), com uma célula de carga de 5 kN. A velocidade da travessa foi definida em 2 mm/min para todos os ensaios de tração. Para calcular a deformação e o módulo de Young dos compósitos, foi utilizado o mesmo método de cálculo empregado para as fibras.

Os ensaios de flexão foram realizados à temperatura ambiente utilizando um dispositivo de flexão de três pontos de acordo com a norma ASTM D790 [46]. Os corpos de prova para cada condição foram testados utilizando uma máquina universal Intermetric-iM50 (São Paulo, Brasil), com uma célula de carga de 5 kN e distância de 51,2 mm entre os apoios.

A resistência à flexão, Equação (5), e o módulo de flexão, Equação (6), foram então obtidos utilizando as expressões:

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (5)$$

$$E = \frac{L^3}{4bd^3} \quad (6)$$

onde P é a carga em um determinado ponto da curva carga-deflexão, L é a distância entre os apoios, b é a largura da viga testada, d é a altura da viga testada e m é a inclinação da reta tangente.

3.2.7. Análise Estatística

A validação estatística dos dados foi realizada por meio da análise de variância (ANOVA), com nível de confiança de 95% ($p < 0,05$). Os valores médios foram comparados pelo teste de Tukey.

3.2.8. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A morfologia das fibras e a superfície de fratura dos compósitos foram observadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um microscópio Mira3 FEG 250 TESCAN (Brno, República Tcheca) operando com elétrons secundários a 5 kV e uma distância de trabalho entre 25 e 10 mm. As amostras foram previamente metalizadas com ouro (Au) por 2 minutos, depositando-se uma fina camada sobre a superfície da amostra.

3.3. Resultados e Discussão

3.3.1. Caracterização da fibra Envira

A Figura 3.2 mostra a distribuição do número de fibras envira em relação à faixa de diâmetro (a) e a relação entre densidade e diâmetro (b).

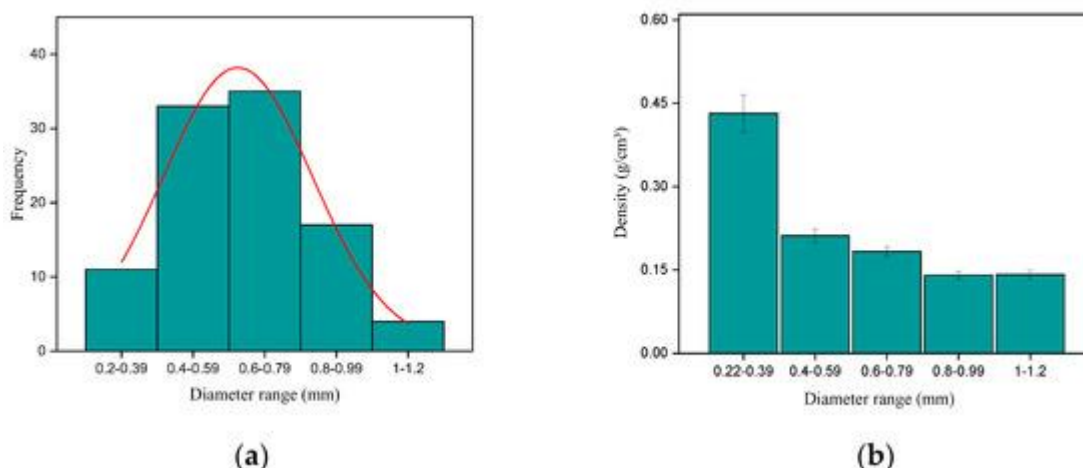


Figura 3.2 - Caracterização dimensional. (**a**) Padrão de distribuição de frequência e (**b**) padrão de distribuição de densidade das fibras Envira.

É possível observar um padrão de frequência quase normal. Nota-se também uma maior quantidade de fibras de envira nas faixas de diâmetro de 0,40–0,59 mm e 0,60–0,79 mm. Esse resultado pode estar associado à natureza das fibras, que são geralmente mais compactas e de menor diâmetro, e, portanto, menos quebradiças [47 , 48 , 49]. Em relação à densidade, observa-se uma diminuição nos valores médios com o aumento do diâmetro, fato que pode estar associado a uma maior quantidade de vazios na estrutura das fibras de maior diâmetro. Esse mesmo padrão também foi observado para a fibra de piaçava [47]. O valor médio obtido para essa propriedade foi de $0,23 \text{ g/cm}^3$, inferior ao encontrado em outras fibras naturais da Amazônia [25 , 26 , 27 , 28 , 50 , 51]. De acordo com [25], com o baixo valor obtido para a densidade, é possível produzir compósitos mais leves quando comparados com compósitos reforçados com fibras sintéticas.

3.3.1.1. Difração de raios X

A Figura 3.3 mostra o difratograma obtido para a fibra Envira.

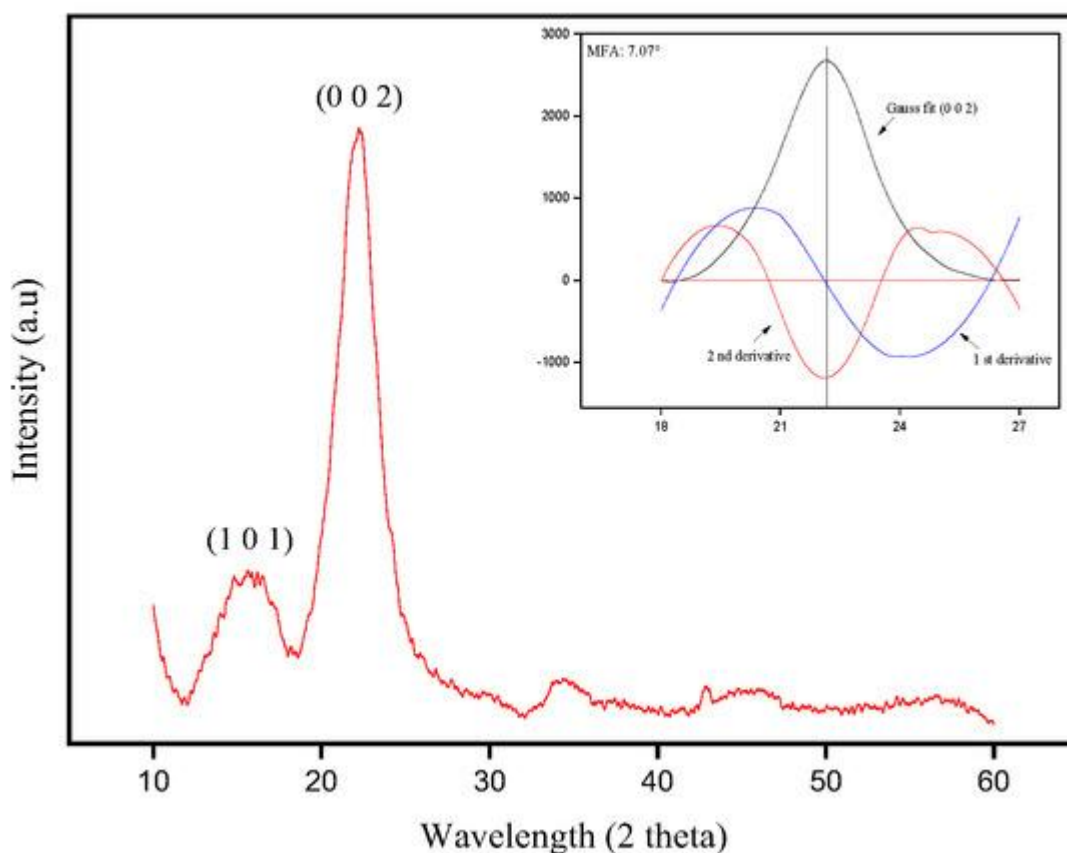


Figura 3.3 - Difratograma de raios X da fibra Envira.

Observou-se um halo em um ângulo de 16,5° e um pico em 22,7°, indicando a existência de constituintes amorfos e celulose cristalina na fibra. O valor do IC obtido foi de 69,5%. Este resultado é relativamente próximo aos encontrados por outros autores para fibras naturais como: ubim (63%) [26], malva (67,5%) [38], buriti (63,11%) [39], tucum (55,7%) [52], kenaf (44,3%) [53], banana (66,71%) [54], *Eulesine indica* (45%) [55] e guaruman (67%) [56]. O MFA obtido para a fibra envira foi de 7,07°, calculado considerando o pico cristalino da celulose em 22,5°. De acordo com Segal [42], o AMF está relacionado à resistência da fibra natural. O valor relatado neste artigo é comparável ao AMF de outros FNLs [26 , 39 , 54 , 56].

3.1.2. Análise de TG

A análise termogravimétrica (TG) e sua derivada (DTG) obtidas para as fibras Envira são mostradas na Figura 3.4.

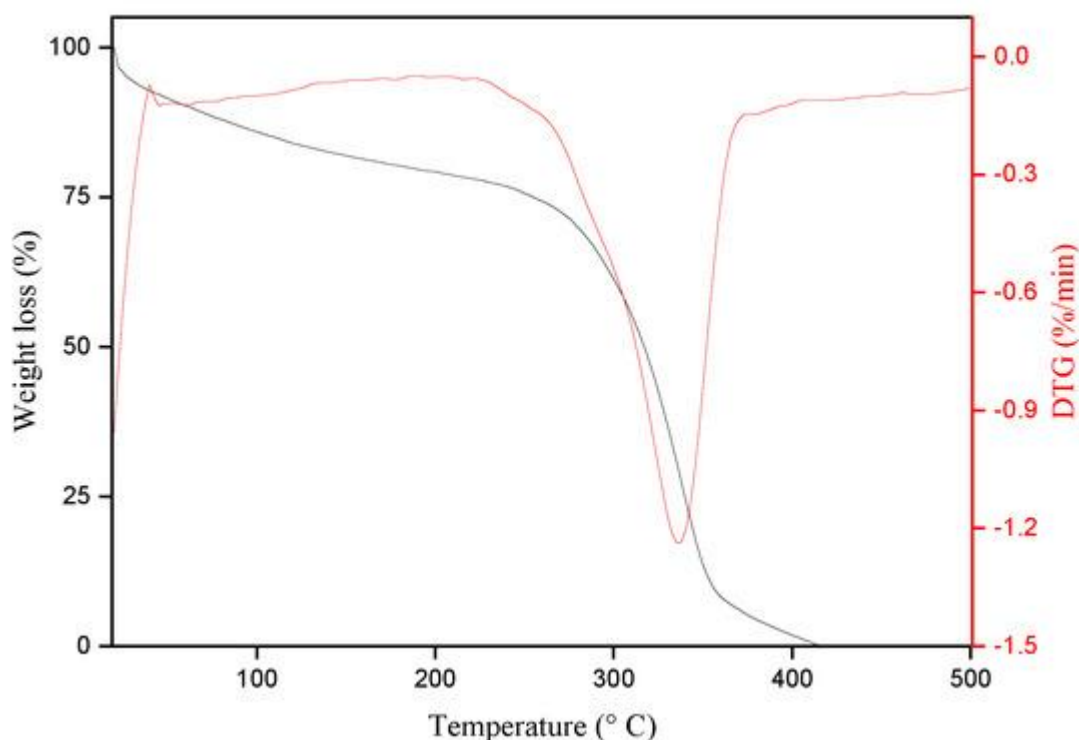


Figura 3.4 - Curvas TGA/DTG obtidas a partir das fibras Envira.

É possível observar que a perda de massa da fibra Envira ocorre em duas faixas de temperatura. A primeira perda de massa significativa foi observada a 45,3 °C, com uma redução de aproximadamente 9,5%. Essa perda de massa pode estar relacionada à evaporação da água presente na fibra Envira. Observa-se também que a fibra mantém estabilidade térmica até 210 °C. A segunda perda de massa, de aproximadamente 51%, ocorre entre 250 e 350 °C, o que pode estar relacionado à degradação térmica da celulose. Os resultados da análise termogravimétrica (TG) da fibra Envira indicam um comportamento térmico comparável ao de outras fibras naturais (FNLs) estudadas para possíveis aplicações em materiais compósitos poliméricos [55 , 57 , 58 , 59 , 60 , 61 , 62]. De acordo com Senthamaraikannan *et al.* [57], a avaliação das propriedades térmicas dessas fibras é importante para estabelecer condições de processamento que não causem degradação e perda de propriedades desses materiais.

3.3.1.3. Análise de FTIR

A Figura 3.5 mostra o espectro FTIR da fibra envira. Através desta análise, é possível observar que as fibras envira possuem propriedades vibracionais semelhantes a outras fibras naturais [58 , 59 , 60 , 61 , 62 , 63 , 64 , 65 , 66 , 67 , 68 , 69 , 70]. De acordo com Atangana *et al.* [68], as fibras naturais são compostas principalmente de celulose, hemicelulose, lignina e ceras, que formam em sua estrutura alcanos, ésteres, aromáticos,

cetonas e álcoois, estando associados a um grupo funcional responsável por um tipo de vibração em um número de onda específico.

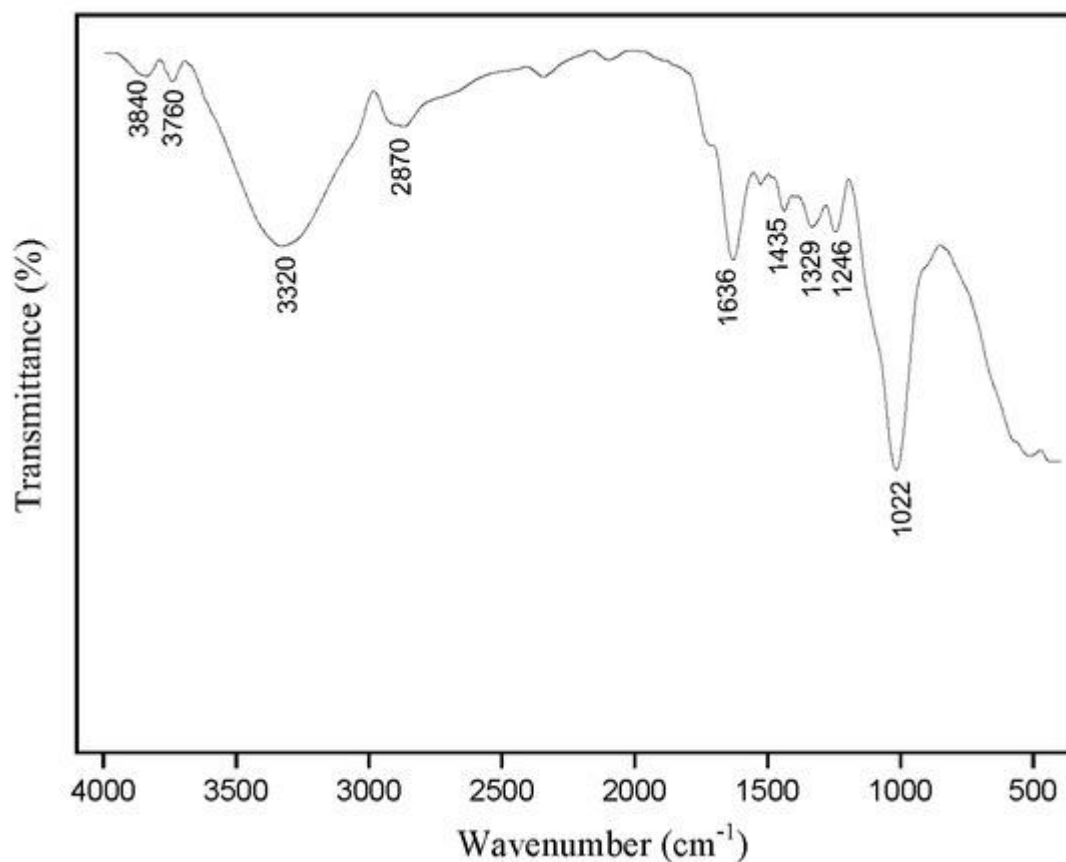


Figura 3.5 - Espectro FTIR da fibra Envira.

Através do espectro FTIR da fibra envira, é possível observar a existência de bandas principais entre 3100 cm^{-1} e 3900 cm^{-1} que são atribuídas ao alongamento do grupo OH, evidenciando a presença de celulose e lignina [65 , 68 , 70 , 71 , 72]. A banda em 2870 cm^{-1} pode ser atribuída a grupos CH_2 , observados em moléculas de celulose e hemicelulose [56 , 62 , 67 , 69 , 71]. A banda em 1630 cm^{-1} pode estar associada ao alongamento de $\text{C}=\text{O}$ presente na lignina e hemicelulose [56 , 68 , 73]. Em 1435 cm^{-1} observa-se a flexão simétrica do CH_2 , indicando a presença de celulose [68 , 73]. A banda em 1329 cm^{-1} refere-se às vibrações de deformação da ligação OH em álcoois presentes na constituição da celulose [55 , 66]. Em 1246 cm^{-1} , observa-se a vibração de estiramento do grupo acetil na lignina [70]. A banda em torno de 1022 cm^{-1} indica a presença de lignina devido ao alongamento de C-OH [39 , 68].

3.3.1.4. Análise da Morfologia da Fibra de Envira

A morfologia da fibra envira analisada por MEV é mostrada na Figura 3.6 .

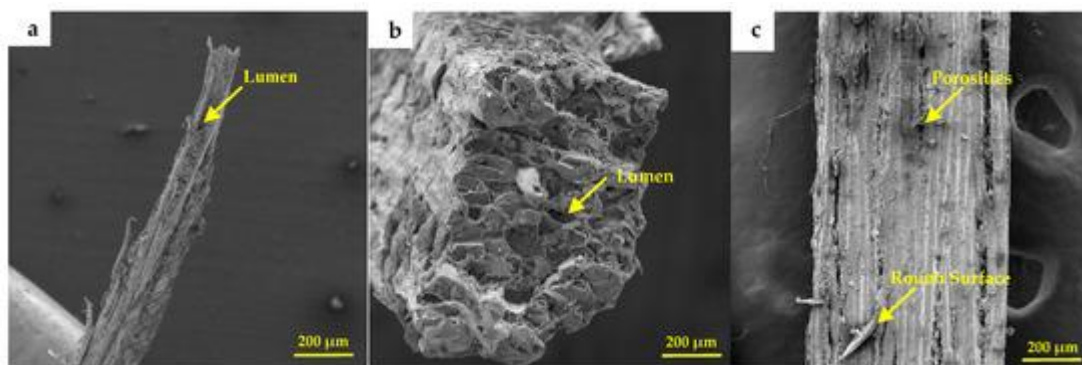


Figura 3.6 - Microscopia eletrônica de varredura da fibra envira: (**a**) seção transversal com ampliação de 200×, (**b**) seção transversal com ampliação de 1000× e (**c**) seção longitudinal.

Na Figura 3.6a , é possível observar que a fibra envira possui geometria irregular, composta por finos feixes de fibrilas. Além disso, apresenta falhas e irregularidades ao longo de seu comprimento. Na Figura 3.6b , a micrografia mostra a seção transversal da fibra, onde se pode observar a presença de lúmens, que são canais responsáveis pela transferência de nutrientes ao longo da estrutura da fibra [39 , 68]. Observa-se também na Figura 3.6c que a fibra possui superfície rugosa e presença de porosidade. De acordo com a literatura [67 , 72 , 74 , 75 , 76 , 77], a presença de poros na estrutura fibrilar pode afetar as propriedades de resistência da fibra; no entanto, eles podem auxiliar em uma melhor adesão interfacial entre a matriz e a fibra. Os aspectos morfológicos apresentados para a fibra envira são semelhantes a outros estudos realizados para diferentes fibras naturais [39 , 55 , 56 , 66].

3.3.1.5. Caracterização Mecânica da Fibra de Envira

A Figura 3.7a mostra os resultados da resistência à tração e a Figura 3.7b mostra os resultados do módulo de Young e da deformação em relação ao diâmetro da fibra Envira.

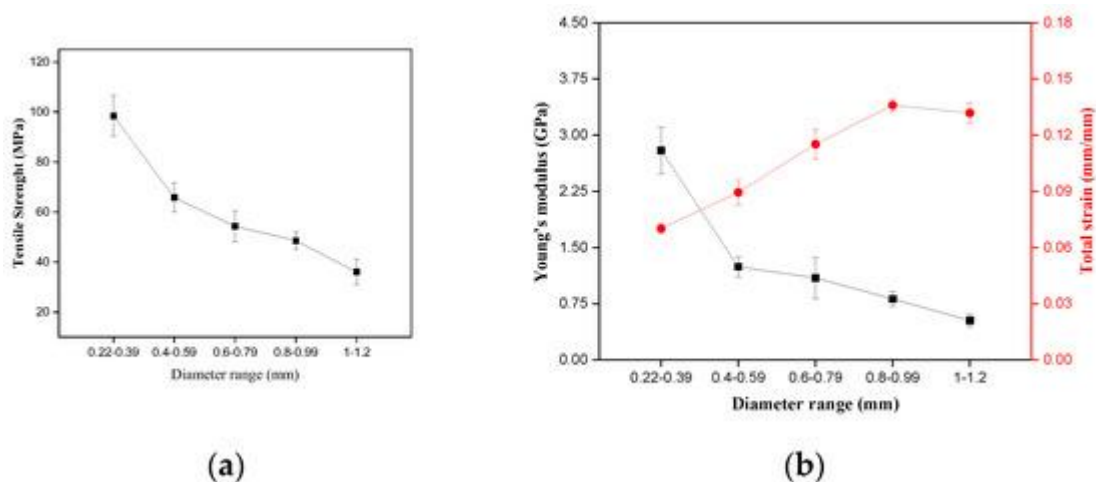


Figura 3.7 - Resistência à tração da fibra envira (**a**), módulo de Young e deformação (**b**).

Em relação à resistência à tração da fibra, Figura 7a , observa-se uma diminuição nos valores médios com o aumento do intervalo de diâmetro. Esse padrão pode estar relacionado a uma maior quantidade de defeitos na estrutura da fibra com diâmetros maiores. Estudos com diferentes NLFs mostram o mesmo padrão observado para a fibra Envira [47 , 74 , 75]. De acordo com Ferreira *et al.* [47], as fibras menos espessas tendem a ser mais uniformes e apresentar em sua estrutura microfibrilas mais compactas e menos vazios, apresentando, portanto, maior resistência quando comparadas às fibras de maior diâmetro.

Em relação ao módulo de Young, na Figura 7b , observa-se que seu valor médio diminui com o aumento da faixa de diâmetro, indicando que fibras de maior diâmetro são menos rígidas quando comparadas a fibras mais finas. Esse padrão pode ser atribuído a aspectos microestruturais, como a presença de rugosidade e porosidade na fibra [47 , 48 , 49]. Para a deformação, na Figura 7b , observa-se uma relação quase diretamente proporcional dessa propriedade com o aumento do diâmetro fibrilar, confirmando os resultados de rigidez da fibra. A análise estatística da caracterização mecânica da fibra é apresentada na Tabela 3.2 .

Tabela 3.2 - Análise de variância (ANOVA) da resistência à tração da fibra Envira.

Resistência máxima (MPa)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (Calculado)	Valor p	F Crítico
Entre os grupos	59.770,61	4	14.942,65	19.661	$8,14 \times 10^{-12}$	2,467
Dentro do grupo	72.201,27	95	760.013			
Total	13.1971,9	99				

Módulo de Young (GPa)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (Calculado)	Valor p	F Crítico
Entre os grupos	62.30349	4	15,57587	18.690	$2,32 \times 10^{-11}$	2,467
Dentro do grupo	79,17237	95	0,833393			
Total	141,4759	99				
Deformação total (mm/mm)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (Calculado)	Valor p	F Crítico
Entre os grupos	0,057186	4	0,014296	26.2243	$3,56 \times 10^{-14}$	2,479
Dentro do grupo	0,046338	85	0,000545			
Total	0,103524	89				

Os valores da ANOVA para resistência mostram que o F calculado (19,661) é maior que o valor crítico de F (2,467). Para o módulo de Young, o F calculado (18,690) é maior que o valor crítico de F (2,467), e para a deformação total, o F calculado (26,224) também é maior que o valor crítico de F (2,479). Assim, com base nesses resultados, a hipótese de que as médias das propriedades apresentadas são iguais é rejeitada, com um nível de confiança de 95%. Com base nos resultados da ANOVA, o teste de Tukey é necessário para investigar se o aumento no diâmetro da fibra Envira causa alterações significativas nas propriedades mecânicas da fibra. A Tabela 3.3 mostra os resultados do teste de Tukey.

Tabela 3.3 - Diferenças entre os valores médios dos intervalos de diâmetro após a aplicação do teste de Tukey.

Resistência à tração ($msd = 31,820$)						Módulo de Young ($msd = 1,054$)					Deformação total ($sd = 0,027$)				
	0,22– 0,39	0,40– 0,59	0,60– 0,79	0,80– 0,99	1,00– 1,20	0,22– 0,39	0,40– 0,59	0,60– 0,79	0,80– 0,99	1,00– 1,20	0,22– 0,39	0,40– 0,59	0,60– 0,79	0,80– 0,99	1,00– 1,20
0,22– 0,39	0	41,685	53,190	58,862	71,424	0	1,553	1,701	1,982	2,268	0	0,019	0,045	0,066	0,062
0,40– 0,59	41,685	0	11,506	17,178	29,740	1,553	0	0,148	0,429	0,715	0,019	0	0,026	0,047	0,042

A diferença mínima significativa (DMS) é um valor que indica qual tratamento difere em seus valores médios. Quando o valor absoluto da diferença entre duas médias é igual ou

maior que o valor da DMS, as médias são consideradas estatisticamente diferentes. O valor da DMS para resistência foi calculado em 31,820; para o módulo de Young, a DMS foi calculada em 1,054 e, para a deformação total, a DMS foi de 0,027. Assim, fica evidente que o diâmetro causa alterações nas propriedades mecânicas da fibra. Os intervalos de menor diâmetro apresentam, de fato, as maiores resistências à tração e módulos de Young quando comparados aos diâmetros maiores. Em relação à deformação, os maiores valores estão relacionados às fibras mais espessas, sugerindo que essas fibras podem ser mais dúcteis do que as fibras de menor diâmetro.

3.3.2. Caracterização de Materiais Compósitos

3.3.2.1. Caracterização de compósitos de matriz epóxi por FTIR

A Figura 3.8 mostra as curvas obtidas a partir da análise FTIR dos compósitos.

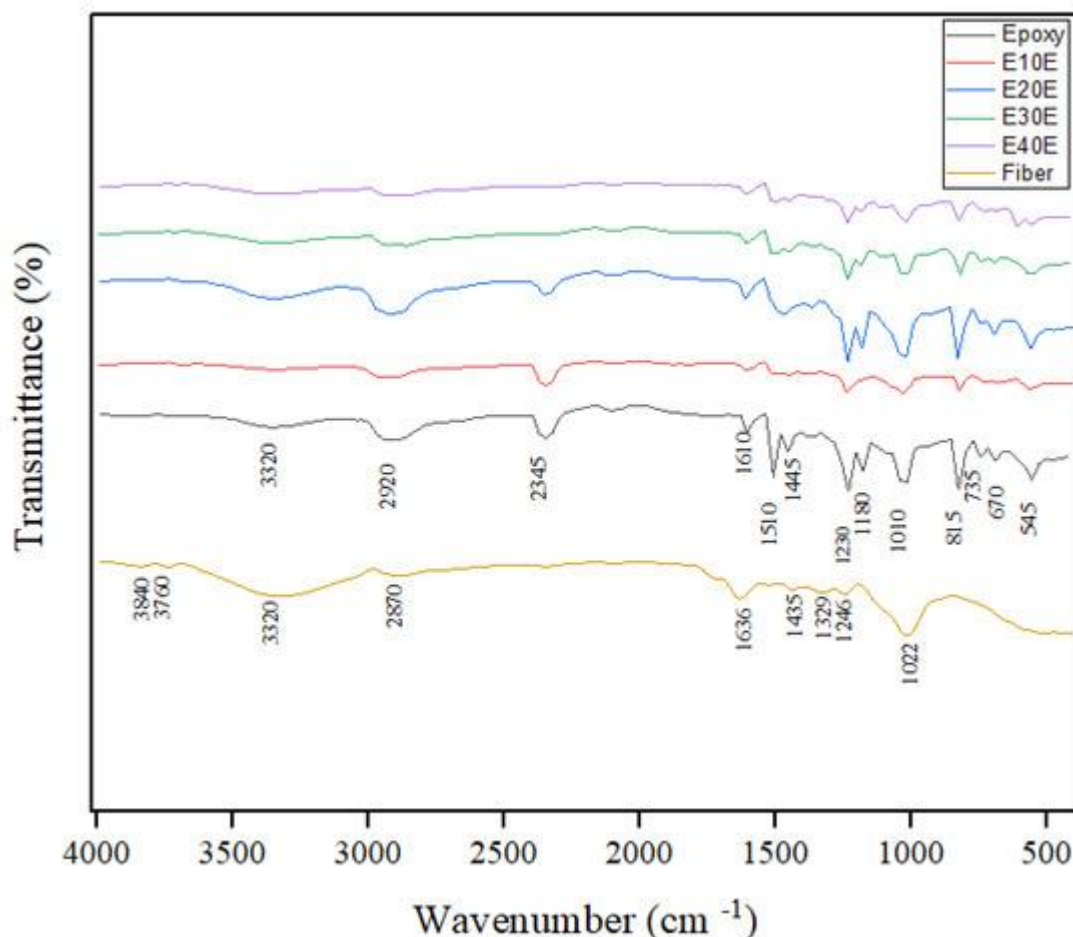


Figura 3.8 - Gráfico FTIR obtido para resina epóxi, compósitos e fibra.

Diversos estudos sobre a incorporação de FNLs em uma matriz epóxi mostraram um espectro FTIR semelhante ao observado neste estudo [21 , 61 , 62 , 63 , 64 , 65]. Neves et al. [76] e Gargol et al. [77] observaram que as bandas encontradas referem-se

predominantemente ao espectro da resina epóxi. De fato, quando comparadas aos espectros das fibras Envira, as bandas referentes aos componentes lignocelulósicos apresentam menor intensidade. A banda em 3320 cm^{-1} está relacionada ao estiramento das ligações do grupo OH da celulose. De acordo com Kumaar *et al.* [78], o aparecimento dessa banda indica interações entre os compósitos e a resina epóxi. A banda em 2940 cm^{-1} pode ser atribuída à vibração de estiramento simétrico na ligação simples do grupo CH_3 da resina epóxi [79 , 80]. Em torno de 1710 cm^{-1} , observa-se uma banda que corresponde à vibração de estiramento C=O do ácido carboxílico na lignina ou aos componentes éster na hemicelulose da fibra [77]. As bandas em 1610 e 1560 cm^{-1} podem estar associadas às vibrações C=C do anel aromático na resina epóxi [76 , 80]. Em 1445 cm^{-1} e 1230 cm^{-1} , são atribuídas à deformação CH_2 [81]. As bandas em 1180 e 1010 cm^{-1} indicam a vibração da ligação C=O do éter na resina [31 , 82]. Uma banda em 815 cm^{-1} é atribuída à vibração do grupo epóxi [76]. As bandas em 1940 , 1510 , 1180 e 1010 cm^{-1} , que também se referem aos grupos característicos presentes nas fibras lignocelulósicas, estão presentes nos espectros do compósito, mas em menor extensão. De acordo com Neves *et al.* [76], esse fator pode ser interpretado como uma indicação de interação ativa entre os grupos moleculares do epóxi e as fibras. Além disso, é possível observar que as bandas características da presença de celulose, o principal componente das fibras lignocelulósicas, mostradas na Figura 5 , não são observadas nos espectros de FTIR dos compósitos com fibras adicionadas, como indicado pela seta na banda em torno de 3700 cm^{-1} , um fato que pode estar relacionado à maior quantidade de resina em relação à fibra envira nos compósitos.

3.3.2.2. Propriedades Mecânicas de Tração

As propriedades de tração do compósito de matriz epóxi, com variação na porcentagem de fibra, são mostradas na Figura 3.9 .

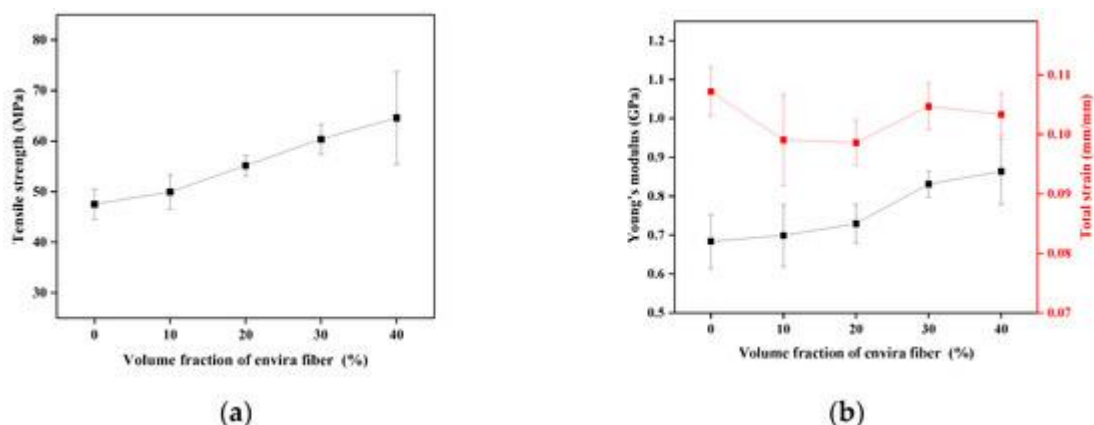


Figura 3.9 - Gráficos das propriedades mecânicas de tração dos compósitos: resistência à tração (**a**) e módulo de Young e deformação (**b**).

Ao observar os valores médios de resistência, o compósito com 40% em volume de fibra envira apresentou o melhor resultado. Além disso, a Figura 9 demonstra que a resistência à tração dos compósitos exibiu uma tendência de crescimento linear. De acordo com Abd El-Bak *et al.* [83], as quantidades relativas de fibras têm efeitos notáveis nas propriedades mecânicas; o autor observa que a resistência à tração aumenta com o aumento da quantidade de fibra. No entanto, a composição com a maior concentração de fibra apresentou uma dispersão significativa em seus resultados. Isso pode estar relacionado à grande quantidade de fibra na matriz, o que pode ter afetado a molhabilidade da fibra, complicado a produção dos compósitos e interferido na adesão da fibra à matriz. Os valores de resistência obtidos indicam que a fibra envira apresenta propriedades semelhantes ou superiores em comparação com outras fibras lignocelulósicas [25 , 30 , 50].

Em seu estudo com fibras longas de tucum, Oliveira *et al.* [25] obtiveram um resultado de resistência de 38,8 MPa, valor inferior ao observado neste estudo para a mesma quantidade de fibra. Em um estudo com fibras de piaçava, Castro *et al.* [50] obtiveram um valor de resistência à tração de 15 MPa com 30% em volume de fibra de 30 mm, valor muito inferior ao encontrado no presente estudo, fato que pode estar relacionado ao comprimento da fibra; o autor identificou uma diminuição em relação à matriz. Similarmente ao presente trabalho, os resultados mostraram uma tendência de crescimento linear nos valores médios de resistência. No entanto, esses valores são inferiores quando comparados ao valor médio de resistência para a composição com 30% em volume de fibra de envira.

Em relação ao módulo de Young, o mesmo padrão observado para a resistência foi constatado, indicando que a rigidez do compósito aumenta com a adição de fibras à matriz. Em contrapartida, os resultados de deformação não apresentaram uma tendência linear; os resultados indicam que a adição de fibras Envira à resina epóxi diminui os valores dessa

propriedade. A análise de variância obtida para as propriedades de tração é apresentada na Tabela 3.4 .

Tabela 3.4 - Análise de variância (ANOVA) da resistência à tração de compósitos reforçados com fibra Envira.

Resistência máxima (MPa)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (Calculado)	Valor <i>p</i>	F Crítico
Entre os grupos	1203,898	4	300,974	12,781	$8,48 \times 10^{-6}$	2,75
Dentro do grupo	588,726	25	23.549			
Total	1792,624	29				
Módulo de Young (GPa)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (Calculado)	Valor <i>p</i>	F Crítico
Entre os grupos	0,157	4	0,039	9.018	$1,19 \times 10^{-4}$	2,75
Dentro do grupo	0,109	25	0,004			
Total	0,267	29				
Deformação total (mm/mm)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (Calculado)	Valor <i>p</i>	F Crítico
Entre os grupos	0,000328	4	$8,19 \times 10^{-5}$	3,492	0,021	2,75
Dentro do grupo	0,000587	25	235×10^{-5}			
Total	0,000914	29				

Os valores da ANOVA para resistência mostram que o F calculado (12,781) é maior que o valor crítico de F (2,75). Para o módulo de elasticidade, o F calculado (9,018) é maior que o valor crítico de F (2,75) e, para a deformação total, o F calculado (3,492) também é maior que o valor crítico de F (2,75). Assim, com base nesses resultados, a hipótese de que as médias das propriedades apresentadas são iguais é rejeitada, com um nível de confiança de 95%. Com base nos resultados da ANOVA, o teste de Tukey é necessário para investigar se o aumento no volume de fibra Envira causa alterações significativas nas propriedades mecânicas dos compósitos. A Tabela 3.5 mostra os resultados do teste de Tukey.

Tabela 3.5 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios após a aplicação do teste de Tukey.

	Força máxima (msd = 8,222)					Módulo de Young (msd = 0,112)					Deformação total (dp = 0,008)				
	E0 E	E10 E	E2 0E	E30 E	E40 E	E0 E	E1 0E	E2 0E	E3 0E	E4 0E	E0 E	E1 0E	E2 0E	E3 0E	E4 0E
E0 E	0	2,4 20	7,6 01	12, 837	17. 053	0	0,0 15	0,0 45	0,1 47	0,1 8	0	0,0 07	0,0 09	0,0 02	0,0 04
E1 0E	2,4 20	0	5,1 82	10, 417	14. 633	0,0 15	0	0,0 30	0,1 32	0,1 65	0,0 07	0	0,0 01	0,0 06	0,0 04
E2 0E	7,6 01	5,1 82	0	5,2 35	9,4 52	0,0 45	0,0 30	0	0,1 01	0,1 34	0,0 09	0,0 01	0	0,0 06	0,0 05
E3 0E	12, 837	10, 417	5,2 35	0	4,2 17	0,1 47	0,1 32	0,1 01	0	0,0 33	0,0 02	0,0 06	0,0 06	0	0,0 01
E4 0E	17. 053	14. 633	9,4 52	4,2 17	0	0,1 8	0,1 65	0,1 34	0,0 33	0	0,0 04	0,0 04	0,0 05	0,0 01	0

O DMS para a resistência à tração foi calculado em 8,222. Para o módulo de Young, o DMS foi calculado em 0,112 e, para a deformação total, o DMS foi de 0,008. Assim, foi possível observar que as propriedades mecânicas dos compósitos epóxi-envira são influenciadas pela concentração de fibras. De acordo com os resultados do teste de Tukey, a adição de 30% e 40% em volume difere estatisticamente dos valores das demais composições em relação à resistência e ao módulo. Em termos de deformação, apenas a composição com 20% em volume de fibras apresenta diferença em comparação com a matriz. Portanto, pode-se concluir que o volume de fibras induz alterações nas propriedades mecânicas dos compósitos reforçados com fibras de envira, sendo que a composição com maior volume de fibras apresentou os melhores resultados de resistência.

3.3.2.3. Análise microestrutural da superfície fraturada

As micrografias obtidas por MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) da região de fratura dos compósitos reforçados com fibras Envira são mostradas na Figura 3.10 .

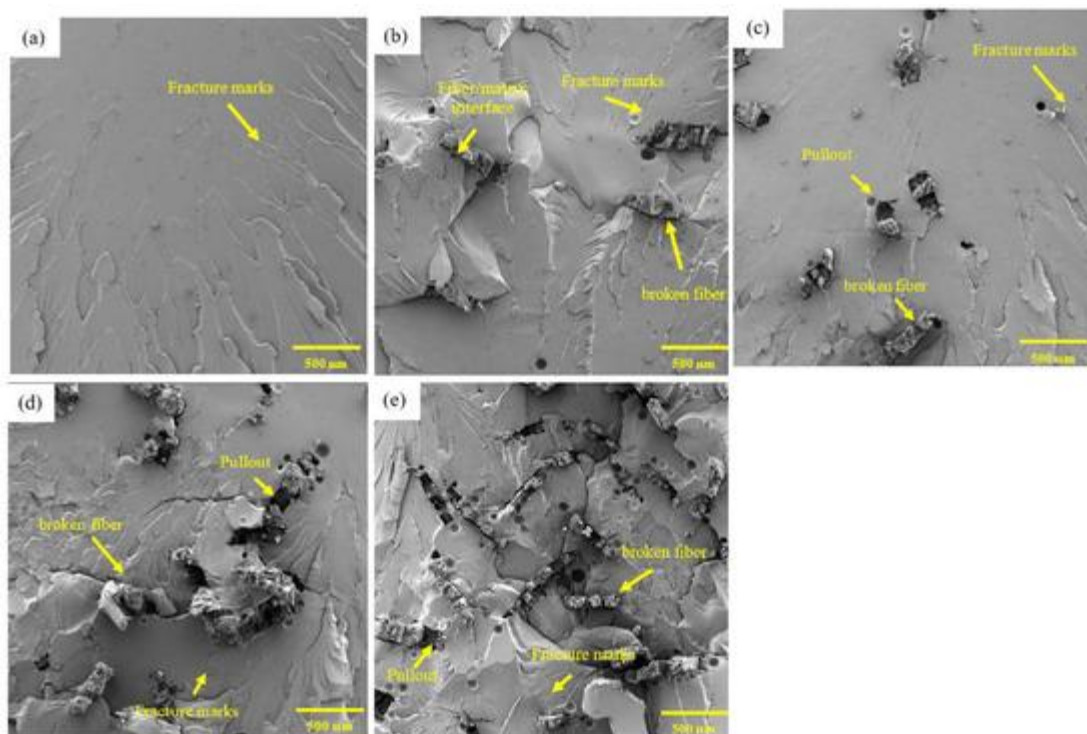


Figura 3.10 - Análise da região de fratura da resina epóxi (**a**) e dos compósitos com 10 (**b**), 20 (**c**), 30 (**d**) e 40 (**e**) vol% de fibra Envira, testados em resistência à tração.

Pode-se observar nas imagens de MEV que tanto a micrografia da região de fratura da resina epóxi, Figura 3.10a , quanto as dos compósitos reforçados com fibra Envira, Figuras 3.10b –e, exibem delaminação e franjas de fratura, características típicas de fratura frágil em polímeros. Além disso, nas composições com adição de fibra, há aderência parcial das fibras à matriz, arrancamento de fibras e poros, aspectos que podem comprometer o reforço dos compósitos e reduzir a resistência do material [56]. Diversos estudos relataram que um tratamento químico nas fibras pode melhorar a adesão das fibras, aumentando sua resistência [84 , 85 , 86 , 87].

Além disso, a presença de fibras de envira quebradas nos compósitos com 30 e 40% em volume de fibra sugere boa adesão das fibras à matriz. De acordo com Oliveira *et al.* [25], fibras quebradas indicam que ocorreu uma transferência de carga adequada entre a fibra e a matriz; quando essa transferência não ocorre de forma eficaz, há uma diminuição na resistência do compósito. Nessas composições, observa-se também que as fibras atuam como barreiras contra a propagação de trincas através da matriz epóxi, e essa barreira pode contribuir para o reforço do compósito [56]. Os padrões observados nessas micrografias confirmam os resultados obtidos para a propriedade de resistência mecânica.

Na Figura 10e , observa-se uma alta concentração de defeitos, como bolhas e poros, o que pode ser atribuído à dificuldade de moldagem com uma alta concentração de fibras

Envira. Esse padrão pode ter influenciado a ampla dispersão dos resultados na composição com 40% de fibra, conforme identificado na Figura 9a .

3.3.2.4. Resistência à flexão

As propriedades mecânicas obtidas na flexão são apresentadas na Figura 3.11 .

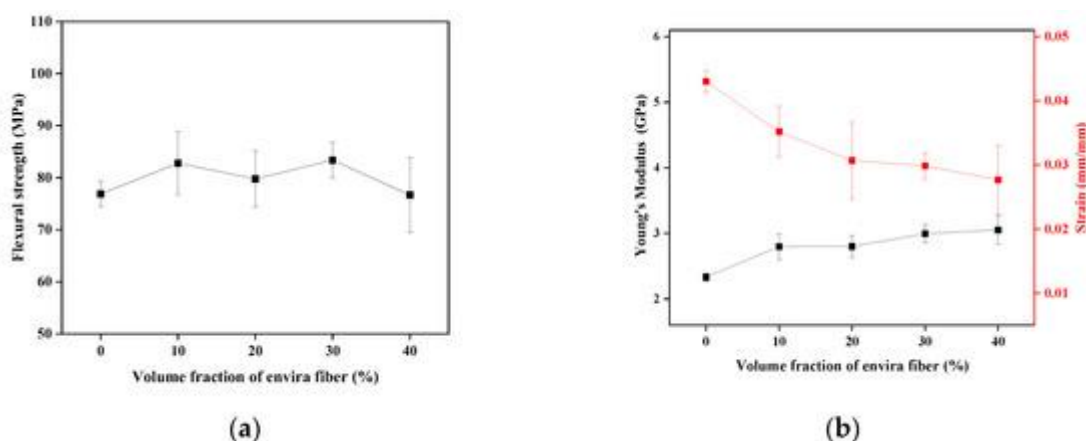


Figura 3.11 - Propriedades de flexão dos compósitos analisados. (a) resistência à flexão e (b) módulo de flexão e deformação.

Os resultados indicam que a adição de fibra Envira não tem influência aparente nos resultados de resistência à flexão. O maior valor médio está relacionado à composição com 30% em volume de fibras; no entanto, as barras de desvio padrão indicam que não há diferença significativa entre os resultados. Além disso, o comportamento irregular dos valores de resistência pode estar relacionado a falhas no processo de produção manual dos compósitos, causando a presença de bolhas, que podem ter atuado como concentradores de tensão, enfraquecendo o material. Aruchamy *et al.* [88] observaram esse mesmo padrão, onde concentrações mais altas de fibras diminuem a resistência do compósito devido à baixa adesão entre a fibra e a matriz.

Para o módulo de flexão, os valores médios aumentam com a inserção de fibras na matriz. A composição com 40% em volume de fibras Envira apresentou o maior valor médio para o módulo de flexão, com um aumento de 30% em volume em comparação com a matriz epóxi. Zhang *et al.* [80], ao avaliarem as propriedades de flexão de compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras de bambu, observaram o mesmo padrão. Segundo os autores, a adição de fibras naturais de bambu (FNL) à epóxi proporciona maior rigidez à flexão dos compósitos durante o ensaio de flexão devido às melhores propriedades mecânicas, como módulo, rigidez e flexibilidade das fibras, quando comparadas à resina epóxi. Em relação à deformação, observa-se uma diminuição no valor médio, sendo o maior valor associado à

resina epóxi. Esse valor diminui com a inserção de fibras na matriz, resultado que corrobora os achados para o módulo de elasticidade, visto que quanto maior o volume de fibras na matriz, maior a rigidez do compósito. Embora não tenha sido observada variação estatisticamente significativa na resistência à flexão, pode-se inferir que a incorporação de fibras levou a um aumento nos valores médios dessa propriedade, particularmente com a adição de 30% em volume. Isso sugere que o compósito pode ser adequado para aplicações que envolvam carregamento mecânico por flexão. No entanto, teores de fibra superiores a 30% em volume parecem saturar a matriz, resultando em uma diminuição da resistência mecânica.

A análise estatística das propriedades de flexão é apresentada na Tabela 3.6.

Tabela 3.6 - Análise de variância (ANOVA) das propriedades de flexão dos compósitos reforçados com fibra Envira.

Resistência à flexão (MPa)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (Calculado)	valor <i>p</i>	F Crítico
Entre os grupos	239.582	4	59,895	2.205	0,097	2,75
Dentro do grupo	678,893	25	27.155			
Total	918,475	29				
Módulo de Young (GPa)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (calculado)	valor <i>p</i>	F crítico
Entre os grupos	1,921	4	0,480	17,654	$5,3 \times 10^{-7}$	2,75
Dentro do grupo	0,680	25	0,027			
Total	2.601	29				
Deformação total (mm/mm)						
Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média dos Quadrados	F (calculado)	valor <i>p</i>	F crítico
Entre os grupos	0,00089	4	0,000222	12.741	$8,69 \times 10^{-6}$	2,75
Dentro do grupo	0,00043	25	$1,75 \times 10^{-5}$			
Total	0,00132	29				

Os resultados da ANOVA indicaram uma diferença significativa nos valores do módulo e da deformação. A Tabela 7 apresenta os valores das diferenças entre as médias após o teste de Tukey.

Tabela 3.7 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência à flexão após a aplicação do teste de Tukey.

Módulo de Young (msd = 0,279)						Deformação total (dp = 0,007)				
	E0E	E10E	E20E	E30E	E40E	E0E	E10E	E20E	E30E	E40E
E0E	0	0,465	0,468	0,664	0,719	0	0,008	0,012	0,013	0,015
E10E	0,465	0	0,002	0,198	0,254	0,008	0	0,004	0,005	0,007
E20E	0,468	0,002	0	0,196	0,251	0,012	0,004	0	0,001	0,003
E30E	0,664	0,198	0,196	0	0,055	0,013	0,005	0,001	0	0,002
E40E	0,719	0,254	0,251	0,055	0	0,015	0,007	0,003	0,002	0

Os valores de dms obtidos para resistência e módulo de flexão foram 0,279 e 0,007, respectivamente. De acordo com os resultados do teste de Tukey para o módulo de Young e a deformação, apenas o valor da resina epóxi apresentou diferença estatística em relação às demais composições, confirmando os resultados observados na Figura 11 .

3.3.2.5. Análise microestrutural de fraturas por flexão

A Figura 3.12 apresenta a região de fratura dos compósitos testados em flexão.

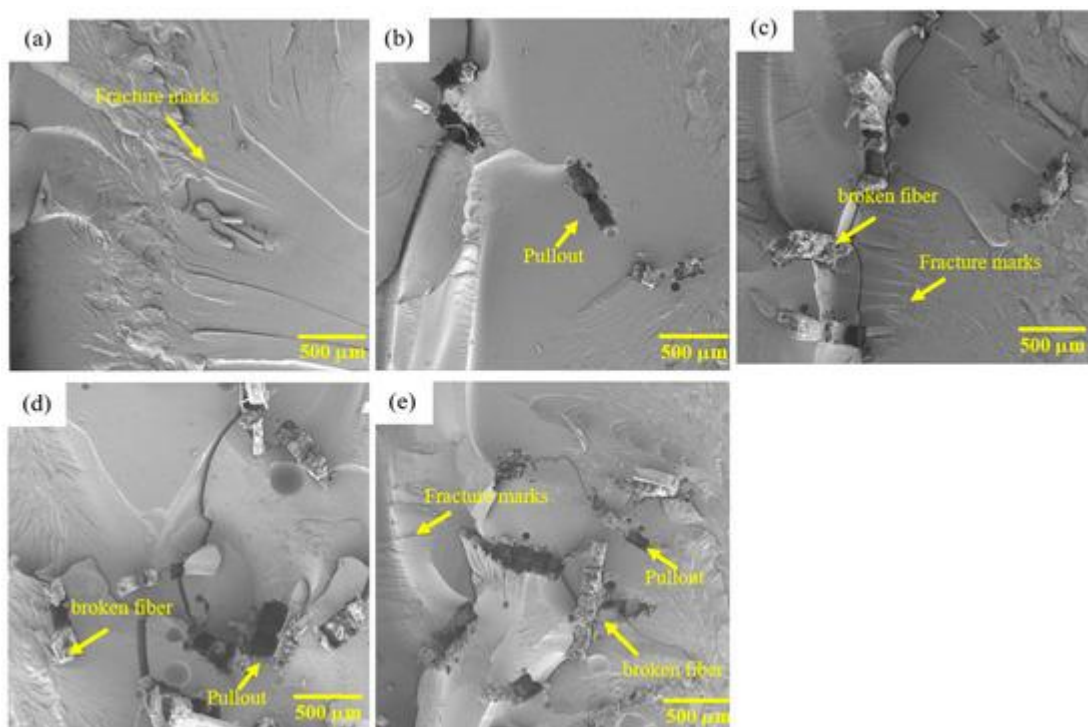


Figura 3.12 - Análise da região de fratura da resina epóxi (**a**) e compósitos com 10 (**b**), 20 (**c**), 30 (**d**) e 40 (**e**) vol% de fibra Envira após o teste de resistência à flexão.

Observa-se nas imagens de MEV dos compósitos testados à flexão que tanto a micrografia da região de fratura da resina epóxi (Figura 3.12a) quanto a dos compósitos reforçados com fibras Envira (Figuras 3.12b –e) exibem o mesmo padrão observado para as composições testadas à tração, com a presença de delaminação e franjas de fratura. Como indicado anteriormente, essas são características típicas de fratura frágil exibida por polímeros. Nota-se também que, nas composições com adição de fibras, há adesão parcial das fibras na matriz, fibras arrancadas, presença de bolhas e fibras rompidas. Além disso, um grande número de poros é evidente, os quais podem ter atuado como concentradores de tensão, explicando os resultados apresentados para a resistência à flexão. De acordo com Aruchamy *et al.* [70], que observaram essas características em seus compósitos quando testados à flexão, as bolhas e as fibras arrancadas indicam uma relação inadequada entre a fibra e a matriz, reduzindo a resistência à flexão dos compósitos.

Os resultados obtidos neste trabalho indicam que a fibra Envira possui grande potencial para uso como reforço em compósitos poliméricos, visto que apresenta características favoráveis para essa aplicação. A densidade da fibra é uma das menores observadas na literatura para fibras naturais de baixa densidade, o que pode contribuir para a produção de materiais leves. As resistências à tração e à flexão apresentam valores interessantes, que

podem contribuir para a produção de materiais menos dispendiosos quando comparados a materiais que utilizam reforços derivados de combustíveis fósseis.

3.4. Conclusões

A densidade da fibra, medida pelo método geométrico, foi de $0,23 \text{ g/cm}^3$. O resultado da difração de raios X (DRX) indicou um valor de 69,5% para o índice de cristalinidade e $7,07^\circ$ para o ângulo microfibrilar (AMF). A análise termogravimétrica (TG) indicou estabilidade térmica da fibra Envira em torno de 210°C . A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) indicou a presença de diferentes grupos funcionais encontrados na celulose, hemicelulose, lignina e ceras, os principais componentes das fibras lignocelulósicas. A análise da morfologia da fibra revelou a presença de fibrilas, defeitos e irregularidades microestruturais ao longo de seu comprimento. A caracterização mecânica da fibra por ensaio de tração indicou uma diminuição da resistência com o aumento do diâmetro da fibra, um padrão já esperado para fibras lignocelulósicas.

A incorporação da fibra Envira na matriz epóxi resultou em um aumento na resistência à tração e levou a um ligeiro aumento na rigidez do compósito. Embora os valores médios tenham indicado resistência superior para a formulação contendo 40% em volume de fibra, a análise estatística sugere que a composição ideal é de 30% em volume, a qual apresentou um aumento de 27% na resistência à tração em comparação com a matriz epóxi pura. A análise da região de fratura dos compósitos revelou a presença de delaminação e áreas onde as fibras foram arrancadas da matriz, indicando fraca adesão interfacial. Contudo, as composições com maiores quantidades de fibras apresentaram um número significativo de fibras rompidas, o que pode influenciar a melhoria na resistência desses compósitos. Esses resultados indicam o grande potencial dessas fibras, uma vez que podem substituir suas contrapartes sintéticas, como fibras de carbono e de vidro, contribuindo para a produção de materiais mais baratos, mais leves e ecologicamente corretos.

Em relação às propriedades dos compósitos testados em resistência à flexão, a adição de fibras Envira não influenciou os resultados de resistência. Isso pode estar relacionado ao método de fabricação manual, que pode levar à presença de bolhas que enfraquecem o material.

A incorporação da fibra de envira em uma matriz epóxi mostrou-se eficiente, considerando que os compósitos produzidos obtiveram resistência à tração superior à de compósitos de fibras naturais pesquisados na literatura. Além disso, a fibra de envira é

investigada pela primeira vez para aplicação em compósitos; trata-se de uma fibra natural relativamente desconhecida, originária da região norte do Brasil, de baixo custo, e que tem apresentado resultados promissores quanto ao seu uso como reforço em compósitos poliméricos. Esses novos compósitos podem ser aplicados como substitutos de compósitos convencionais reforçados com fibras sintéticas. Ademais, por ser um material mais leve, pode ser aplicado na construção civil em substituição à madeira de alto desempenho.

Contribuições dos autores

Conceitualização: MAP, MALdR e VSC; investigação: MAP e VSC; metodologia: MAP e VSC; recursos: LSGN, MAP, ACRdS, MALdR e VSC; validação e visualização: FPD, LSGN, MAP, ACRdS, SNM, MALdR e VSC; curadoria de dados: MAP e VSC; redação – rascunho original, redação – revisão e edição: MAP e VSC. Todos os autores leram e concordaram com a versão publicada do manuscrito.

Financiamento

Esta pesquisa foi parcialmente financiada pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Brasil, processo número 151506/2021-3.

Declaração do Comitê de Revisão Institucional

Não aplicável.

Declaração de Disponibilidade de Dados

As contribuições originais apresentadas neste estudo estão incluídas no artigo. Para mais informações, entre em contato com o autor correspondente.

Agradecimentos

Os autores agradecem às seguintes agências brasileiras pelo apoio a esta investigação: CNPq, CAPES e UFPA, por disponibilizarem instalações de pesquisa e pelo apoio à elaboração deste manuscrito.

Conflitos de interesse

Não há conflito de interesses na submissão deste manuscrito, e o manuscrito foi aprovado para publicação por todos os autores. Gostaria de declarar, em nome dos meus coautores, que o trabalho descrito é uma pesquisa original, não publicada anteriormente e que não está sendo considerada para publicação em outro lugar, no todo ou em parte.

Referências

1. Kerni, L.; Singh, S.; Patnaik, A.; Kumar, N. Uma revisão sobre compósitos reforçados com fibras naturais. *Mater. Today Proc.* **2020** , 28 , 1616–1621.
2. Islam, MA; Mobarak, MH; Rimon, MIH; Al Mahmud, MZ; Ghosh, J.; Ahmed, MMS; Hossain, N. Manufatura aditiva na pesquisa de polímeros: avanços, síntese e aplicações. *Polym. Test.* **2024** , 132 , 108364.
3. Nwankwo, CO; Mahachi, J.; Olukanni, DO; Musonda, I. Fibras naturais africanas utilizadas em compósitos poliméricos: uma revisão sistemática. *Polym. Compos.* **2024** , 45 , 9677–9702.
4. Cavalcanti, DKK; Banea, MD; Neto, JSS. Análise comparativa das propriedades mecânicas e térmicas de compósitos híbridos reforçados com fibras naturais de poliéster e epóxi. *J. Compos. Mater.* **2021** , 55 , 1683–1692.
5. Kumar, S.; Prasad, L.; Bijlwan, PP; Yadav, A. Análise termogravimétrica de compósitos poliméricos termofixos reforçados com fibras lignocelulósicas de folhas: uma visão geral. *Biomass Convers. Biorefinery* **2024** , 14 , 12673–12698.
6. Haris, NIN; Hassan, MZ; Ilyas, RA; Suhot, MA; Sapuan, SM; Dolah, R.; Mohammad, RL; Asyraf, MRM. Propriedades mecânicas dinâmicas de compósitos poliméricos híbridos reforçados com fibras naturais: uma revisão. *J. Mater. Res. Technol.* **2022** , 19 , 167–182.
7. Bachchan, AA; Das, PP; Chaudhary, V. Efeito da absorção de umidade nas propriedades de compósitos de polímero reforçados com fibra natural: uma revisão. *Mater. Today Proc.* **2021** , 49 , 3403–3408.
8. Sharath, BN; Yashas Gowda, TG; Madhu, P.; Pradeep Kumar, CB; Jain, N.; Verma, A.; Siengchin, S. Fabricação de compósito híbrido de epóxi à base de fibra de fruto de *Luffa aegyptica* biodegradável, bruta e tratada quimicamente : uma investigação mecânica e morfológica. *Biomass Convers. Biorefin.* **2025** , 15 , 8473–8486.
9. Muthalagu, R.; Kumar, SS; Pati, PR; Giri, J.; Sathish, T.; Fatehmulla, A. Influência do pó/carga da casca de *Prosopis juliflora* nas propriedades mecânicas, térmicas e de amortecimento de compósitos híbridos de tecido de juta. *J. Mater. Res. Technol.* **2024** , 33 , 3452–3461.
10. Karimah, A.; Ridho, MR; Munawar, SS; Adi, DS; Damayanti, R.; Subiyanto, B.; Fatriasari, W.; Fudholi, A. Uma revisão sobre fibras naturais para o desenvolvimento de biocompósitos ecológicos: características e utilizações. *J. Mater. Res. Technol.* **2021** , 13 , 2442–2458.
11. Hossain, S.; Jalil, MA; Islam, T.; Rahman, MM. Uma nova fibra natural rica em celulose de baixa densidade extraída da casca de galhos de jaqueira e suas caracterizações. *Heliyon* **2022** , 8 , e11667.
12. Prasad, V.; Alliyankal Vijayakumar, A.; Jose, T.; George, SC. Uma revisão abrangente da sustentabilidade em polímeros reforçados com fibras naturais. *Sustainability* **2024** , 16 , 1223.
13. Mohammed, M.; Oleiwi, JK; Mohammed, AM; Mohamad Jawad, AJAM; Osman, AF; Adam, T.; Gopinath, SCB. Uma revisão sobre o avanço de compósitos híbridos de fibras naturais renováveis: perspectivas, desafios e aplicações industriais. *J. Renew. Mater.* **2024** , 12 , 1237–1290.
14. Akter, M.; Uddin, MH; Anik, HR. Compósitos de polímero reforçados com fibra vegetal: uma revisão sobre modificação, fabricação, propriedades e aplicações. *Polym. Bull.* **2024** , 81 , 1–85.

15. Rajak, DK; Wagh, PH; Linul, E. Uma revisão sobre fibras sintéticas para compósitos de matriz polimérica: desempenho, modos de falha e aplicações. *Materials* **2022** , 15 , 4790.
16. Oladele, IO; Bichang'a, DO; Borisade, SG; Isola-Makinde, BA; Akinbamiyarin, I.; Githinji, DN. Avanços recentes na aplicação de compósitos poliméricos à base de fibras naturais/partículas na indústria automotiva: uma revisão sobre desenvolvimento sustentável. *Matér. Tech.* **2024** , 112 , 402.
17. Skosana, SJ; Khoathane, C.; Malwela, T. Rumo à sustentabilidade: uma revisão de compósitos de polímero reforçados com fibra natural para redução de peso ecológica em automóveis. *J. Thermoplast. Compos. Mater.* **2024** , 38 , 754–780.
18. Akhil, UV; Radhika, N.; Saleh, B.; Krishna, SA; Nobre, N.; Rajeshkumar, L. Uma Revisão Abrangente Sobre Compósitos Poliméricos Reforçados Uma revisão abrangente sobre compósitos poliméricos reforçados com fibra natural à base de plantas: Fabricação, propriedades e aplicações. *Polím. Compós.* **2023** , 44 , 2598–2633.
19. Hindi, J.; Abdul Salam, AA; K, M.; Basha, G.; S, Y.; Ibrahim, A. Caracterização de uma nova fibra celulósica de *Salvadora persica* para potencial em compósitos de matriz polimérica. *J. Nat. Fibers* **2024** , 21 , 2409874.
20. Getu, D.; Nallamotheu, RB; Masresha, M.; Nallamotheu, SK; Nallamotheu, AK. Produção e caracterização de compósito híbrido reforçado com fibra de bambu e sisal para aplicação em carrocerias automotivas internas. *Mater. Today Proc.* **2021** , 38 , 2853–2860.
21. Huzaifa, M.; Zahoor, S.; Akhtar, N.; Abdullah, MH; Haider, S.; Khan, SU; Alam, K. Explorando as propriedades mecânicas de compósitos híbridos de epóxi ecológicos reforçados com fibras de sisal, cânhamo e vidro. *J. Mater. Res. Technol.* **2024** , 33 , 2785–2793.
22. Islam, T.; Chaion, MH; Jalil, MA; Rafi, AS; Mushtari, F.; Dhar, AK; Hossain, S. Avanços e desafios em compósitos híbridos reforçados com fibras naturais: uma revisão abrangente. *SPE Polym.* **2024** , 5 , 481–506.
23. Mylsamy, B.; Shanmugam, SKM; Aruchamy, K.; Palanisamy, S.; Nagarajan, R.; Ayirmis, N. Uma revisão sobre compósitos de fibras naturais: matrizes poliméricas, tratamentos de superfície de fibras, métodos de fabricação, propriedades e aplicações. *Polym. Eng. Sci.* **2024** , 64 , 2345–2373.
24. Soni, A.; Das, PK; Gupta, SK; Saha, A.; Rajendran, S.; Kamyab, H.; Yusuf, M. Uma visão geral das tendências recentes e perspectivas futuras de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais sustentáveis para aplicações tribológicas. *Ind. Crop. Prod.* **2024** , 222 , 119501.
25. Oliveira, MS; Luz, FSD; Teixeira Souza, A.; Demóstenes, LCDC; Pereira, AC; Braga, FDO; Monteiro, SN Fibra de Tucum da Palmeira Amazon *Astrocaryum vulgare*: Novo Reforço para Compósitos Poliméricos. *Polímeros* **2020** , 12 , 2259.
26. Marchi, BZ; Oliveira, MS; Bezerra, WBA; de Sousa, TG; Cândido, VS; da Silva, ACR; Monteiro, SN Fibra Ubim (*Geonoma baculífera*): Uma Fibra Natural da Amazônia Brasileira Menos Conhecida para Aplicações em Engenharia. *Sustentabilidade* **2022** , 14 , 421.
27. Souza, AT; Pereira Júnior, RF; Neuba, LDM; Cândido, VS; da Silva, ACR; de Azevedo, ARG; Nascimento, LFC Caranan Fiber from *Mauritiella armata* Palm Tree como novo reforço para compósitos epóxi. *Polímeros* **2020** , 12 , 2037.
28. Ferreira, FV; Pinheiro, IF; Mariano, M.; Cividanes, LS; Costa, JC; Nascimento, NR; Lona, LM. Compósitos poliméricos ecologicamente corretos à base de PBAT

- reforçados com fibras naturais da floresta amazônica. *Polym. Compos.* **2019** , 40 , 3351–3360.
29. Islam, S.; Hasan, MB; Karim, FE; Kodrić, M.; Islam, MR; Khatun, MM; Motaleb, KA. Compósitos de polímeros termofixos e termoplásticos reforçados com fibra de linho: propriedades e aplicação — uma revisão. *SPE Polym.* **2025** , 6 , e10172.
 30. Helaili, S.; Chafra, M.; Chevalier, Y. Identificação das propriedades mecânicas de compósitos reforçados aleatoriamente com fibra natural alfa/epóxi. *Structures* **2021** , 34 , 542–549.
 31. Belouadah, Z.; Rokbi, M.; Ati, A. Fabricação e caracterização de novo compósito à base de resina epóxi e *Lygeum Spartum* L. *Plant. J. Nat. Fibers* **2022** , 19 , 4236–4248.
 32. Rekha, R.; Rajesh, PV; Sham, I.; Sanjai, S.; Kishore, V.; Farook, SJ. Avaliação experimental das características macroscópicas da superfície de um compósito de matriz polimérica epóxi com fibra de bambu. *Mater. Today Proc.* **2024** , 238 , 2185–2204.
 33. Maguteeswaran, R.; Prathap, P.; Satheeshkumar, S.; Madhu, S. Efeito do tratamento alcalino em uma nova fibra natural extraída do caule da acácia Lankaran para aplicações em compósitos poliméricos. *Biomass Conv. Biorefin.* **2024** , 14 , 8091–8101.
 34. Tasgin, Y.; Demircan, G.; Kandemir, S.; Acikgoz, A. Propriedades mecânicas, de desgaste e térmicas de compósito epóxi reforçado com fibras naturais: fibras de algodão, sisal, coco e lã. *J. Mater. Sci.* **2024** , 59 , 10844–10857.
 35. Owen, MM; Achukwu, EO; Md Akil, H. Preparação e caracterização mecânica de compósito epóxi termoendurecido à base de fibra de aguapé. *J. Nat. Fibers* **2022** , 19 , 13970–13984.
 36. Bavanam Nagaraja Reddy, S.; Buddha, K.; Chandra Babu Naidu, K.; Baba Basha, D. Desenvolvimento e avaliação de um material compósito polimérico reforçado com fibra de *Tectona Grandis* , com análise estática. *Polymers* **2025** , 17 , 634.
 37. Maciel, NDOR; Ferreira, JB; da Silva Vieira, J.; Ribeiro, CGD; Lopes, FPD; Margem, FM; da Silva, LC Análise Comparativa de Resistência à Tração entre Compósitos Epóxi Reforçados com Fibra de Curauá e Fibra de Vidro. *J. Mater. Res. Tecnologia.* **2018** , 7 , 561–565.
 38. Santos, CCJ; Oliveira, NHE; Giacon, VM; Manzato, L.; Silva, CG Estudo sobre as propriedades mecânicas e térmicas de fibras amazônicas em biocompósitos poliméricos: malva e tucum. *Fibers Polym.* **2021** , 22 , 3203–3211.
 39. Demóstenes, LCC; Nascimento, LFC; Monteiro, SN; Costa, UO; da Costa Garcia Filho, F.; da Luz, FS; Braga, FO Caracterização Térmica e Estrutural de Fibras de Buriti e Sua Relevância em Compósitos Reforçados com Tecidos. *J. Mater. Res. Tecnologia.* **2020** , 9 , 115–123.
 40. Lima Lopes Júnior, J.; Rodrigues Brabo, D.; Leandro Santos Amaral, E.; Wilson da Cruz Reis, A.; Bastos do Amarante, C.; Gilda Barroso Tavares Dias, C. Caracterização das Fibras Naturais Extraídas do Caule da Aninga e Desenvolvimento de uma Folha Polimérica Unidirecional. *Ciência.* **2024** , 14 , 24780.
 41. Couto, RJC; Colares, A. História do Saber Amazônico e Emancipação Política: Artesanato em Juruti-PA. *Rev. Cocar* **2021** , 15 , 1–21. Disponível online: <https://periodicos.uepa.br/index.php/cocar/article/view/4589> (acessado em 15 de maio de 2025).
 42. Segal, LEA Um método empírico para estimar o grau de cristalinidade da celulose nativa usando o difratômetro de raios X. *Text. Res. J.* **1959** , 29 , 786–794.

43. Cave, ID. Medição por raios X do ângulo da microfibrila. *Wood Sci. Technol.* **1966** , 16 , 37–42.
44. ASTM C1557-20 ; Método de Ensaio Padrão para Resistência à Tração e Módulo de Young de Fibras. ASTM International: West Conshohocken, PA, EUA, 2017.
45. ASTM D 638-12 ; Método de Ensaio Padrão para Propriedades de Tração de Plásticos. ASTM International: West Conshohocken, PA, EUA, 2022.
46. ASTM D 790-17 ; Propriedades de flexão de plásticos não reforçados e reforçados e materiais isolantes elétricos. ASTM International: West Conshohocken, PA, EUA, 2017.
47. Ferreira, DCDON; Ferreira, ADS; Monteiro, SN Weibull Análise de Fibras de Piaçava Testadas à Tração com Diferentes Diâmetros. *Matéria* **2018** , 23 , e12254.
48. Alcock, M.; Ahmed, S.; DuCharme, S.; Ulven, CA. Influência do diâmetro do caule no diâmetro da fibra e nas propriedades mecânicas das fibras técnicas de linho. *Fibers* **2018** , 6 , 10.
49. Sadeghi, P.; Cao, Q.; Abouzeid, R.; Shayan, M.; Koo, M.; Wu, Q. Investigações experimentais e estatísticas das propriedades de tração das fibras de cânhamo. *Fibers* **2024** , 12 , 94.
50. Castro, RG; Amorim, FC; Reis, JML. Efeitos do comprimento da fibra no desempenho de compósitos de epóxi reforçados com piaçava. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part L J. Mater. Des. Appl.* **2020** , 234 , 1431–1438.
51. Pinheiro, MA; Ribeiro, M.M.; Rosa, DLS; Nascimento, DDCB; da Silva, ACR; Dos Reis, MAL; Monteiro, SN; Candido, VS Periquiteira (*Cochlospermum orinocense*): Uma fibra amazônica promissora para aplicação em materiais compósitos. *Polímeros* **2023** , 15 , 2120.
52. Fonseca, AS; Raabe, J.; Baliza, AER; Costa, TG; Silva, LE; Vasconcelos, RP; Marconcini, JM; Savastano, H., Jr.; Mendes, LM; Yu, A.; et al. Principais características de fibras de palmeiras amazônicas subexploradas para uso como potenciais materiais de reforço. *Waste Biomass Valoriz.* **2019** , 10 , 3125–3142.
53. Silva, TTD; Silveira, PHPMD; Ribeiro, MP; Lemos, M. F.; Silva, AP; Monteiro, SN; Nascimento, LFC Caracterização Térmica e Química de Compósitos de Matriz Epóxi Reforçada com Fibra Kenaf (*Hibiscus cannabinus*). *Polímeros* **2021** , 13 , 2016.
54. Fonseca, PL; Garavello, MEDPE; Baruque, RJ; Kohan, L.; Oliveira, D.L.; Fernandes, PRB; Siqueira, UM; Fangueiro, R. Fibras de pseudocaule de bananeira (*Musa* sp.—Cultivar AAB Prata): Características físico-químicas. *Matéria. Cir. Economia.* **2022** , 4 , 21.
55. Khan, A.; Vijay, R.; Singaravelu, DL; Sanjay, MR; Siengchin, S.; Verpoort, F.; Asiri, M. Extração e caracterização de fibra natural da grama *Eleusine indica* como reforço de compósitos de polímero reforçados com fibra sustentáveis. *J. Nat. Fibers* **2021** , 18 , 1742–1750.
56. Reis, RHM; Nunes, L. F.; Oliveira, MS; Veiga, VF; Garcia, FFDC; Pinheiro, MA; Cândido, VS; Monteiro, SN Fibra Guaruman: Outro Possível Reforço em Compósitos. *J. Mater. Res. Tecnologia.* **2020** , 9 , 622–628.
57. SenthamaraiKannan, P.; Kathiresan, M. Caracterização de nova fibra celulósica natural bruta e tratada com álcali de *Coccinia grandis* L. *Carbohydr. Polym.* **2018** , 186 , 332–343.
58. Manimaran, P.; SenthamaraiKannan, P.; Sanjay, MR; Marichelvam, MK; Jawaid, M. Estudo sobre a caracterização da nova fibra natural *Furcraea foetida* como reforço de compósitos para aplicações leves. *Carbohydr. Polym.* **2018** , 181 , 650–658.

59. Ravindran, D.; Padma, SR; Indran, S.; Divya, D. Caracterização da fibra celulósica natural extraída do caule da planta florida *Grewia damine*. *Int. J. Biol. Macromol.* **2020** , *164* , 1246–1255.
60. Vârbán, R.; Crişan, I.; Vârbán, D.; Ona, A.; Olar, L.; Stoie, A.; Ştefan, R. Prospecção comparativa por FT-IR de celulose em caules de algumas plantas fibrosas: linho, veludo, cânhamo e juta. *Appl. Sci.* **2021** , *11* , 8570.
61. Eltahir, HA; Xu, W.; Lu, X.; Li, C.; Ren, L.; Liu, J.; Abedalwafa, MA. Perspectiva e potencial da fibra de líber de *Adansonia digitata* L. (baobá) em materiais compósitos reforçados com fibras naturais. Parte 1: Caracterização da fibra. *J. Nat. Fibers* **2020** , *18* , 2197–2207.
62. Couve, RD; Alemayehu, TG; Gorade, VG Extração e Caracterização de Fibras Lignocelulósicas de *Girardinia bullosa* (Steudel) Wedd. (Planta Kusha da Etiópia). *J.Nat. Fibras* **2018** , *17* , 906–920.
63. Sahayaraj, A.; Felix; Muthukrishnan, M.; Jenish, I. Extração e caracterização da fibra da casca externa da cabaça-esponja. *J. Nat. Fibers* **2023** , *20* , 219–229.
64. Gêmeos, L.; Campione, FP; Corti, C.; Luraschi, M.; Motella, S.; Recchia, S.; Rampazzi, L. Diferenciando entre fibras celulósicas naturais e modificadas usando espectroscopia ATR-FTIR. *Patrimônio* **2022** , *5* , 4114–4139.
65. Yoganandam, K.; Ganeshan, P.; Nagaraja, GB; Raja, K. Estudos de caracterização de fibras de *Calotropis procera* e seu desempenho como reforços em matriz epóxi. *J. Nat. Fibers* **2019** , *17* , 1706–1718.
66. Hyness, NRJ; Vignesh, NJ; Senthamaraiannan, P.; Saravanakumar, SS; Sanjay, MR. Caracterização de uma nova fibra celulósica natural da planta *Heteropogon contortus* . *J. Nat. Fibers* **2018** , *15* , 146–153.
67. Vijay, R.; Singaravelu, DL; Vinod, A.; Sanjay, MR; Siengchin, S.; Jawaid, M. Caracterização de novas fibras celulósicas naturais brutas e tratadas com álcali de *Tridax procumbens* . *Int. J. Biol. Macromol.* **2019** , *125* , 99–108.
68. Atangana, GE; Tchotang, T.; Wedaïna, AG; Olembe, YR; Djaligue, A.; Mahondé, N. Efeito do tratamento alcalino nas propriedades físicas, químicas e mecânicas das fibras do ráquis da palmeira de coco *Nucifera* . *J. Nat. Fibers* **2025** , *22* , 2449439.
69. Jebadurai, SG; Raj, RE; Sreenjvasan, VS; Binoj, JS Caracterização abrangente da fibra celulósica natural do caule de *Coccinia grandis* . *Carbohydr. Polym.* **2019** , *207* , 675–683.
70. Maache, M.; Bezazi, A.; Amroune, S.; Scarpa, F.; Dufresne, A. Caracterização de uma nova fibra celulósica natural de *Juncus effusus* L. *Carbohydr . Polim.* **2017** , *171* , 163–172.
71. Vijay, R.; Singaravelu, DL; Vino, A.; Raj, IFP; Sanjay, MR; Siengchin, S. Caracterização de uma nova fibra natural da grama *Saccharum bengalense* (Sarkanda). *J. Nat. Fibers* **2019** , *17* , 1739–1747.
72. Narayanasamy, P.; Balasundar, P.; Senthil, S.; Sanjay, MR; Siengchin, S.; Khan, A.; Asiri, AM. Caracterização de uma nova fibra celulósica natural do cacho de frutos de *Calotropis gigantea* para compósitos poliméricos ecologicamente corretos. *J. Biol. Macromol.* **2020** , *150* , 793–801.
73. Carranza, NU; Ramiro, VGS; Flores, RN; Ahmed, AGH; Luis, RJ; Arizbe Santiago, A. Caracterização físico-química de fibras naturais obtidas de vagens de sementes de *Ceiba aesculifolia* . *BioResources* **2021** , *16* , 4200–4211.
74. Teles, MCA; Glória, GO; Altoé, GR; Amoy, NP; Margem, FM; Braga, FO; Monteiro, SN. Avaliação da influência do diâmetro na resistência à tração de fibras de folhas de abacaxi (PALF) pelo método de Weibull. *Mater. Res.* **2015** , *18* , 185–192.

75. Barbosa, ADP; Muylaert, MF; Monteiro, SN; Oliveira, CG; Tonini, SN. Efeito do diâmetro equivalente da fibra no módulo de elasticidade das fibras de eucalipto. *Mater. Sci. Forum* **2016** , 869 , 396–401.
76. Neves, ACC; Rohen, LA; Mantovani, DP; Carvalho, JP; Vieira, CMF; Lopes, FP; Monteiro, SN. Propriedades mecânicas comparativas entre biocompósitos de matrizes de epóxi e poliéster reforçados com fibra de cânhamo. *J. Mater. Res. Technol.* **2020** , 9 , 1296–1304.
77. Gargol, M.; Klepka, T.; Klapiszewski, Ł.; Podkościelna, B. Síntese e estudo termomecânico de compósitos à base de resina epóxi com fibras residuais de cânhamo como enchimento ecológico. *Polymers* **2021** , 13 , 503.
78. Kumaar, AS; Senthilkumar, A.; Saravanakumar, SS; Senthamaraikannan, P.; Loganathan, L.; Muthu Chozha Rajan, B. Propriedades mecânicas de compósitos epóxi reforçados com fibra de *Carica papaya* tratados com álcalis . *J.Nat. Fibras* **2022** , 19 , 269–279.
79. Reddy, BM; Reddy, PV; Reddy, YVM; Reddy, BCM; Reddy, RM Propriedades mecânicas, térmicas e morfológicas de compósitos de epóxi reforçados com fibra bruta de *Cordia dichotoma* . *Curr. Res. Green Sustain. Chem.* **2022** , 5 , 100264.
80. Zhang, S.; Zheng, H.; Chang, W.; Lou, Y.; Qian, H. Deterioração microbiológica de revestimento epóxi em aço carbono por *Pseudomonas aeruginosa* . *Coatings* **2023** , 13 , 606.
81. Sabu, M.; Bementa, E.; Jaya Vinse Ruban, Y.; Ginil Mon, S. Uma nova análise das propriedades dielétricas de compósitos epóxi híbridos. *Adv. Compos. Hybrid Mater.* **2020** , 3 , 325–335.
82. Mamudu, U.; Dufresne, A.; Lim, RC. Síntese e caracterização de nanocristais de celulose fosforilada para maior estabilidade UV de filmes nanocompósitos de epóxi. *Compos. Part C Open Access* **2023** , 12 , 100393.
83. Abd El-Baky, MA; Attia, MA; Abdelhaleem, MM; Hassan, MA. Compósitos de epóxi reforçados com fibras de linho/basalto/vidro tipo E com propriedades mecânicas aprimoradas. *J. Nat. Fibers* **2022** , 19 , 954–968.
84. Khan, Z.; Yousif, BF; Islam, M. Comportamento de fratura de compósitos de epóxi reforçados com fibra de bambu. *Compos. Part B Eng.* **2017** , 116 , 186–199.
85. Sepe, R.; Bollino, F.; Boccarusso, L.; Caputo, F. Influência de tratamentos químicos nas propriedades mecânicas de compósitos reforçados com fibra de cânhamo. *Compos. Part B Eng.* **2018** , 133 , 210–217.
86. Rizal, S.; Ikramullah; Gopakumar, DA; Thalib, S.; Huzni, S.; Abdul Khalil, Avaliação da compatibilidade interfacial do HPS no tratamento da fibra em compósitos de epóxi reforçados com fibra de Typha e seu efeito nas propriedades químicas e mecânicas. *Polymers* **2018** , 10 , 1316.
87. Kumar, S.; Prasad, L.; Patel, VK; Kumar, V.; Kumar, A.; Yadav, A.; Winczek, J. Propriedades físicas e mecânicas de compósitos de poliéster epóxi reforçados com fibra de folha natural. *Polymers* **2021** , 13 , 1369.
- 88.** Aruchamy, K.; Subramani, SP; Palaniappan, SK; Sethuraman, B.; Kaliyannan, GV. Estudo sobre as características mecânicas de laminados compósitos reforçados com híbridos de algodão/bambu. *J. Mater. Res. Technol.* **2020** , 9 , 718–726.

4. RESULTADOS A SEREM SUBMETIDOS PARA PUBLICAÇÃO

4.1 FTIR dos Nanocompósitos

Os espectros de FTIR dos nanocompósitos produzidos com matriz epóxi reforçada com fibras de periquiteira (a) e envira (b) e nanocompósitos de matriz poliéster reforçados com fibras de periquiteira (c) e envira (d), estão apresentados na Figura 4.1.

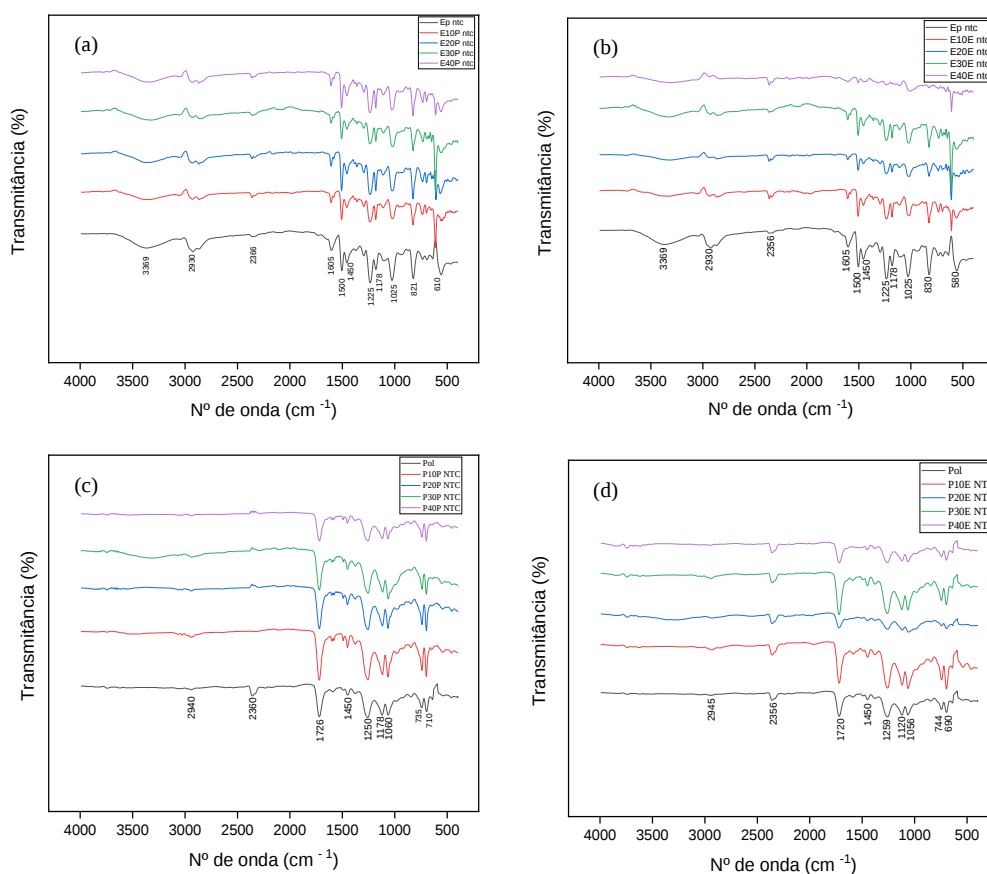


Figura 4.1: Espectros de Ftir obtidos para os nanocompósitos.

É possível observar que a adição de nanotubos não evidenciou a presença de novas bandas significativas nem deslocamentos expressivos nas bandas principais em relação ao compósito sem nanotubos. Esse resultado sugere que a incorporação dos nanotubos não promoveu alterações químicas relevantes nas matrizes epóxi e poliéster, indicando que a interação entre os nanotubos e a matriz ocorreu predominantemente por forças físicas.

4.2 Caracterização Mecânica dos Nanocompósitos de Matriz Epóxi

A Figura 4.2 apresenta os resultados da caracterização mecânica dos nanocompósitos de matriz epóxi ensaiados em tração e flexão.

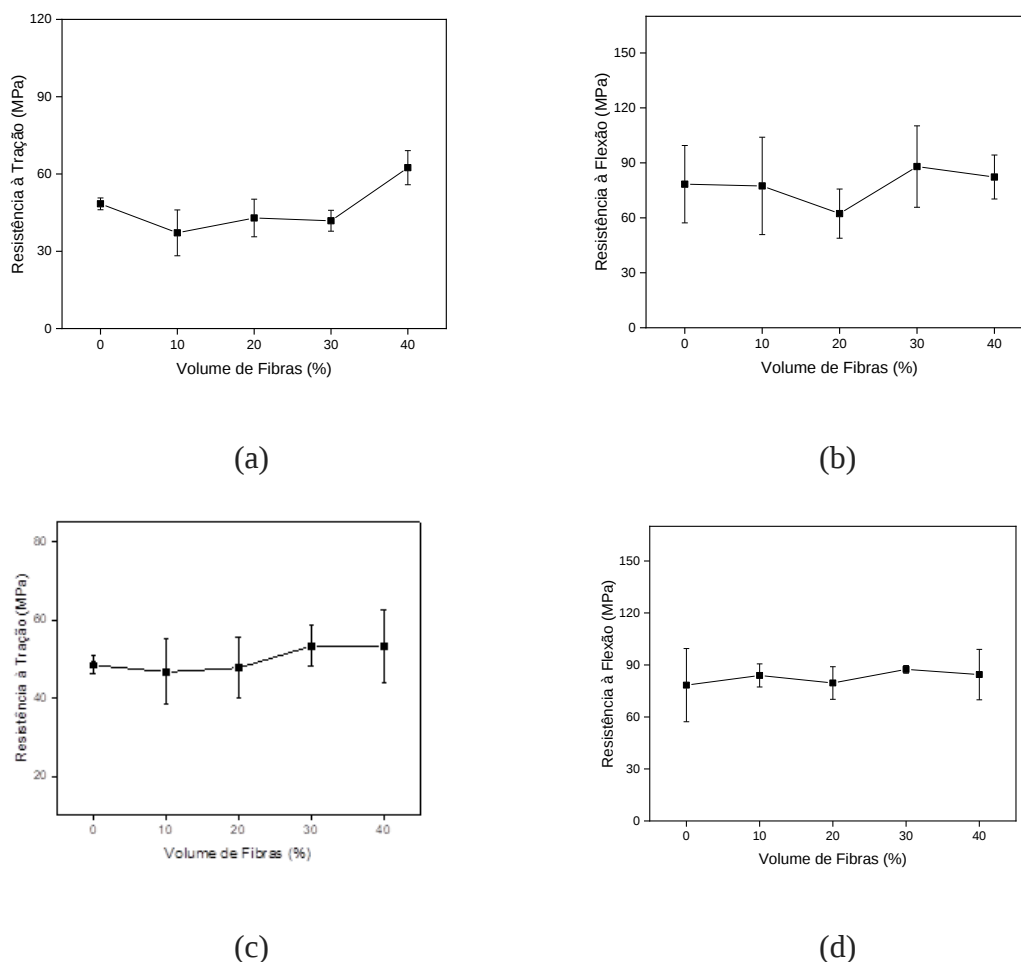


Figura 4.2: Resistência à tração dos nanocompósitos de matriz epóxi: reforçados com fibras de periquiteira (a) e reforçados com fibras de envira (c) e resistência à flexão dos compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras de periquiteira (b) e reforçados com fibras de envira (d).

Os resultados dos ensaios de resistência à tração e resistência à flexão dos nanocompósitos de matriz epóxi reforçados com fibras de periquiteira e envira, com adição de nanotubos, foram analisados com o objetivo de avaliar a influência dos nanomateriais no desempenho mecânico do sistema.

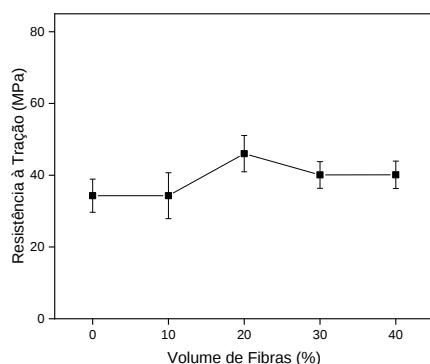
No que se refere à resistência à tração, os resultados indicaram que a incorporação de nanotubos à matriz epóxi não promoveu aumento significativo nos valores obtidos, quando comparados aos compósitos sem a presença desses nanomateriais. Em alguns casos, observou-se uma leve redução na resistência, o que pode estar associado à dispersão não homogênea dos nanotubos na matriz, favorecendo a formação de aglomerados. Esses

aglomerados atuam como pontos de concentração de tensões, comprometendo a eficiência da transferência de carga entre a matriz e as fibras naturais.

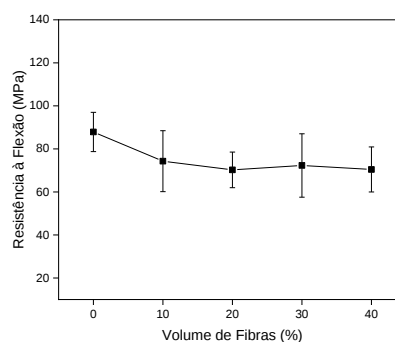
Em relação a resistência à flexão também não foram evidenciadas melhorias significativas com a adição de nanotubos. Os valores obtidos para os nanocompósitos foram próximos ou, em alguns casos, inferiores aos dos compósitos sem nanotubos. Esse comportamento pode ser explicado pela mesma limitação observada na tração, ou seja, a dificuldade de dispersão adequada dos nanotubos na matriz epóxi, além da possível ausência de uma interação interfacial efetiva entre os nanotubos. Além disso, a natureza hidrofílica das fibras de envira e periquiteira, associada à matriz polimérica hidrofóbica, pode contribuir para uma adesão interfacial limitada, a qual não foi significativamente melhorada pela adição dos nanotubos nas condições experimentais adotadas. transferência de tensões.

4.3 Caracterização Mecânica dos Nanocompósitos de Matriz Poliéster

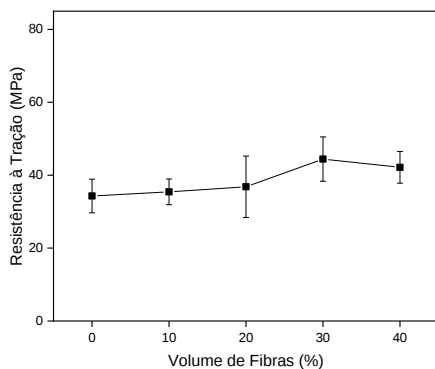
A Figura 4.3 apresenta os resultados da caracterização mecânica dos nanocompósitos de matriz poliéster ensaiados em tração e flexão



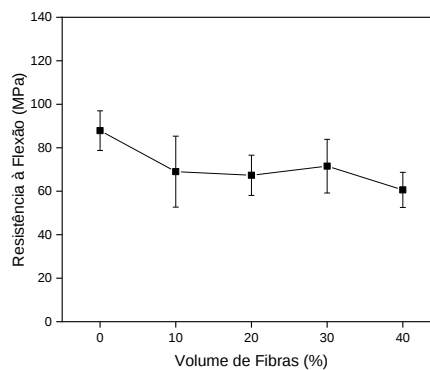
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.3: Resistência à tração dos nanocompósitos de matriz poliéster: reforçados com fibras de periquiteira (a) e reforçados com fibras de envira (c) e resistência à flexão dos compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras de periquiteira (c) e reforçados com fibras de envira (d).

É possível observar que em relação a resistência à tração, os nanocompósitos não apresentaram aumento significativo nos valores obtidos em comparação aos compósitos de referência sem nanotubos, assim como o observado para a matriz epóxi. Esse comportamento também pode ser atribuído, principalmente, à dispersão não uniforme dos nanotubos na matriz poliéster, que favorece a formação de aglomerados. Em relação à resistência à flexão, os resultados seguiram tendência semelhante, não sendo observada melhoria significativa com a incorporação dos nanotubos. Os valores obtidos para os nanocompósitos foram inferiores aos dos compósitos sem adição de NTC. Além disso, a interação interfacial entre a matriz poliéster e as fibras naturais pode ser limitada devido à hidrofílica das fibras de periquiteira e envira, e a adição de nanotubos, não foi suficiente para melhorar essa adesão interfacial.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

5.1. Conclusões

As caracterizações das fibras e dos compósitos reforçados com fibras de envira e periquiteira, revelaram que:

As características físicas, termoquímicas, morfológicas e mecânicas das fibras de Envira e Periquiteira se mostraram condizentes ou superiores a outras fibras lignocelulósicas observadas na literatura, principalmente com relação a resistência a tração das fibras, deformação e módulo de elasticidade;

Os valores de obtidos para a densidade das fibras de envira e periquiteira foram respectivamente 0,23 e 0,43 g/cm³. As análises de DRX e FTIR das fibras evidenciaram a presença de celulose, hemicelulose e lignina. A microscopia eletrônica de varredura revelou que as duas espécies de fibras apresentaram finos feixes de fibrilas e superfície rugosa. A resistência à tração indicou um padrão inverso ao valor de diâmetro.

A caracterização mecânica em tração dos compósitos revelou que, de uma forma geral a adição das fibras de envira e periquiteira em matriz epóxi e poliéster, aumentaram a resistência à tração dos compósitos. Os melhores resultados para os compósitos tanto de matriz epóxi quanto de matriz poliéster, estão associados a composição com 30 % em volume de fibra de periquiteira, sendo estas as composições ideais.

Os resultados da caracterização mecânica em flexão indicam que, a fibra de periquiteira apresenta melhores resultados de resistência para as duas resinas. No geral, as composições com adição de fibras não apresentaram aumento significativo na resistência com o aumento percentual de fibras, entretanto, foi observado um aumento na resistência e na rigidez dos compósitos com relação a matriz.

A análise de variância confirmou que as frações volumétricas de fibra interferem diretamente nas propriedades finais do compósito.

A análise morfológica da região de fratura evidenciou a presença de delaminação, franjas de fratura e locais em que fibras foram arrancadas da matriz, indicando baixa adesão entre matriz e fibra, observou-se ainda locais em que fibras se romperam, fato que é favorável para ganho de resistência à tração.

A adição de nanotubos de carbono não alterou os resultados obtidos, não sendo possível identificar melhora nas propriedades mecânicas de tração e flexão. A análise estatística confirmou os resultados obtidos.

Assim, este trabalho buscou contribuir para a redução da lacuna existente na literatura quanto ao desenvolvimento de compósitos poliméricos reforçados com fibras da Amazônia e matrizes poliméricas funcionalizadas com nanotubos de carbono. Os resultados apresentados indicaram que, apesar de não haver melhoria significativa para os nanocompositos, a incorporação de fibras de envira e periquiteira promoveu melhorias significativas no desempenho físico-mecânico dos compósitos de matrizes poliméricas, evidenciando uma interação interfacial eficiente. Dessa forma, confirma-se o caráter inovador da proposta, reforçando o potencial desses materiais como alternativas sustentáveis e de alto desempenho para aplicações tecnológicas, em especial que demandem baixo peso.

5.2. Sugestões

Com base nesse estudo, são apresentadas, a seguir, algumas sugestões para a continuação do presente trabalho:

- Produzir compósitos de matrizes poliméricas reforçados com fibras finas, médias e grossas distribuídas de maneira alinhadas na matriz.
- Investigar diferentes métodos de funcionalização química e física dos nanotubos de carbono, buscando melhorar a dispersão na matriz polimérica e a adesão interfacial, bem como seus efeitos nas propriedades mecânicas e elétricas dos compósitos.
- Avaliar a incorporação de diferentes percentuais de nanotubos de carbono.
- Realizar estudos de avaliação do ciclo de vida dos compósitos desenvolvidos, comparando-os com materiais convencionais

5. COLETÂNEA DE ARTIGOS

ARTIGO 1: PERIQUITEIRA (*Cochlospermum Orinocense*): A PROMISING AMAZON FIBER FOR APPLICATION IN COMPOSITE MATERIALS

Article

Periquiteira (*Cochlospermum orinocense*): A Promising Amazon Fiber for Application in Composite Materials

Miriane Alexandrino Pinheiro ¹ , Maurício Maia Ribeiro ¹, Diemison Lira Santa Rosa ², Damares da Cruz Barbosa Nascimento ², Alisson Clay Rios da Silva ², Marcos Allan Leite dos Reis ¹ , Sergio Neves Monteiro ³  and Verônica Scarpini Candido ^{1,*} 

¹ Engineering of Natural Resources of the Amazon Program, Federal University of Pará—UFPA, Belem 66075-110, Brazil

² Materials Science and Engineering Program, Federal University of Pará—UFPA, Ananindeua 67130-660, Brazil

³ Materials Science Program, Military Institute of Engineering—IME, Rio de Janeiro 22290-270, Brazil

* Correspondence: scarpini@ufpa.br

Abstract: Natural lignocellulosic fibers (NLFs) have in recent decades appeared as sustainable reinforcement alternatives to replace synthetic fibers in polymer composite material applications. In this work, for the first time, the periquiteira (*Cochlospermum orinocense*), a lesser known NLF from the Amazon region, was analyzed for its density and, by X-ray diffraction (XRD), to calculate the crystallinity index as well as the microfibrillar angle (MFA), thermogravimetric analysis (TGA), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron analysis (SEM) and tensile strength. The apparent density found for the periquiteira fiber was 0.43 g/cm³, one of the NLF's lowest. XRD analysis indicated a crystallinity index of 70.49% and MFA of 7.32°. The TGA disclosed thermal stability up to 250 °C. The FTIR analysis indicated the presence of functional groups characteristic of NLFs. The SEM morphological analysis revealed that the periquiteira fiber presents fine bundles of fibrils and a rough surface throughout its entire length. The average strength value of the periquiteira fiber was found as 178 MPa. These preliminary results indicate that the periquiteira fiber has the potential to be used as a reinforcing agent in polymeric matrices and can generate a lightweight composite with excellent mechanical properties that can be used in various industrial sectors.

Keywords: natural lignocellulosic fiber; periquiteira fiber; characterization



Citation: Pinheiro, M.A.; Ribeiro, M.M.; Rosa, D.L.S.; Nascimento, D.d.C.B.; da Silva, A.C.R.; dos Reis, M.A.L.; Monteiro, S.N.; Candido, V.S. Periquiteira (*Cochlospermum orinocense*): A Promising Amazon Fiber for Application in Composite Materials. *Polymers* **2023**, *15*, 2120. <https://doi.org/10.3390/polym15092120>

Academic Editor: Fabrizio Sarasini

Received: 13 February 2023

Revised: 30 March 2023

Accepted: 4 April 2023

Published: 28 April 2023



Copyright: © 2023 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Introduction

Sustainable development and ecological responsibility have, in recent years, induced the search for alternative, cost-effective, natural materials that can be used as a reinforcement of high-performance composites and aggregate value to these materials [1–4]. Conventional composites, usually applied in several technological sectors, are produced with synthetic reinforcement materials. However, the production of these materials requires greater manufacturing energy, in addition to generating a large amount of non-degradable waste after its lifetime, causing pollution to the environment [5,6].

The search for natural, ecologically correct, sustainable materials that offer mechanical properties comparable to synthetic materials, and which can be produced at a lower cost, has increased considerably. In this context, natural lignocellulosic fibers (NLFs) and fabrics emerge as an alternative use to replace their synthetic equivalents, such as glass, carbon and Kevlar fibers [3–6]. This replacement is occurring in several industrial sectors, such as the automotive, ballistic armor, sports and of construction industries [7–10].

When compared to synthetic fibers, NLFs are generally lighter, cheaper and have specific properties for similar applications [11–22], in addition to being environmentally friendly. These properties may vary according to the chemical composition and physical characteristics of the fibers. The main chemical constituent of an NLF is cellulose, which

is responsible for the fiber's stiffness. A higher amount of cellulose represents better mechanical properties. Another factor that influences the properties of the NLF is the part of the plant from which they are extracted, in addition to cultivation aspects, such as the age of the plant, climate and degradation processes [6,11,13,15].

Several studies have revealed an increase in the search for NLFs that can be used to reinforce polymeric composites, among which those found in the Amazon region stand out [23–37]; for instance, curaua [23,29], buriti [19,30], mallow [27,35], carnauba [38] and titica vine [39]. In addition to Amazon fibers, several other NLFs are being studied as possible reinforcements for polymer composites.

Pennas et al. [33] investigated tucum fibers for their basic characteristics, in terms of density, thermogravimetry, chemical composition and mechanical properties. These characterizations showed that tucum fibers present comparable results with other NLFs. The authors also point out that the similarity with sisal fibers may help future research regarding the potential use of tucum fibers as textile fibers.

Ding et al. [40] analyzed the chemical, thermal, mechanical and morphological properties of a new NLF, which was extracted from the stem of the rattan manau plant (*Calamus manan*) using mechanical separation. The results obtained revealed that this fiber can be used as reinforcement for thermoplastic composites with operating temperatures lower than 300 °C. Furthermore, the average tensile strength reached a value of 273.28 MPa and the scanning electron microscopy (SEM) analysis showed that the fiber presents a rough surface. According to the authors, these characteristics are beneficial for improving the mechanical properties and interfacial adhesion between fiber and matrix in composites. These results indicate the great potential of *Calamus manan* fibers as reinforcement in polymeric composites.

Kummar et al. [41] investigated the fundamental properties of a new plant fiber extracted from the bark of the *Acacia nilotica* tree. The fibers were extracted using the water maceration technique. According to the authors, it is necessary to perform a chemical treatment of the fiber surface to increase surface roughness. The chemical and physical analyses showed remarkable properties for its use as a reinforcement material in the production of composites for lightweight applications.

Vinod et al. [42] studied the properties of an NLF extracted from the stem of the *Cardiospermum halicababum* plant by the manual maceration process. The macerated fiber was analyzed for various physical, chemical, crystalline, thermal stability, tensile and morphological properties. The results obtained from these analyses indicated that *Cardiospermum halicababum* fiber has the advantage of replacing synthetic fibers in lightweight composite applications.

Another example of NLFs native to the Amazon region, which is found in large quantities and might have a potential for application as reinforcement in polymer composite materials, is extracted from the periquiteira plant known scientifically as *Cochlospermum orinocense*. The periquiteira plant, native to the dryland forest, is endemic to the Amazon region, occurring in the states of Mato Grosso, Maranhão and all the states of northern Brazil [43]. Traditionally, the fibers extracted from the plant's stem are used to make ropes and reinforcements for basketwork, due to their high resistance. It is important to note that after the bark is removed for the extraction of the fibers, the periquiteira plant undergoes a sustainable regeneration process.

Research in the Scopus [44] database indicates that the periquiteira plant has been studied in the areas of agriculture, pharmacology, and biochemistry, as shown in Figure 1. However, to our knowledge, studies relating the use of fibers extracted from this plant to engineering applications have not yet been reported.

Therefore, for the first time, a broad investigation is made on the microstructural, morphological and mechanical characteristics of the periquiteira fiber, mainly regarding the characterization of crystallinity index (CI) and microfibril angle (MFA), which have not previously been reported in the literature. In addition, the ratio between tensile strength and the diameter of the periquiteira fibers is investigated, as well as the statistical validation

of these data. Thus, this work is aimed to study the morphological, microstructural and mechanical characteristics of the periquiteira fibers, as well as to establish a correlation between the tensile strength of the fibers with their diametrical distribution pattern.

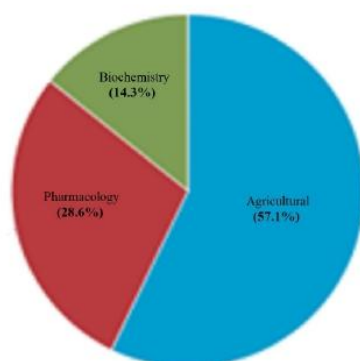


Figure 1. Interest areas of study about periquiteira plant according to Scopus database [44].

2. Materials and Methods

The periquiteira fiber was extracted from the stem of the plant, specifically found in the Amazon Cambium region, and supplied in the municipality of Baião, Pará, Brazil. Figure 2 illustrates the periquiteira plant, its bark extraction site, as well as the manually extracted fibers. The bark of the plant was immersed in water for 24 h to facilitate extraction of the fibers.



Figure 2. Periquiteira plant (a), bark extraction site (b), bark of the plant (c) and periquiteira fibers (d).

Table 1 shows the chemical composition of periquiteira fiber with referrer to cellulose and lignin contents.

Table 1. Periquiteira fiber chemical composition.

Periquiteira Fiber	Cellulose (%)	Lignin (%)	Reference
	60.15	15.03	[45]

2.1. Dimensional Characterization

Density

The apparent density, mass divided by volume, was obtained by the geometric method. To obtain the average diameter (d), each fiber was divided into five distinct points, uniformly separated, and then rotated by 90° . A new reading was carried out at the same five previous points. A total of three measurements were taken at each point, thus obtaining a statistical average. The equipment used was an Even optical microscope, model MDA 1300 (Future Win Joe, Xiasha, Hangzhou, China).

The length (l) of each fiber was measured using a 0.01 mm precision caliper, and its mass was weighed on a YMC electronic scale model, Chyo JK-200 (Kyoto, Japan), with a precision of 0.0001 g. To calculate the volume, it was considered that the fiber has a perfect cylindrical geometry using Equation (1) where V_m is the average volume, d is the average fiber diameter and l is the average length:

$$V_m = \frac{\pi d^2 l}{4} \quad (1)$$

From the values obtained for mass (m) and the average volume of the fiber, it was possible to calculate the density (ρ) using Equation (2) and after that, the fibers were divided into diameter intervals and a correlation was made between the apparent density and the diametrical intervals.

$$\rho = \frac{m}{V_m}, \quad (2)$$

2.2. X-ray Diffraction (XRD)

The XRD analysis was performed on the Proto Manufacturing equipment, XRD Powder Diffraction System: the generator of 30 kV and 2 mA, Cu- $K\alpha_1$ radiation, an angular step of 0.0149° , time interval of 0.5 s, sweep of 47 min and 2θ ranging from 5° to 60° .

The CI calculation followed the method described by Segal et al. [46]. It used the maximum intensity or the area of the peaks (1 0 1) and (0 0 2), which are associated with the amorphous and crystalline phases of the fibers. The value of CI was determined using:

$$CI = \left(1 - \frac{I_1}{I_2}\right) * 100 \quad (3)$$

In which I_1 is the intensity of minimum (amorphous region) and I_2 is the intensity of the diffraction maximum (crystalline region).

Microfibril Angle (MFA)

The MFA was evaluated by the method proposed by Cave [47] based on the cellulose (0 0 2) peak. Based on the XRD analysis, the MFA value is obtained from the relation between the Gauss curve and the first and second-order derivative curves. From this analysis, the parameter “ T ” is obtained, which is applied to the polynomial expression:

$$MFA = -12.19 \times T^3 + 113.67 \times T^2 - 348.40 \times T + 358.09 \quad (4)$$

2.3. Thermogravimetric Analysis (TGA)

To analyze the thermal stability of the fibers, TGA was performed in an equipment NETZSCH (Berlin, Germany) model STA 449 F3 Jupiter. The atmosphere used was nitrogen with a flow rate of 50 mL/min, a heating rate of 10 °C/min, and a temperature range from 20 to 500 °C.

2.4. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

The FTIR analysis was performed in an equipment Bruker, model Vertex 70 v (Madison, WI, USA), using a mid-infrared range (4000–400 cm^{-1}).

2.5. SEM Analysis

The periquiteira fiber surface morphology was analyzed by scanning electron microscopy (SEM) in a model Mira3 FEG 250 TESCAN microscope (Brno, Czech Republic) operating with secondary electrons at 5 kV and a work distance between 25 and 10 mm.

2.6. Tensile Tests

The determination of the mechanical properties obtained in 60 fibers was achieved using the tensile test. The preparation of each fiber specimen was performed according to ASTM C1557 [48]. Before the tensile test, the fibers were attached to a 90 m/g^2 paper using epoxy adhesive. The tensile tests were performed in an EMIC DL 10,000 (Instron, São José dos Pinhais, Brazil) universal testing machine, with a 5 kN load cell. The tensile tests were carried out on specimens with 40-mm gage length using the displacement control at a rate of 0.5 mm/min. The cross-section of the fibers was considered circular, and their cross-section areas were used to calculate the tensile strength. Furthermore, the strain property was calculated from the load-displacement data, and apparent Young's modulus was based on the slope of the stress-strain curve in the elastic region.

2.7. Statistical Analysis

The statistical validation of the data was performed using the analysis of variance (ANOVA), with a confidence interval of 95% ($p < 0.05$). The mean values were compared by the Tukey test.

3. Results

3.1. Dimensional Characterization

The distribution of fiber frequency in relation to the diameter interval is presented in Figure 3a and the variation of density with periquiteira fiber diameter is in Figure 3b.

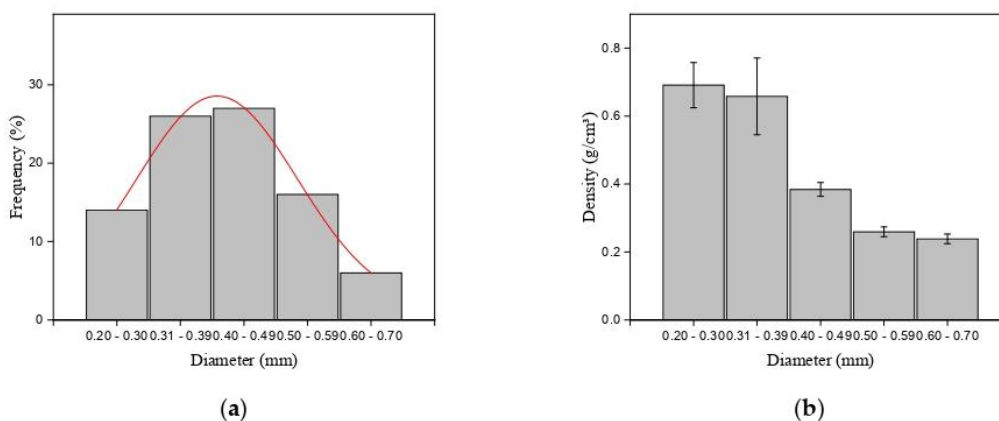


Figure 3. Distribution of the frequency of fibers (a) and the density relation (b) with periquiteira fiber diameter.

It is possible to observe a higher amount of fiber in the diameter range of 0.4–0.49 mm, following an almost normal distribution pattern. This pattern suggests that the periquiteira fibers have a larger number of fibers with a medium diameter and only a smaller number of thick fibers. The value found for the fiber mean diameter was 0.50 mm. This result may be associated with the nature of the fibers, which being more compact, present a relatively smaller diameter. The mean density value, obtained from the geometric method, was 0.43 g/cm^3 . This value is lower when compared to the densities of other NLFs from the Amazon, such as guaruman and ubim [25,26,34]. It is also observed, in Figure 3b, that the mean density decreases as the diameter increases. This fact may be associated with a greater number of voids in the structure of larger-diameter fibers. The same pattern was observed for guaruman fiber, in which the thinner thickness fibers had fewer voids and open space pores and, consequently, higher density [26]. According to Moshi et al. [49] low-density fibers can be indicated for the production of lighter composites with high mechanical performance.

3.2. XRD Analysis

Figure 4 shows the diffractogram obtained from the periquiteira fiber. A halo is observed at an angle of 16.48° and a peak at 22.78° , referring to planes (1 0 1) and (0 0 2) which, respectively, indicate the presence of amorphous constituents and crystalline cellulose in the fiber. The crystallinity index value obtained from the periquiteira fiber was 70.49%. This result is comparable to other values reported from Amazonian NLFs, such as guaruman [25], buriti [30] and ubim [34].

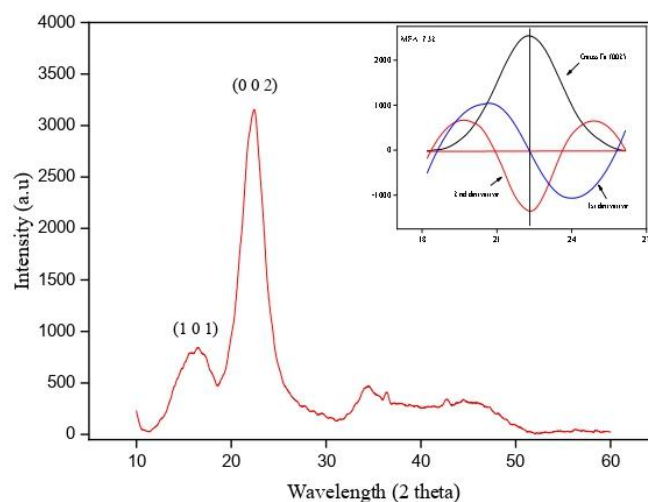


Figure 4. XRD pattern of the periquiteira fiber.

The peak at 22.78° , which indicates the crystalline part of the fiber was used to evaluate the MFA and calculated as 7.32° . This value is similar to MFA values of other lignocellulosic fibers [25,34,38]. According to Junio et al., [38] low MFA values are considered to be favorable indicators of good mechanical properties, providing better fiber strength results.

3.3. TGA Analysis

Thermogravimetric curve (TG) and its derivative (DTG) obtained for the periquiteira fibers are shown in Figure 5.

The TG curve shows that fiber mass reduction occurs within two temperature ranges, as noted by da Silva et al. [45]. Between RT and 120°C , the first reduction occurs, related to the evaporation of water, which evidences the presence of the OH group in the structure of the fibers [50]. The second loss occurs between 250 and 320°C , corresponding to the cleavage of glycosidic linkages of cellulose [50,51] beyond lignin degradation [52] that

can occur by pyrolysis [50]. This same pattern was also observed by Moshi et al. [49] and Maache et al. [53]. The cellulose chain degradation is observed at temperatures close to 300 °C, due to the inert atmosphere [50] used in this experiment, a fact also observed by da Silva [45], Cunha et al. [54] and Moshi et al. [49]. After this temperature, no mass loss is observed, suggesting that beyond this stage, all components of the natural fiber were thermally degraded.

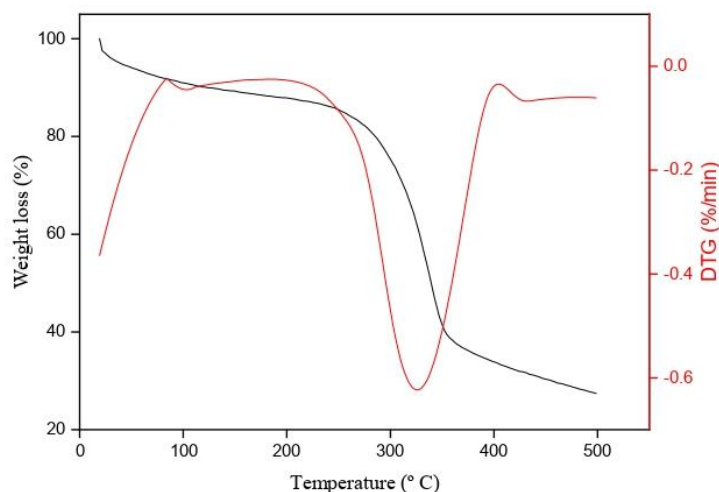


Figure 5. TG and DTG obtained for periquiteira fibers.

3.4. FTIR Analysis

The FTIR spectrum of the periquiteira fiber is shown in Figure 6. This spectrum shows absorption bands of different chemical functional groups, which are present in the cellulose, hemicellulose and lignin structures. Between 3100 and 3800 cm^{-1} bands attributed to the stretching of the OH group are observed, evidencing the presence of cellulose and lignin [49,55]. The band at 2895 cm^{-1} corresponds to the elongation of the bond in CH, a constituent of cellulose [56]. At 2345 cm^{-1} the band referring to the alkyl chain denotes the presence of wax [56]. The band at 1727 is related to the stretching and bending of C=O in hemicellulose [57]. The absorbance at 1645 can be attributed to stretching C=C of the benzene ring referring to the lignin content [58]. At 1445 cm^{-1} it is an observed symmetric bending of CH_2 , which denotes the presence of cellulose [57]. The band at 1025 cm^{-1} denotes the presence of an aromatic ring related to the bending and vibration of C-H and CO [59].

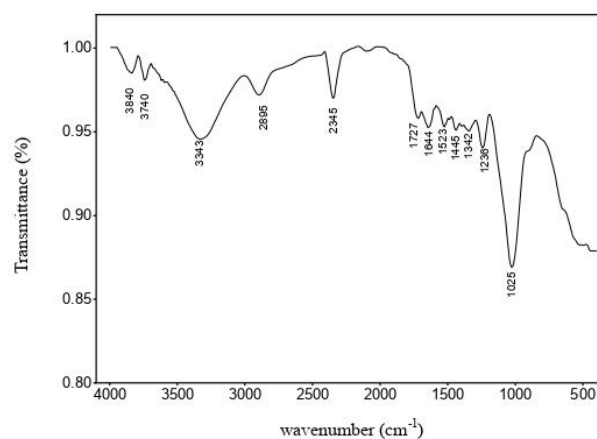


Figure 6. FTIR of the periquiteira fiber.

3.5. SEM Analysis

The morphology of the periquiteira fiber, analyzed by SEM, is shown in Figure 7. It is possible to observe in Figure 7a,b that the periquiteira fiber is composed of several thin bundles of fibrils. In addition, it presents flaws and irregularities along the fiber length. It is also still observed, in Figure 7c, that the fiber has a rough surface and the presence of porosity, beyond bundles of fibrils aligned in the direction of the length of the fiber. Manimaran et al. [55] also observed the presence of a rough surface, aligned bundles and pores. The presence of pores can affect the tensile strength property but, they may contribute to a better adhesion of the fiber in the matrix [53,59,60]. This factor may indicate good mechanical properties for periquiteira fiber-reinforced polymeric composites. Maache et al. [53] associated the improved mechanical anchoring of the *Juncus effusus* fiber in the matrix due to the observed surface roughness. The fiber morphological characteristics presented in Figure 7 may be compared with morphologies of different NLFs already reported in the literature [49,53,55–60].

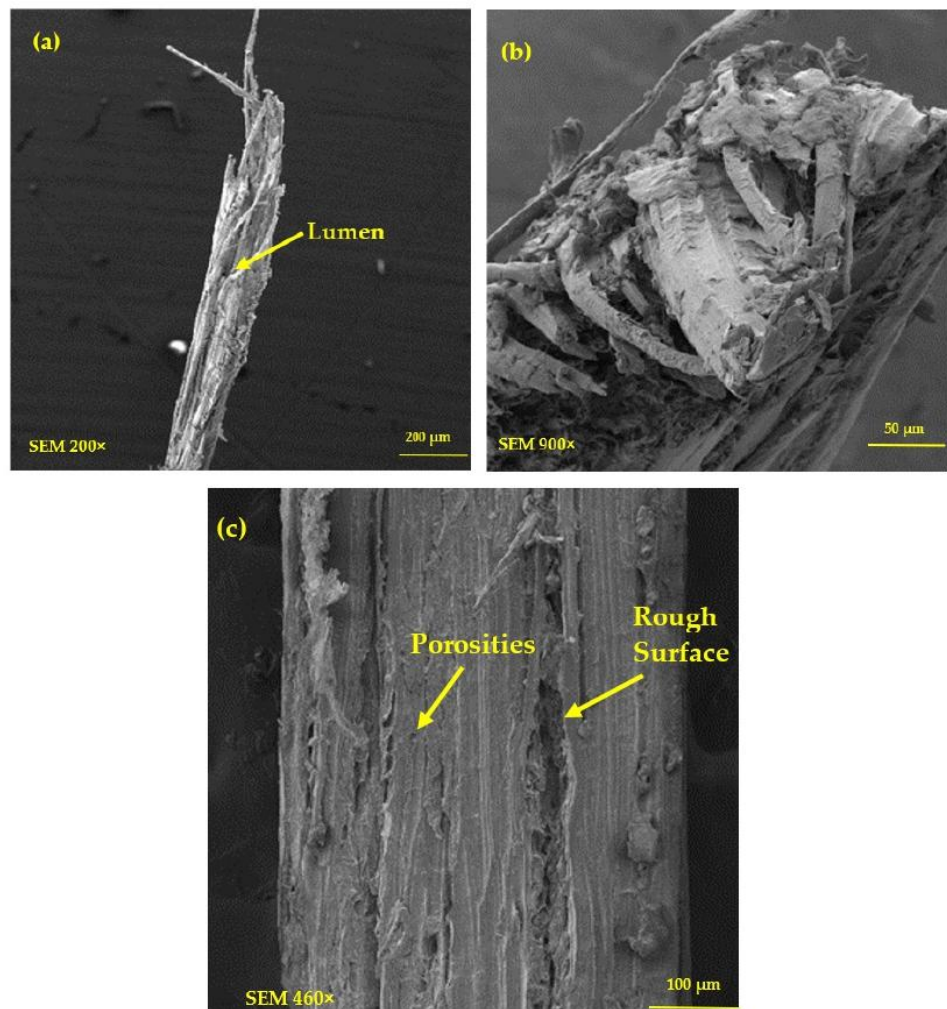


Figure 7. SEM surface morphology of the periquiteira fiber: (a) fiber cross-section with magnification of 200×; (b) fiber cross-section with magnification of 900× e (c) longitudinal section.

3.6. Tensile Tests

Figure 8 shows the graph of tensile strength in relation to the diameter interval of the periquiteira fiber.

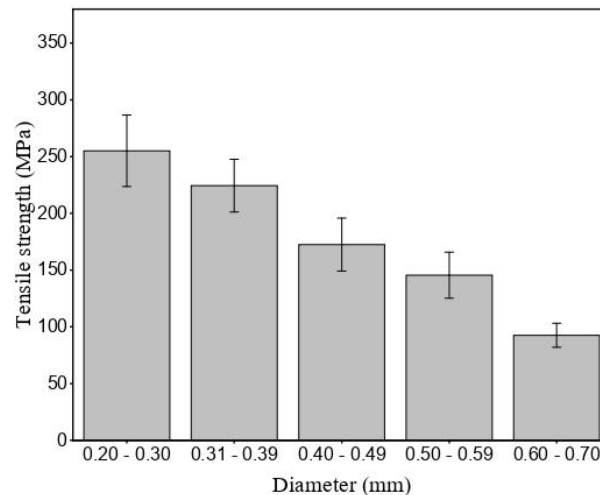


Figure 8. Tensile strength in relation to the diameter interval of the periquiteira fiber.

The average value found for the strength of the periquiteira fiber was 178 MPa. This value is similar to that found by da Silva et al. [45]. However, it is higher when compared to the strength of some NLFs that have been investigated for possible applications in composite materials [49,53,55–59]. It is possible to observe a decrease in tensile strength with increasing diameter interval, suggesting that the tensile strength of the fibers is inversely proportional to the increase in the size of the fibrillar diameter. This correlation may contribute to the selection of more resistant fibers for manufacturing high-performance composites. Furthermore, it is suggested that thinner fibers may have higher cellulose contents to the detriment of thicker ones, which may also explain this inversely proportional correlation between tensile strength and fibrillar diametrical increase, however, this fact is still under study. The average value found for the smaller diameter interval was 255 MPa. This pattern may be related to the number of defects in the fiber structure, as observed in the micrographs, Figure 7, and also in the density pattern, Figure 3b, in relation to the diameter interval. Studies indicate that fibers with smaller diameters tend to present a uniform pattern with more compact microfibrils, fewer void spaces and, consequently, have greater strength [25,34]. However, in thicker fibers, there is a greater number of defects and microstructural porosity, which can cause a decrease in strength [61–64]. The resistance of the periquiteira fiber can be directly related to its high cellulose content and the low microfibrillar angle since high cellulose contents and greater angles confer greater mechanical resistance [34,55].

Marchi et al. [34], when characterizing the ubim fibers, found tensile strength values similar to those reported in the present study. Ribeiro et al. [35] found values of tensile strength for jute and mallow that were much higher than for the periquiteira fiber. However, the fiber studied might be considered lighter as an alternative for reinforcing polymeric matrix composites. In addition, the use of this new fiber can contribute to the development of more sustainable lightweight composites, since this fiber has a lower density when compared to other NLFs, such as jute and mallow [35], coir and banana [65].

Figure 9 shows the graph of the apparent Young's modulus in relation to the periquiteira fibers diameter interval.

It is possible to observe that, with the increase of the diameter, there is a decrease in the average value of the apparent Young's modulus. This fact indicates that the thinner periquiteira fibers present greater stiffness than the thicker fibers, suggesting that the fibers of smaller diameters have more compact fibril bundles. The inverse correlation of stiffness with diameter can be attributed to the fiber microstructure and also to the random rupture of microfibrils [66–69]. Similar behavior was observed by Zakikhani et al. [70] when studying the mechanical properties of bamboo fibers.

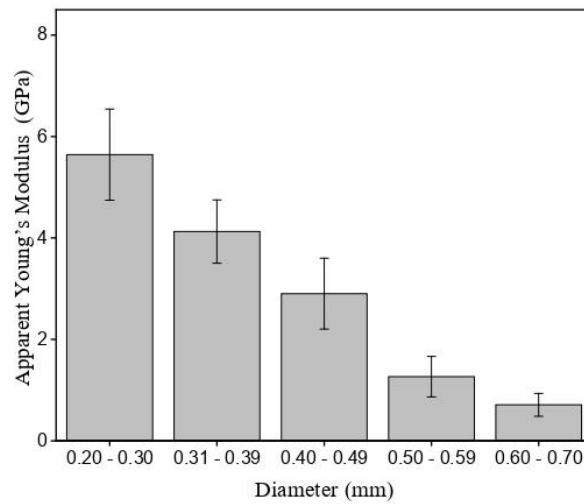


Figure 9. Apparent Young's modulus in relation to the diameter interval of the periqueiteira fiber.

Figure 10 presents the strain of the periqueiteira fibers in relation to the diameter interval.

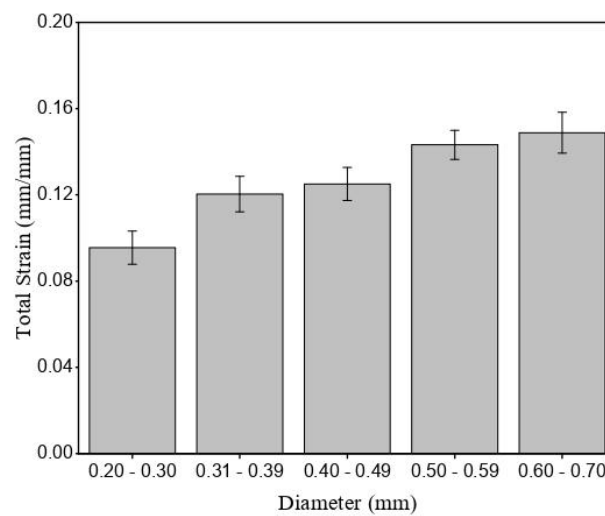


Figure 10. Strain in relation to the diameter interval.

It is observed that the periqueiteira fiber presents an increase in the average value of strain for fibers with greater diameter, confirming the results obtained for the apparent Young's modulus shown in Figure 9. The greater amount of microfibrils and lower lignin contents [45] in the higher-diameter fibers may contribute to the increase in fiber strain.

3.7. Statistical Analysis

Statistical analysis of variance (ANOVA) of the mechanical characterization is presented in Table 2.

Table 2. Analysis of variance for mechanical characterization in relation to the diameter interval.

Tensile Strength (MPa)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (Calculated)	p-Value	F Critical
Between the groups	164,850.8	4	41,212.7	7.920	6.37×10^{-5}	2.579
Inside the group	234,150.4	45	5203.342			
Total	399,001.2	49				
Apparent Young's Modulus (GPa)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (calculated)	p-value	F critical
Between the groups	164.845	4	41.211	10.888	2.93×10^{-6}	2.579
Inside the group	170.327	45	3.785			
Total	335.173	49				
Total Strain (mm/mm)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (calculated)	p-value	F critical
Between the groups	0.017	4	0.004	6.898	0.2×10^{-3}	2.579
Inside the group	0.029	45	0.0006			
Total	0.047	49				

It is possible to observe that the calculated F values are higher than the critical F values for all properties. Thus, the hypothesis of equality between the average values of the properties for a significance level of 5% is rejected. Based on these results, it was necessary to perform Tukey's test to evaluate whether increasing the diameter significantly changes the mechanical properties of the fibers. The results of the Tukey test are presented in Table 3.

Table 3. Differences between the average values of the diameter intervals after applying the Tukey test.

Tensile Strength (m.s.d = 84.400)					Apparent Young's Modulus (m.s.d = 2.276)					Total Strain (m.s.d = 0.030)				
0.20–0.30	0.31–0.39	0.40–0.49	0.50–0.59	0.60–0.70	0.20–0.30	0.31–0.39	0.40–0.49	0.50–0.59	0.60–0.70	0.20–0.30	0.31–0.39	0.40–0.49	0.50–0.59	0.60–0.70
0	30.768	82.660	109.628	162.569	0	1.515	2.739	4.376	4.932	0	0.025	0.029	0.048	0.053
0.31–0.39	30.768	0	51.891	78.860	131.800	1.515	0	1.224	2.861	0.025	0	0.005	0.023	0.028
0.40–0.49	82.660	51.891	0	26.968	79.908	2.739	1.224	0	1.636	0.029	0.005	0	0.018	0.024
0.50–0.59	109.628	78.860	26.968	0	52.940	4.376	2.861	1.636	0	0.048	0.023	0.018	0	0.006
0.60–0.70	162.569	131.800	79.908	52.940	0	4.932	3.416	2.192	0.556	0.053	0.028	0.024	0.006	0

The minimum significant difference (m.s.d) is a value that indicates which treatment differs in its mean values. When the absolute value of the difference between two means is equal to or greater than the m.s.d value, the means are considered statistically different. The m.s.d values obtained for the tensile strength, apparent Young's modulus and total strain, were respectively 84.400, 2.276 and 0.030.

Thus, it was possible to observe that the diameter influences the mechanical properties of the fiber. The smaller diameter intervals have, in fact, higher tensile strengths and apparent Young's modulus. The strain presents the smaller values in the thinner fibers. It is also believed that there is a directly proportional correlation between the density and the tensile strength of the periquiteira fibers, the fibers being denser, more resistant and with a smaller diameter. This can provide the production of composites with high mechanical performance and still light due to the average apparent density of this fiber.

4. Conclusions

The characterization of periquiteira fibers extracted from the stem of the plant, scientifically known as *Cochlospermum orinocense*, revealed that:

The fiber density measured by the geometric method was 0.43 g/cm^3 , which is among the lowest reported so far for natural lignocellulosic fibers (NLFs). In addition, it showed a tendency to decrease with increasing fiber diameter dimensions. The XRD analysis of the periqueira fiber, permitted to calculate the crystallinity index (70.4%) and microfibrillar angle (7.32°), values that are associated with good mechanical properties of the fibers. The FTIR indicated the presence of different functional groups found in cellulose, hemicellulose, lignin and waxes, the main components of NLFs. The fiber morphology analysis revealed the presence of microfibrils, flaws and microstructural irregularities along its length, which are morphological characteristics similar to those observed in different NLFs. The mechanical characterization showed that the average values for strength and apparent Young's modulus of the periqueira fiber were 178 MPa and 2.92 GPa, respectively, and indicated a decrease in strength with increasing fiber diameter. Moreover, it was found that the resistance of the periqueira fiber is directly associated with the fibrillar diameter, showing that the natural and intrinsic defects of the fiber directly affect its resistance, suggesting that thicker fibers have a greater number of defects and, therefore, are less resistant. The same pattern was observed in the density values, indicating that fibers with higher density, with fewer defects in their structure, presented better resistance. The average value of tensile strength, low fibrillar density and thermal results disclose that periqueira fibers a promising NLF has the potential to be used to reinforce low-density polymeric composites, which can be applied in the civil construction and sports industry, replacing composites reinforced with synthetic fibers.

Author Contributions: Conceptualization, investigation, methodology, resources, validation, and visualization, M.A.P. and M.M.R.; investigation, methodology, D.L.S.R. and D.d.C.B.N.; formal analysis, validation, visualization, and funding acquisition, S.N.M.; validation, and visualization and supervision, A.C.R.d.S. and M.A.L.d.R.; conceptualization, investigation, data curation, visualization, writing—original draft, writing—review and editing, and validation, V.S.C. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Funding: This research was partially financed by the Brazilian National Council of Scientific Technological and Innovation Development (CNPq), number 400700/2021-2, Brazil, and Dean of Research and Graduate Studies (Proesp), Federal University of Pará.

Institutional Review Board Statement: Not applicable.

Informed Consent Statement: Not applicable.

Data Availability Statement: Not applicable.

Acknowledgments: Brazilian National Council of Scientific Technological and Innovation Development (CNPq), Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel (Capes), Dean of Research and Graduate Studies (Proesp), Federal University of Pará (UFPA).

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

References

1. Gu, Y.; Zhang, J. Tensile Properties of Natural and Synthetic Rattan Strips Used as Furniture Woven Materials. *Forests* **2020**, *11*, 1299. [\[CrossRef\]](#)
2. Meliande, N.M.; Silveira, P.H.P.M.d.; Monteiro, S.N.; Nascimento, L.F.C. Tensile Properties of Curaua–Aramid Hybrid Laminated Composites for Ballistic Helmet. *Polymers* **2022**, *14*, 2588. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
3. Hasan, K.M.F.; Horváth, P.G.; Alpár, T. Potencial Natural Fiber Polymeric Nanobiocomposites: A review. *Polymers* **2020**, *12*, 1072. [\[CrossRef\]](#)
4. Kerni, L.; Singh, S.; Patnaik, A.; Kumar, N. A review on natural fiber reinforced composites. *Mater. Today Proc.* **2020**, *28*, 1616–1621. [\[CrossRef\]](#)
5. Yogesha, B.; Bhat, K.S.; Madhu, P.; Sanjay, M.R.; Gowda, T.Y.; Senthamaraikannan, P. Polymer matrix-natural fiber composites: An overview. *Cogent Eng.* **2018**, *5*, 1446667. [\[CrossRef\]](#)
6. Li, M.; Pu, Y.; Thomas, V.M.; Yoo, C.G.; Ozcan, S.; Deng, Y.; Nelson, K.; Ragauskas, A.J. Recent advancements of plant-based natural fiber-reinforced composites and their applications. *Compos. Part B Eng.* **2020**, *200*, 108254. [\[CrossRef\]](#)
7. Kumar, R.; Ul Haq, M.I.; Raina, A.; Anand, A. Industrial applications of natural fibre-reinforced polymer composites—challenges and opportunities. *Int. J. Sustain. Eng.* **2019**, *12*, 212–220. [\[CrossRef\]](#)

8. Keya, K.N.; Kona, N.A.; Koly, F.A.; Maraz, K.M.; Islam, M.N.; Khan, R.A. Natural fiber reinforced polymer composites: History, types, advantages and applications. *Mater. Eng. Res.* **2019**, *1*, 69–85. [\[CrossRef\]](#)
9. Ferreira, F.V.; Pinheiro, I.F.; de Souza, S.F.; Mei, L.H.; Lona, L.M. Polymer composites reinforced with natural fibers and nanocellulose in the automotive industry: A short review. *J. Compos. Sci.* **2019**, *3*, 51. [\[CrossRef\]](#)
10. Getu, D.; Nallamotheu, R.B.; Masresha, M.; Nallamotheu, S.K.; Nallamotheu, A.K. Production and characterization of bamboo and sisal fiber reinforced hybrid composite for interior automotive body application. *Mater. Today Proc.* **2021**, *38*, 2853–2860. [\[CrossRef\]](#)
11. Aisyah, H.A.; Paridah, M.T.; Sapuan, S.M.; Ilyas, R.A.; Khalina, A.; Nurazzi, N.M.; Lee, S.H.; Lee, C.H. A comprehensive review on advanced sustainable woven natural fibre polymer composites. *Polymers* **2021**, *13*, 471. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
12. Filho, E.G.O.; Luz, F.S.; Fujiyama, R.T.; Silva, A.C.R.; Candido, V.S.; Monteiro, S.N. Effect of chemical treatment and length of Raffia fiber (*Raphia vinifera*) on mechanical stiffening of polyester composites. *Polymers* **2020**, *12*, 2899. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
13. Karimah, A.; Ridho, M.R.; Munawar, S.S.; Adi, D.S.; Damayanti, R.; Subiyanto, B.; Fatriasari, W.; Fudholi, A. A review on natural fibers for development of eco-friendly bio-composite: Characteristics, and utilizations. *J. Mater. Res. Technol.* **2021**, *13*, 2442–2458. [\[CrossRef\]](#)
14. Vigneshwaran, S.; Sundarakannan, R.; John, K.M.; Johnson, R.D.J.; Prasath, K.A.; Ajith, S.; Arumugaprabu, V.; Uthayakumar, M. Recent advancement in the natural fiber polymer composites: A comprehensive review. *J. Clean. Prod.* **2020**, *277*, 124109. [\[CrossRef\]](#)
15. Zhang, Z.; Cai, S.; Li, Y.; Wang, Z.; Long, Y.; Yu, T.; Shen, Y. High performances of plant fiber reinforced composites—A new insight from hierarchical microstructures. *Compos. Sci. Technol.* **2020**, *194*, 108151. [\[CrossRef\]](#)
16. da Luz, F.S.; Garcia Filho, F.D.C.; Del-Rio, M.T.G.; Nascimento, L.F.C.; Pinheiro, W.A.; Monteiro, S.N. Graphene-incorporated natural fiber polymer composites: A first overview. *Polymers* **2020**, *12*, 1601. [\[CrossRef\]](#)
17. Sanjay, M.R.; Siengchin, S.; Parameswaranpillai, J.; Jawaaid, M.; Pruncu, C.I.; Khan, A. A comprehensive review of techniques for natural fibers as reinforcement in composites: Preparation, processing and characterization. *Carbohydr. Polym.* **2019**, *207*, 108–121. [\[CrossRef\]](#)
18. Negrão, A.G.; Pinto, E.M.; Silva, L.B.D. Pineapple leaf fibre (*Ananas comosus*) composite for use in the built environment. *Ambiente Construído* **2020**, *20*, 627–645. [\[CrossRef\]](#)
19. Monteiro, S.N.; Margem, F.M.; Altoé, G.R.; Loiola, R.L.; Picanço Oliveira, M. Tensile Strength of Polyester Composites Reinforced with Thinner Buriti Fibers. *Mater. Sci. Forum* **2014**, *805*, 466–471. [\[CrossRef\]](#)
20. Jeyapragash, R.; Srinivasan, V.; Sathiyamurthy, S. Mechanical properties of natural fiber/particulate reinforced epoxy composites—A review of the literature. *Mater. Today* **2020**, *22*, 1223–1227. [\[CrossRef\]](#)
21. Jain, J.; Jain, S.; Sinha, S. Characterization and thermal kinetic analysis of pineapple leaf fibers and their reinforcement in epoxy. *J. Elastomers Plast.* **2019**, *51*, 224–243. [\[CrossRef\]](#)
22. Kumar, P.S.S.; Allamraju, K.V. A review of natural fiber composites [Jute, Sisal, Kenaf]. *Mater. Today Proc.* **2019**, *18*, 2556–2562. [\[CrossRef\]](#)
23. Maciel, N.D.O.R.; Ferreira, J.B.; da Silva Vieira, J.; Ribeiro, C.G.D.; Lopes, F.P.D.; Margem, F.M.; da Silva, L.C. Comparative tensile strength analysis between epoxy composites reinforced with curaua fiber and glass fiber. *J. Mater. Res. Technol.* **2018**, *7*, 561–565. [\[CrossRef\]](#)
24. de Assis, F.S.; Pereira, A.C.; da Costa Garcia Filho, F.; Lima, E.P., Jr.; Monteiro, S.N.; Weber, R.P. Performance of jute non-woven mat reinforced polyester matrix composite in multilayered armor. *J. Mater. Res. Technol.* **2018**, *7*, 535–540. [\[CrossRef\]](#)
25. Reis, R.H.M.; Nunes, L.F.; Oliveira, M.S.; de Veiga Junior, V.F.; Garcia Filho, F.D.C.; Pinheiro, M.A.; Monteiro, S.N. Guaruman fiber: Another possible reinforcement in composites. *J. Mater. Res. Technol.* **2020**, *9*, 622–628. [\[CrossRef\]](#)
26. Reis, R.H.M.; Candido, V.S.; Nunes, L.F.; Monteiro, S.N. Chemical and morphological characterization of guaruman fiber. In *Green Materials Engineering*; Springer: Cham, Switzerland, 2019; pp. 107–113. [\[CrossRef\]](#)
27. de Moraes, Y.M.; Ribeiro, C.G.D.; Ferreira, C.L.; Lima, E.S.; Margem, J.I.; Nascimento, L.F.C.; Monteiro, S.N. Mechanical behavior of mallow fabric reinforced polyester matrix composites. *J. Mater. Res. Technol.* **2018**, *7*, 515–519. [\[CrossRef\]](#)
28. Souza, A.T.; Neuba, L.M.; Junio, R.F.P.; Carvalho, M.T.; Candido, V.S.; Figueiredo, A.B.S.; Monteiro, S.N.; Nascimento, L.F.C.; da Silva, A.C.R. Ballistic Properties and Izod Impact Resistance of Novel Epoxy Composites Reinforced with Caranan Fiber (*Mauritiella armata*). *Polymers* **2022**, *14*, 3348. [\[CrossRef\]](#)
29. Teixeira, L.A.; Vilson Dalla Junior, L.; Luz, S.M. Chemical treatment of curaua fibres and its effect on the mechanical performance of fibre/polyester composites. *Plast. Rubber Compos.* **2021**, *50*, 189–199. [\[CrossRef\]](#)
30. da Cruz, D.L.C.; Nascimento, L.F.C.; Monteiro, S.N.; Costa, U.O.; da Costa Garcia Filho, F.; da Luz, F.S.; Braga, F.O. Thermal and structural characterization of buriti fibers and their relevance in fabric reinforced composites. *J. Mater. Res. Technol.* **2020**, *9*, 115–123. [\[CrossRef\]](#)
31. Reis, R.H.; Garcia Filho, F.C.; Nunes, L.F.; Candido, V.S.; Silva, A.C.; Monteiro, S.N. Impact Resistance of Epoxy Composites Reinforced with Amazon Guaruman Fiber: A Brief Report. *Polymers* **2021**, *13*, 2264. [\[CrossRef\]](#)
32. Luz, F.S.D.; Monteiro, S.N.; Tommasini, F.J. Evaluation of dynamic mechanical properties of PALF and coir fiber reinforcing epoxy composites. *Mater. Res.* **2018**, *21*, 1–5. [\[CrossRef\]](#)
33. Pennas, L.G.D.A.; Leonardi, B.; Das Neves, P.; Coelho, L.S.; Junior, H.S.; Baruque-Ramos, J. Amazonian tucum (*Astrocaryum chambira* Burret) leaf fiber and handcrafted yarn characterization. *SN Appl. Sci.* **2020**, *2*, 228. [\[CrossRef\]](#)

34. Marchi, B.Z.; Oliveira, M.S.; Bezerra, W.B.A.; de Sousa, T.G.; Cândido, V.S.; da Silva, A.C.R.; Monteiro, S.N. Ubim Fiber (*Geonoma baculifera*): A Less Known Brazilian Amazon Natural Fiber for Engineering Applications. *Sustainability* **2022**, *14*, 421. [\[CrossRef\]](#)
35. Ribeiro, M.M.; Pinheiro, M.A.; Rodrigues, J.d.S.; Ramos, R.P.B.; Corrêa, A.d.C.; Monteiro, S.N.; da Silva, A.C.R.; Candido, V.S. Comparison of Young's Modulus of Continuous and Aligned Lignocellulosic Jute and Mallow Fibers Reinforced Polyester Composites Determined Both Experimentally and from Theoretical Prediction Models. *Polymers* **2022**, *14*, 401. [\[CrossRef\]](#)
36. Pinheiro, M.A.; Gomes, L.G.; da Silva, A.C.R.; Candido, V.S.; Reis, R.H.M.; Monteiro, S. N Guaruman: A Natural Amazonian Fiber with Potential for Polymer Composite Reinforcement. *Mater. Res.* **2019**, *22*, 1–8. [\[CrossRef\]](#)
37. De Carvalho, J.P.R.; Lopes, F.P.D.; Simonassi, N.T.; Neves, A.C.C.; de Carvalho, E.A.; Monteiro, S.N.; Vieira, C.M.F. Methodological analysis of composites green polyurethane resin reinforced with jute fabric. *Case Stud. Constr. Mater.* **2022**, *17*, e01512. [\[CrossRef\]](#)
38. Junio, R.F.P.; de Mendonça, L.N.; Souza, A.T.; Pereira, A.C.; Nascimento, L.F.C.; Monteiro, S.N. Thermochemical and structural characterization of promising carnauba novel leaf fiber (*Copernicia prunifera*). *J. Mater. Res. Technol.* **2022**, *18*, 4714–4723. [\[CrossRef\]](#)
39. da Cunha, J.d.S.C.; Nascimento, L.F.C.; da Luz, F.S.; Monteiro, S.N.; Lemos, M.F.; da Silva, C.G.; Simonassi, N.T. Physical and Mechanical Characterization of Titica Vine (*Heteropsis flexuosa*) Incorporated Epoxy Matrix Composites. *Polymers* **2021**, *13*, 4079. [\[CrossRef\]](#)
40. Ding, L.; Han, X.; Cao, L.; Chen, Y.; Ling, Z.; Han, J.; He, S.; Jiang, S. Characterization of natural fiber from manau rattan (*Calamus manan*) as a potential reinforcement for polymer-based composites. *J. Bioresour. Bioprod.* **2022**, *7*, 190–200. [\[CrossRef\]](#)
41. Kumar, R.; Sivaganesan, S.; Senthamaraiannan, P.; Saravanakumar, S.S.; Khan, A.; Ajith Arul Daniel, S.; Loganathan, L. Characterization of new cellulosic fiber from the bark of *Acacia nilotica* L. plant. *J. Nat. Fibers* **2022**, *19*, 199–208. [\[CrossRef\]](#)
42. Vinod, A.; Vijay, R.; Singaravelu, D.L.; Sanjay, M.R.; Siengchin, S.; Yagnaraj, Y.; Khan, S. Extraction and characterization of natural fiber from stem of *Cardiospermum halicababum*. *J. Nat. Fibers* **2021**, *18*, 898–908. [\[CrossRef\]](#)
43. Antar, G.M. Bixaceae in Flora and Funga of Brazil. Botanic Garden of Rio de Janeiro. Available online: <https://floradobrasil.jbrj.gov.br/FB22270> (accessed on 13 December 2022).
44. Scopus. Available online: www.scopus.com/term/analyzer.uri (accessed on 13 December 2022).
45. da Silva, R.N.A.; de Macedo neto, J.C.; Kimura, S.P.R. Natural fiber for reinforcement in matrix polymeric. *Independ. J. Manag. Prod.* **2022**, *13*, 154–167. [\[CrossRef\]](#)
46. Segal, L.E.A. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the x-ray diffractometer. *Text. Res. J.* **1959**, *29*, 786–794. [\[CrossRef\]](#)
47. Cave, I.D. X-ray measurement of microfibril angle. *For. Prod. J.* **1966**, *16*, 37–42.
48. ASTM C1557-20; Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus of Fibers. ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2017.
49. Moshii, A.A.M.; Ravindran, D.; Bharathi, S.R.S.; Indran, S.; Divya, D. Characterization of natural cellulosic fiber extracted from *Grewia damine* flowering plant's stem. *Int. J. Biol. Macromol.* **2020**, *164*, 1246–1255. [\[CrossRef\]](#)
50. Monteiro, S.N.; Calado, V.; Rodriguez, R.J.S.; Margem, F.M. Thermogravimetric behavior of natural fibers reinforced polymer composites: An overview. *Mater. Sci. Eng. A* **2012**, *557*, 17–28. [\[CrossRef\]](#)
51. Dorez, G.; Taguet, A.; Ferry, L.; Lopez-Cuesta, J. Thermal and fire behavior of natural fibers/PBS biocomposites. *Polym. Degrad. Stab.* **2013**, *98*, 87–95. [\[CrossRef\]](#)
52. Asim, M.; Paridah, M.T.; Chandrasekar, M.; Shahroze, R.M.; Jawaid, M.; Nasir, M.; Siakeng, R. Thermal stability of natural fibers and their polymer composites. *Iran. Polym. J.* **2020**, *29*, 625–648. [\[CrossRef\]](#)
53. Maache, M.; Bezaei, A.; Amroune, S.; Scarpa, F.; Dufresne, A. Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L. *Carbohydr. Polym.* **2017**, *171*, 163–172. [\[CrossRef\]](#)
54. Cunha, J.S.C.; Oliveira Neto, H.E.; Giacon, V.M.; Manzato, L.; Silva, C.G. Study of mechanical and thermal properties of Amazon fibers on the polymeric biocomposites: Mallow and Tucum. *Fibers Polym.* **2021**, *22*, 3203–3211. [\[CrossRef\]](#)
55. Manimaran, P.; Senthamaraiannan, P.; Sanjay, M.R.; Marichelvam, M.K.; Jawaid, M. Study on characterization of *Furcraea foetida* new natural fiber as composite reinforcement for lightweight applications. *Carbohydr. Polym.* **2018**, *181*, 650–658. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
56. Hyness, N.R.J.; Vignesh, N.J.; Senthamaraiannan, P.; Saravanakumar, S.S.; Sanjay, M.R. Characterization of new natural cellulosic fiber from heteropogon contortus plant. *J. Nat. Fibers* **2018**, *15*, 146–153. [\[CrossRef\]](#)
57. Raja, S.; Rajesh, R.; Indran, S.; Divya, D.; Suganya Priyadharshini, G. Characterization of industrial discarded novel *Cymbopogon flexuosus* stem fiber: A potential replacement for synthetic fiber. *J. Ind. Text.* **2021**, *51*, 1207S–1234S. [\[CrossRef\]](#)
58. Vijay, R.; Singaravelu, D.L.; Vinod, A.; Raj, I.F.P.; Sanjay, M.R.; Siengchin, S. Characterization of novel natural fiber from *Saccharum bengalense* grass (Sarkanda). *J. Nat. Fibers* **2019**, *12*, 1739–1747. [\[CrossRef\]](#)
59. Khan, A.; Vijay, R.; Singaravelu, D.L.; Sanjay, M.R.; Siengchin, S.; Verpoort, F.; Asiri, A.M. Extraction and characterization of natural fiber from *Eleusine indica* grass as reinforcement of sustainable fiber reinforced polymer composites. *J. Nat. Fibers* **2021**, *18*, 1742–1750. [\[CrossRef\]](#)
60. Senthamaraiannan, P.; Kathiresan, M. Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fiber from *Coccinia grandis*. L. *Carbohydr. Polym.* **2018**, *186*, 332–343. [\[CrossRef\]](#)
61. Yoganandam, K.; Ganeshan, P.; Nagaraja Ganesh, B.; Raja, K. Characterization studies on *Calotropis procera* fibers and their performance as reinforcements in epoxy matrix. *J. Nat. Fibers* **2019**, *12*, 1706–1718. [\[CrossRef\]](#)

62. Ferreira, D.C.D.O.N.; Ferreira, A.D.S.; Monteiro, S.N. Weibull analysis of tensile tested piassava fibers with different diameters. *Matéria* **2018**, *23*, e-12254. [\[CrossRef\]](#)
63. Monteiro, S.N.; Margem, F.M.; de Oliveira Braga, F.; da Luz, F.S.; Simonassi, N.T. Weibull analysis of the tensile strength dependence with fiber diameter of giant bamboo. *J. Mater. Res. Technol.* **2017**, *6*, 317–322. [\[CrossRef\]](#)
64. Candido, V.S.; Oliveira, M.P.; de Almeida Gouvêa, R.; Martins, A.L.B.S.; Monteiro, S.N. Characterization of Tensile Strength Dependence with Diameter of Sponge Gourd Fibers by Weibull Statistical Analysis. *Mater. Sci. Forum* **2014**, *775*, 86–91. [\[CrossRef\]](#)
65. Dittenber, B.D.; GangaRao, H.V.S. Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Compos. Part A* **2012**, *43*, 1419–1429. [\[CrossRef\]](#)
66. Teles, M.C.A.; Glória, G.O.; Altoé, G.R.; Amoy Netto, P.; Margem, F.M.; Braga, F.O.; Monteiro, S.N. Evaluation of the diameter influence on the tensile strength of pineapple leaf fibers (PALF) by Weibull method. *Mater. Res.* **2015**, *18*, 185–192. [\[CrossRef\]](#)
67. Barbosa, A.D.P.; Muylaert, F.M.; Monteiro, S.N.; Oliveira, C.G.; Tonini Simonassi, N. Effect of the Fiber Equivalent Diameter on the Elastic Modulus of Eucalyptus Fibers. *Mater. Sci. Forum* **2016**, *869*, 396–401. [\[CrossRef\]](#)
68. Teles, M.C.A.; Altoé, G.R.; Amoy Netto, P.; Colorado, H.; Margem, F.M.; Monteiro, S.N. Figue fiber tensile elastic modulus dependence with diameter using the Weibull statistical analysis. *Mater. Res.* **2015**, *18*, 193–199. [\[CrossRef\]](#)
69. Monteiro, S.N.; Lopes, F.P.D.; Ferreira, A.S. Weibull analysis for the diameter dependence of the elastic modulus of curaua fibers. *Matéria* **2013**, *18*, 46–54. [\[CrossRef\]](#)
70. Zakikhani, P.; Zahari, R.; Mohamed, T.H.S.; Majid, D.L. Morphological, Mechanical, and Physical Properties of Four Bamboo Species. *BioResources* **2017**, *12*, 2479–2495. [\[CrossRef\]](#)

Disclaimer/Publisher's Note: The statements, opinions and data contained in all publications are solely those of the individual author(s) and contributor(s) and not of MDPI and/or the editor(s). MDPI and/or the editor(s) disclaim responsibility for any injury to people or property resulting from any ideas, methods, instructions or products referred to in the content.

**ARTIGO 2: CHARACTERIZATION OF ENVIRA FIBERS ENDEMIC TO THE
AMAZON RAINFOREST AND THEIR POTENTIAL FOR REINFORCEMENT IN
POLYMER COMPOSITES**

Article

Characterization of Envira Fibers Endemic to the Amazon Rainforest and Their Potential for Reinforcement in Polymer Composites

Miriane Alexandrino Pinheiro ¹, Leoncio Soares Galvao Neto ¹, Alisson Clay Rios da Silva ²,
Sérgio Neves Monteiro ³, Felipe Perisse Duarte Lopes ⁴, Marcos Allan Leite dos Reis ¹
and Verônica Scarpini Candido ^{1,*}

- ¹ Engineering of Natural Resources of the Amazon Program, Federal University of Pará, Ananindeua 67030-007, PA, Brazil; mirialexandrino@gmail.com (M.A.P.); leoleo.eu@gmail.com (L.S.G.N.); marcosallan@ufpa.br (M.A.L.d.R.)
 - ² Materials Science and Engineering Program, Federal University of Pará, Ananindeua 67030-007, PA, Brazil; alissonrios@ufpa.br
 - ³ Department of Mechanical and Materials Engineering, Military Institute of Engineering, Rio de Janeiro 22290-270, RJ, Brazil; snevesmonteiro@gmail.com
 - ⁴ Materials Science Program, North Fluminense State University-UENF, Campos dos Goytacazes 28013-602, RJ, Brazil; perisse@uenf.br
- * Correspondence: scarpini@ufpa.br

Abstract

Natural lignocellulosic fibers (NLFs) replacing synthetic fibers have been used as reinforcement in polymer matrix composites. In this work, a lesser-known NLF endemic to the Amazon region, the envira fiber (*Bocageopsis multiflora*), was analyzed for its basic physical, thermochemical, morphological, and mechanical characteristics. In addition, epoxy matrix composites with 10, 20, 30, and 40 vol% of continuous and aligned envira fibers were evaluated by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and tensile tests. The results were statistically compared by ANOVA and Tukey's test. The density found for the envira fiber was 0.23 g/cm³. The crystallinity index and microfibrillar angle obtained were 69.5% and 7.07°, respectively. Fiber thermal stability was found up to around 210 °C. FTIR confirmed the presence of functional groups characteristic of NLFs. Morphological analysis by SEM revealed that the envira fiber displayed fine bundles of fibrils and a rough surface along its length. The average strength value of the envira fiber was found to be 62 MPa. FTIR analysis of the composites confirmed the presence of the main constituents of the epoxy resin and NLFs. The tensile strength results indicated that the envira fiber addition increased the strength of the composites up to 40 vol%. The analysis of the fracture region revealed brittle aspects. These results indicate that envira fibers present potential reinforcement for polymer matrix composites and can be used in engineering applications, favored by their lightness and cost-effectiveness.

Keywords: envira fiber; natural fiber composites; characterization



Academic Editor: Iuliana Spiridon

Received: 16 May 2025

Revised: 15 August 2025

Accepted: 20 August 2025

Published: 23 August 2025

Citation: Pinheiro, M.A.; Galvao Neto, L.S.; da Silva, A.C.R.; Monteiro, S.N.; Lopes, F.P.D.; dos Reis, M.A.L.; Candido, V.S. Characterization of Envira Fibers Endemic to the Amazon Rainforest and Their Potential for Reinforcement in Polymer Composites. *Polymers* **2025**, *17*, 2284. <https://doi.org/10.3390/polym17172284>

Copyright: © 2025 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Introduction

With technological and industrial advances, it has become increasingly necessary to develop engineering materials that have improved mechanical properties, such as high strength and rigidity, combined with ease of processing and low weight [1–5]. Fiber-reinforced polymer matrix composites are examples of materials with this combination.

The most commonly used reinforced composites are produced with synthetic fibers. These composites are currently used in the aerospace, defense, automotive, sports, and wind energy industries [4–10]. However, composites made with synthetic fibers are relatively expensive, heavy, difficult to manufacture, require a large amount of energy to produce, and have a negative impact on human health and the environment [9–16].

The search for lightweight materials, especially in the automotive sector, has long been fueled by the quest for greater fuel efficiency and a reduction in greenhouse gas emissions [15–17]. Moreover, a concern for the environment has grown steadily in recent decades. This has led the scientific community to study possible materials that could replace their synthetic counterparts [16–22]. A promising way to replace or reduce the use of synthetic materials is to consider natural reinforcements in the production of composites. Natural fibers, especially fibers of plant origin, also known as natural lignocellulosic fibers (NLFs), have been increasingly investigated as possible reinforcements in composite materials [10–25].

Composite materials with NLF reinforcements have shown worldwide interest due to the demand for environmentally friendly materials combined with technological and economic viability [26–29]. These materials are lightweight and provide greater strength at a reasonable cost compared to other composites [6,9,18]. The reduction in abrasiveness facilitates the processing of NLFs and increases their recyclability [17,18,21]. Although synthetic fiber composites have a higher specific strength than NLF composites, the abundance of availability, low cost, and low density are factors that greatly influence the production of these materials [23–25]. The combination of these characteristics positions NLF-reinforced composites as an attractive competitor for applications in various industries, such as the automotive industry, where the demand for sustainable, high performance materials is paramount [17].

NLFs from numerous species have been investigated worldwide for use as reinforcements in composites. Just mentioning a few recent epoxy composite examples. Helaili et al. [30] studied the mechanical properties of alpha natural fiber composites in epoxy composites; with short and randomly oriented fibers, an increase in modulus and tensile strength was identified. Belouadah et al. [31] produced an epoxy resin-based composite reinforced with *Lygeum spartum* fibers; an improvement in tensile and flexural mechanical properties was observed compared to pure epoxy resin, as well as good fiber-matrix adhesion. Rekha et al. [32] evaluated the macroscopic characteristics of the surface of the bamboo fiber epoxy polymer matrix composite; the results indicated that the two factors that most influence the mechanical properties are length and ideal fiber content. Maguteeswaran et al. [33] studied the effect of alkaline treatment on the fiber extracted from the stem of the *Lakaran acacia* tree in an epoxy matrix. It was observed that the treatment improved the mechanical properties in tensile, flexural, and impact, improving the bond between the fiber and the epoxy matrix, which resulted in higher mechanical properties in the manufactured composite. Cotton fibers in epoxy [34] were evaluated for their mechanical, wear, and thermal properties. The authors observed that the composite showed good resistance with a value of 52 MPa, making it suitable for applications requiring robust mechanical properties. Owen et al. [35] produced and mechanically characterized water hyacinth fiber composites in epoxy; the authors observed a strong fiber/matrix interfacial bond between the treated fibers and the epoxy matrix, demonstrating that water hyacinth fibers have potential as an alternative material to replace synthetic fibers in composite applications. Studies with *Tectona grandis* fiber [36] showed that fiber reinforcement caused a significant improvement in the mechanical aspect of the composite. According to the authors, these results indicate that the material produced represents a viable substitute for synthetic reinforcements.

The Amazon rainforest has the greatest biodiversity on the planet, sheltering a wide variety of plant species, being the largest preserved forest in the world, and sheltering a vast number of NLF species that have the potential to be used as reinforcements in polymer matrices [25–27]. Oliveira et al. [25] studied tucum fiber (*Astrocaryum vulgare*) and concluded that composites might be applied as a substitute for conventional composites reinforced with synthetic fibers, particularly in multilayered armor for body protection. Marchi et al. [26] studied the characteristics of ubim fiber (*Geonoma baculifera*) and concluded that, due to its low density, approximately 0.73 g/cm^3 , its use as a reinforcing agent in polymer matrices enables the production of lighter composites with applications in civil construction. A study on the incorporation of caranan fibers (*Mauritiella armata*) as reinforcement in epoxy matrix composites showed that caranan fiber significantly increases the tensile strength of composites and can replace glass fibers [27]. Maciel et al. [37] performed a comparative study of composites reinforced with curaua (*Ananas erectifolius*) and glass fibers, concluding that, from the point of view of mechanical strength, curaua fibers can replace glass fibers. Additionally, composites with curaua fiber can show a weight reduction of up to 15% when compared to materials reinforced with glass fibers. The authors indicated that composites can be used in sports equipment, reducing both the weight and cost of the produced material. Mallow (*Urena lobata*) and tucum fibers were studied as reinforcements for polymeric biomatrices [38]. The results indicated that the composites prepared with a high content of lignocellulosic fibers showed promising performance in the mechanical tests applied, with excellent potential for replacing engineering materials. Studies carried out on buriti fiber (*Mauritia flexuosa*) [39] indicated a value of 58% for cellulose content, indicating that this fiber has good stiffness and strength. Lopes Jr. et al. [40] characterized natural fibers extracted from the aninga (*Montrichardia linifera*) stem and developed a unidirectional polymeric sheet with an epoxy matrix. The results observed guarantee that the aninga fiber is considered to be of high performance ($>200 \text{ MPa}$) and can be used in internal car components.

Owing to its large diversity of plants, the Amazon Forest has a great number of NLFs that are still little investigated [25,39]. This is the case with the fiber extracted from the plant popularly known as envira (*Bocageopsis multiflora*), common in the region that is found mainly in the states of Amazonas, Para, and Amapa in Brazil. From the stem of this plant, fibers are taken and used by indigenous tribes as well as small rural communities for the manufacture of ropes to tie huts and straw houses and to wrap manioc stalks, generating employment and income for these communities [41]. These uses indicate that envira fiber might have good mechanical properties, as well as a potential for reinforcement of polymer composites. Although the traditional uses of envira demonstrate promising properties, no studies have been found that present their mechanical properties and possible application as reinforcement in polymer composites. For the first time, a comprehensive investigation is conducted on the microstructure, thermal stability, and mechanical behavior of envira fibers. Furthermore, the interaction between envira fiber and the epoxy matrix in composites as well as its reinforcement potential. Specifically, the objective of this work was to investigate the envira fiber regarding its density, thermogravimetry behavior, morphology, and mechanical properties, as well as to evaluate the tensile and flexural properties of epoxy matrix composites incorporated with envira fiber.

2. Materials and Methods

2.1. Materials

Diglycidyl ether bisphenol-A (DGEBA) epoxy resin and triethylenetetramine (TETA) hardener, used in a ratio of 2 parts resin to 1 part hardener, were used as the matrix for the composite, supplied commercially by Epoxy Fiber (Sao Paulo, Brazil).

The envira fibers (*B. multiflora*) used in this research were supplied from local commerce in the city of Moju, Para, Brazil (01°53'10" S and 48°46'00" W). The fibers were extracted from the bark of the envira tree, which was manually extracted without harming or causing the death of the plant. After that, the fibers were washed, dried in a stove, manually separated into filaments, and cut into 300 mm lengths. Figure 1 shows the envira plant (a), the stem (b), and the bark (c).

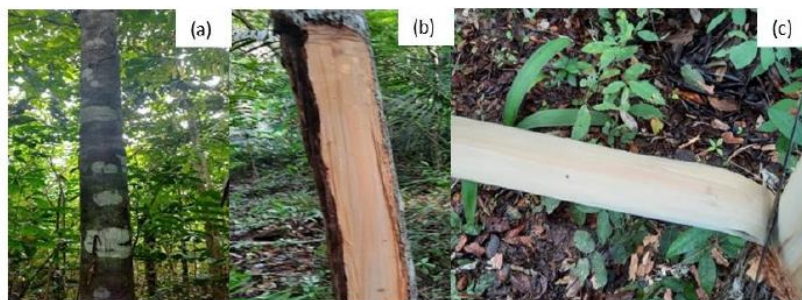


Figure 1. The envira: Envira plant (a), stem (b), and bark plant (c).

2.2. Fiber Characterization

2.2.1. Dimensional Characterization

The average diameter was measured using an Even optical microscope, model MDA 1300 (Future Win Joe, Xiasha, Hangzhou, China). Each fiber was measured at five different points, evenly separated, and then rotated by 90° for a new reading at the same five previous points. The length of each fiber was measured using a caliper with a precision of 0.01 mm, and its mass was weighed on a YMC electronic balance model Chyo JK-200 (Kyoto, Japan) with a precision of 0.0001 g. To calculate the volume (V_m), the fiber was considered to have a perfect cylindrical geometry, using:

$$V_m = \frac{\pi d^2 l}{4} \quad (1)$$

where V_m is average volume, d is diameter, and l is length.

From the values of average volume and mass (m), it was possible to calculate the density (" ρ ") using:

$$\rho = \frac{m}{V_m} \quad (2)$$

2.2.2. X-Ray Diffraction (XRD)

XRD was carried out on a Proto Manufacturing XRD Powder Diffraction System: 30 kV and 2 mA generator, Cu-K α 1 radiation, 0.0149° angular step, 0.5 s time interval, 47 min scan, and 2θ ranging from 5° to 60°. The calculation of the crystalline index (CI) followed the method described by Segal et al. [42], using the maximum intensity of the (1 0 1) and (0 0 2) peaks associated with the amorphous and crystalline phases of the fiber. The CI values were determined using Equation (3), where I_1 is the intensity of the minimum (amorphous region) and I_2 is the intensity of the diffraction maximum (crystalline region).

$$CI = \left(1 - \frac{I_1}{I_2}\right) * 100 \quad (3)$$

The microfibril angle (MFA) was determined from the crystalline cellulose peak (0 0 2), according to the methodology described by Cave [43]. Based on XRD analysis, the MFA value is obtained from the relation between the Gauss curve and the first- and second-order

derivative curves. From this analysis, the “T” parameter is obtained and applied to the polynomial equation:

$$\text{MFA} = -12.19 * T^3 + 113.67 * T^2 - 348.40 * T + 358.09 \quad (4)$$

2.3. Thermogravimetric Analysis (TGA)

TGA was performed in a simultaneous thermal analyzer, model STA 449 F3 Jupiter da NETZSCH (Berlin, Germany), under a nitrogen atmosphere with a flow rate of 50 mL/min and a heating rate of 10 °C/min and a temperature range from 20 to 500 °C.

2.4. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

The infrared spectra of the fiber samples and composites were obtained by attenuated total reflectance (ATR). The FTIR analysis was performed using a Bruker model Vertex 70v (Billerica, MA, USA), using a mid-infrared range (4000 cm^{−1}–400 cm^{−1}).

2.5. Mechanical Characterization of Fiber

One hundred envira fibers were individually tensile tested after being attached to a 90 m/g² paper using epoxy adhesive. Each fiber tensile test was carried out according to the ASTM C1557 standard method [44], at room temperature (RT), using an Intermetric-iM50 universal testing machine (São Paulo, Brazil), with a 5 kN load cell and a speed of 0.5 mm/min for all tensile tests. The cross-section of the fibers was considered circular, and their cross-sectional areas were used to calculate the tensile strength. In addition, the deformation property was calculated from the load-displacement data, and the Young’s modulus was based on the slope of the stress-strain curve in the elastic region.

2.6. Preparation and Mechanical Characterization of Composites

Epoxy matrix composites for tensile and flexural testing were produced based on the standard methods ASTM D 638 [45], and ASTM D 790 [46]. Proportions of 10, 20, 30, and 40 vol% of envira fiber were used in production. The composites were produced by hand lay-up in a silicone mold. First, the epoxy resin was added to the mold, followed by the fibers. After adding the exact amount of fibers, the mold was then completely filled with resin. The specimens remained in the mold for 24 h, after which they were removed and sanded. Table 1 shows the nomenclature of the different composites.

Table 1. Classification and nomenclature of composite materials.

Raw Materials	Compositions				
	E0E	E10E	E20E	E30E	E40E
Fiber (%)	0	10	20	30	40
Resin (%)	100	90	80	70	60
Number of samples	8	8	8	8	8

The composites tensile tests were carried out at RT, according to the ASTM D 638 [45] using an Intermetric-iM50 (São Paulo, Brazil) universal testing machine, with a 5 kN load cell. The crosshead speed was set as 2 mm/min for all tensile tests. To calculate the strain property and Young’s modulus of the composites, the same calculation method used for the fibers was used.

The flexural tests were performed at RT using a three-point bending setup according to the ASTM D790 [46]. Specimens for each condition were tested using an Intermetric-iM50 (Sao Paulo, Brazil) universal machine, with a 5 kN load cell and 51.2 mm distance between supports.

Flexural strength Equation (5) and flexural modulus Equation (6) were then obtained using the expressions:

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (5)$$

$$E = \frac{L^3}{4bd^3} \quad (6)$$

where P is the load at a given point on the load deflection curve, L the support span, b is the width of beam tested, d is the depth of beam tested, and m the slope of the tangent line.

2.7. Statistical Analysis

The statistical validation of the data was carried out using the analysis of variance (ANOVA), with a confidence of 95% ($p < 0.05$). The mean values were compared by the Tukey test.

2.8. Scanning Electron Microscopy (SEM)

The morphology of fibers and the fracture surface of composites were observed by SEM in a model Mira3 FEG 250 TESCAN microscope (Brno, Czech Republic) operating with secondary electrons at 5 kV and a work distance between 25 and 10 mm. The samples were first metallized with Au for 2 min, depositing a thin film on the surface of the sample.

3. Results and Discussion

3.1. Characterization of the Envira Fiber

Figure 2 shows the distribution of the number of envira fibers in relation to the diameter range (a) and the relation between density and diameter (b).

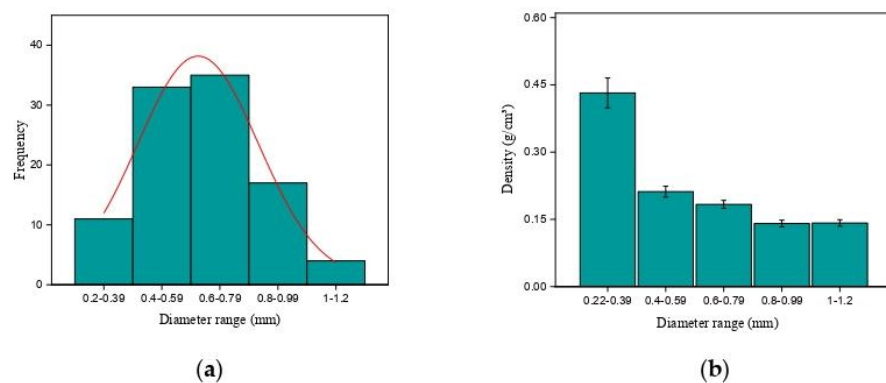


Figure 2. Dimensional characterization. (a) Frequency distribution pattern and (b) density distribution pattern of envira fibers.

It is possible to observe an almost normal frequency pattern. It is also noted a greater amount of envira fibers in the diameter ranges of 0.40–0.59 mm and 0.60–0.79 mm. This result may be associated with the nature of the fibers that are generally more compact and smaller in diameter, and therefore less brittle [47–49]. Regarding density, there is a decrease in the average values with increasing diameter, a fact that may be associated with a greater amount of voids in the structure of larger diameter fibers. This same pattern was also observed for piassava fiber [47]. The average value obtained for this property was 0.23 g/cm³, which is lower when compared to densities of other Amazon NLFs [25–28,50,51]. According to [25], with the low value obtained for density, it is possible to produce lighter composites when compared to composites reinforced with synthetic fibers.

3.1.1. XRD

Figure 3 shows the diffractogram obtained for the envira fiber.

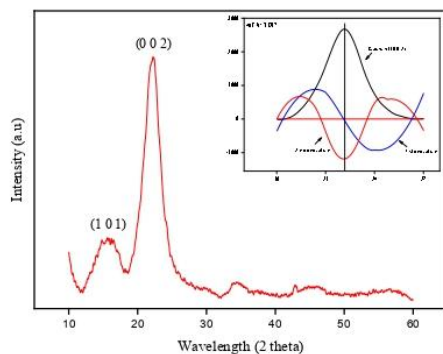


Figure 3. XRD pattern of the envira fiber.

A halo is observed at an angle of 16.5° and a peak at 22.7° , indicating the existence of amorphous constituents and crystalline cellulose in the fiber. The value of the CI obtained was 69.5%. This result is relatively close to those found by other authors for NLFs such as: ubim (63%) [26], malva (67.5%) [38], buriti (63.11%) [39], tucum (55.7%) [52], kenaf (44.3%) [53], banana (66.71%) [54], *Eulesine indica* (45%) [55], and guaruman (67%) [56]. The MFA obtained for envira fiber was 7.07° , which was calculated considering the cellulose crystalline peak at 22.5° . According to Segal [42], the MFA is related to the strength of the natural fiber. The value reported in this paper is comparable to the MFA of other NLFs [26,39,54,56].

3.1.2. TGA Analysis

TGA and its derivative (DTG) obtained for the envira fibers are shown in Figure 4.

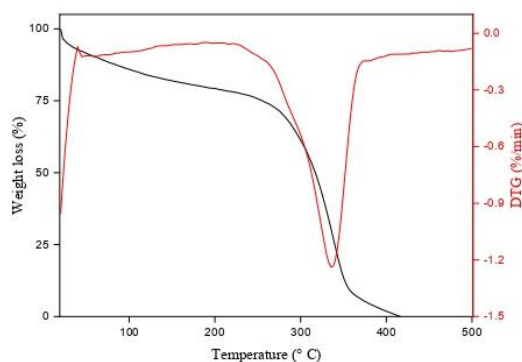


Figure 4. TGA/DTG curves obtained from the envira fibers.

It is possible to observe that envira fiber weight loss occurs within two temperature ranges. The first significant weight loss was observed at 45.3°C with a weight reduction of approximately 9.5%. This weight loss may be related to the evaporation of the water present in the envira fiber. It is also observed that the fiber maintains thermal stability until 210°C . The second weight loss of approximately 51% occurs between 250 and 350°C , which may be related to thermal degradation of the cellulose. The TGA results of envira fiber indicate thermal behavior comparable to other NLFs that have been studied for possible applications in polymer composite materials [55,57–62]. According to Senthamaraiannan et al. [57], the evaluation of the thermal properties of these fibers is important to establish processing conditions that do not cause degradation and loss of property for these materials.

3.1.3. FTIR Analysis

Figure 5 shows the FTIR spectrum of envira fiber. Through this analysis it is possible to observe that envira fibers have vibrational properties similar to other NLFs [58–70]. According to Atangana et al. [68], NLFs are mainly composed of cellulose, hemicellulose, lignin, and waxes, which form in their structure alkanes, esters, aromatics, ketones, and alcohols, being associated with a functional group responsible for a type of vibration at a specific wave number.

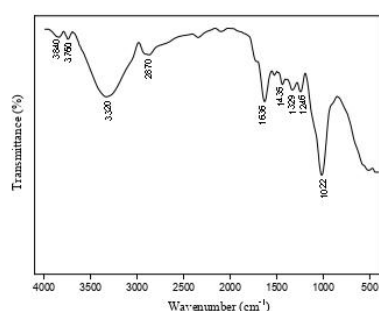


Figure 5. FTIR spectrum of the envira fiber.

Through the FTIR spectrum of envira fiber, it is possible to observe the existence of main bands between 3100 cm^{-1} and 3900 cm^{-1} that are attributed to the elongation of the OH group, evidencing the presence of cellulose and lignin [65,68,70–72]. The band at 2870 cm^{-1} can be attributed to CH_2 groups, observed in cellulose and hemicellulose molecules [56,62,67,69,71]. The band 1630 cm^{-1} may be associated with the elongation of $\text{C}=\text{O}$ present in lignin and hemicellulose [56,68,73]. At 1435 cm^{-1} symmetric bending of CH_2 is observed, denoting the presence of cellulose [68,73]. The band at 1329 cm^{-1} refers to deformation vibrations of the OH bond in alcohols present in the cellulose constitution [55,66]. At 1246 cm^{-1} stretching vibration of the acetyl group in lignin [70]. The band around 1022 denotes the presence of lignin due to the elongation of $\text{C}-\text{OH}$ [39,68].

3.1.4. Analysis of the Morphology of Envira Fiber

The morphology of the envira fiber analyzed by SEM is shown in Figure 6.

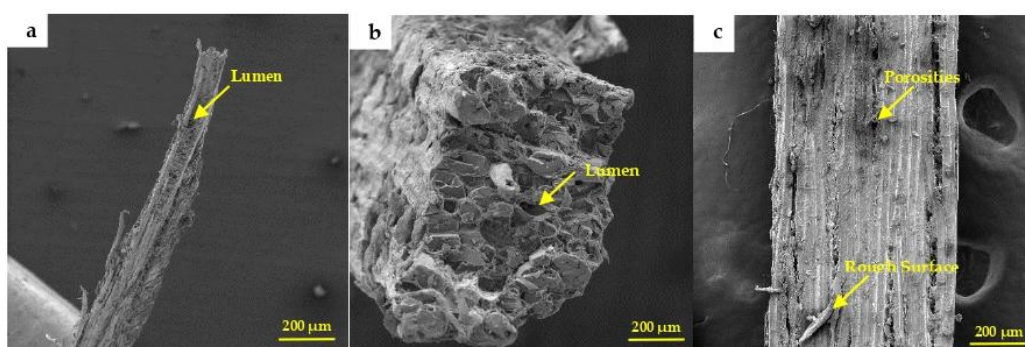


Figure 6. Scanning electron microscopy of the envira fiber: (a) cross-section at $200\times$ magnification, (b) cross-section at $1000\times$ magnification, and (c) longitudinal section.

In Figure 6a, it is possible to note that the envira fiber has an irregular geometry, composed of thin bundles of fibrils. In addition, it presents flaws and irregularities along its length. In Figure 6b the micrography shows the fiber cross section, where one can observe the presence of lumens, which are channels responsible for nutrient transfer along the fiber

structure [39,68]. It is also observed in Figure 6c that the fiber has a rough surface and the presence of porosity. According to literature [67,72,74–77] the presence of pores in the fibrillar structure can affect the fiber strength properties; however, they can help in better interfacial bonding between matrix and fiber. The morphological aspects presented for envira fiber are similar to other studies performed for different NLFs [39,55,56,66].

3.1.5. Mechanical Characterization of the Envira Fiber

Figure 7a shows the tensile strength results, and Figure 7b shows the results for Young's modulus and strain in relation to the envira fiber diameter.

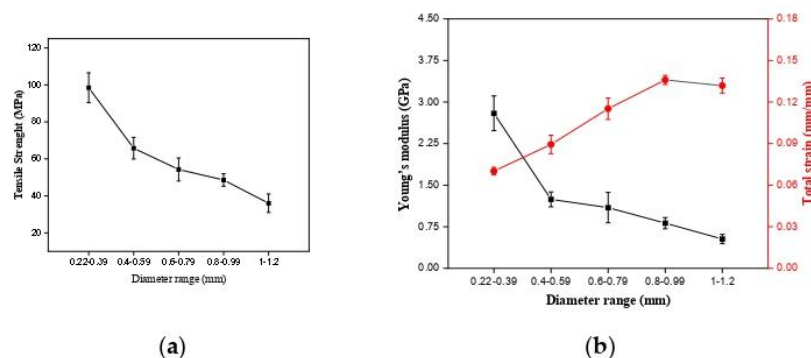


Figure 7. Tensile strength of envira fiber (a), Young's modulus, and strain (b).

Regarding the fiber tensile strength, Figure 7a, there is a decrease in the average values with the increase of the diameter interval. This pattern may be related to a larger amount of defects in the fiber structure with larger diameters. Studies with different NLFs show the same pattern observed for envira fiber [47,74,75]. According to Ferreira et al. [47], the less thick fibers tend to be more uniform and present in their structure more compact microfibrils and fewer voids, and thus present higher strength when compared to larger diameter fibers.

Regarding Young's modulus, in Figure 7b, it is observed that its average value decreases with increasing diameter range, indicating that larger diameter fibers are less stiff when compared to thinner fibers. This pattern can be attributed to microstructural aspects, such as the presence of roughness and porosity in the fiber [47–49]. For strain, Figure 7b, an almost directly proportional relationship of this property is observed with the increase in fibrillar diameter, confirming the fiber stiffness results. The statistical analysis of the mechanical characterization of the fiber is presented in Table 2.

The ANOVA values for strength show that the calculated F (19.661) is higher than the critical F value (2.467). For Young's modulus, the calculated F (18.690) is higher than the critical F value (2.467), and for total strain, the calculated F (26.224) is also higher than the critical F value (2.479). Thus, based on these results, the hypothesis that the means of the properties presented are equal is rejected, with a confidence level of 95%. Based on the ANOVA results, Tukey's test is necessary to investigate whether the increase in envira fiber diameter causes significant changes in the fiber's mechanical properties. Table 3 shows the results of Tukey's test.

Table 2. Analysis of variance (ANOVA) of tensile strength of envira fiber.

Maximum Strength (MPa)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (Calculated)	p-Value	F Critical
Between the groups	59,770.61	4	14,942.65	19.661	8.14×10^{-12}	2.467
Inside the group	72,201.27	95	760.013			
Total	13,1971.9	99				
Young's Modulus (GPa)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (Calculated)	p-Value	F Critical
Between the groups	62.30349	4	15.57587	18.690	2.32×10^{-11}	2.467
Inside the group	79.17237	95	0.833393			
Total	141.4759	99				
Total Strain (mm/mm)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (Calculated)	p-Value	F Critical
Between the groups	0.057186	4	0.014296	26.2243	3.56×10^{-14}	2.479
Inside the group	0.046338	85	0.000545			
Total	0.103524	89				

Table 3. Differences between the average values of the diameter intervals after applying the Tukey test.

	Tensile Strength (m.s.d = 31.820)					Young's Modulus (m.s.d = 1.054)					Total Strain (m.s.d = 0.027)				
	0.22–0.39	0.40–0.59	0.60–0.79	0.80–0.99	1.00–1.20	0.22–0.39	0.40–0.59	0.60–0.79	0.80–0.99	1.00–1.20	0.22–0.39	0.40–0.59	0.60–0.79	0.80–0.99	1.00–1.20
0.22–0.39	0	41.685	53.190	58.862	71.424	0	1.553	1.701	1.982	2.268	0	0.019	0.045	0.066	0.062
0.40–0.59	41.685	0	11.506	17.178	29.740	1.553	0	0.148	0.429	0.715	0.019	0	0.026	0.047	0.042
0.60–0.79	53.190	11.506	0	5.672	18.234	1.701	0.148	0	0.280	0.567	0.045	0.026	0	0.021	0.017
0.80–0.99	58.862	17.178	5.672	0	12.562	1.982	0.429	0.280	0	0.287	0.066	0.047	0.021	0	0.004
1.00–1.20	71.424	29.740	18.234	12.562	0	2.268	0.715	0.567	0.287	0	0.062	0.042	0.017	0.004	0

The significant differences are highlighted in bold.

The minimum significant difference (m.s.d) is a value that indicates which treatment differs in its mean values. When the absolute value of the difference between two means is equal to or greater than the m.s.d value, the means are considered statistically different. The value of m.s.d for strength was calculated as 31.820; for Young's modulus the m.s.d was calculated as 1.054, and for total strain the m.s.d was 0.027. Thus, it is evident that the diameter causes changes in the mechanical properties of the fiber. The smaller diameter intervals present, in fact, the highest tensile strengths and Young's modulus when compared to the larger diameters. Regarding the strain, the highest values are related to the thicker fibers, suggesting that these fibers may be more ductile than the smaller diameter fibers.

3.2. Characterization of Composite Materials

3.2.1. Characterization of Epoxy Matrix Composites by FTIR

Figure 8 shows the curves obtained from the FTIR analysis of the composites.

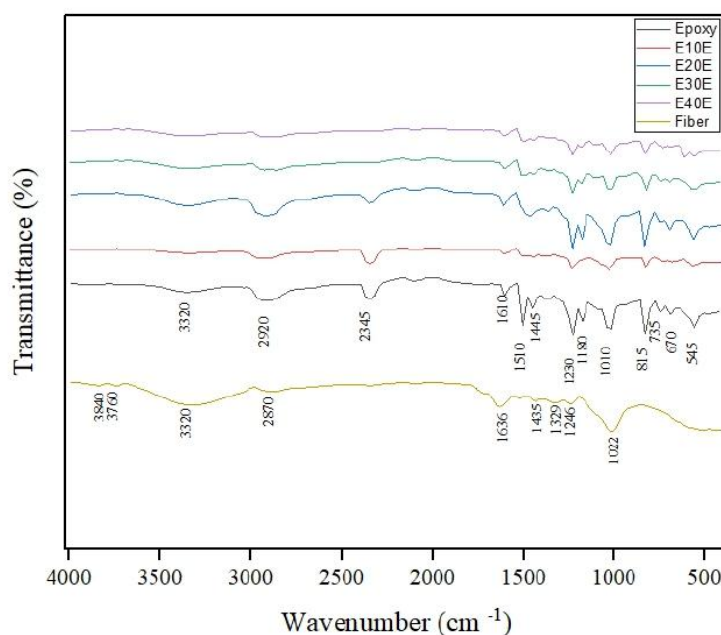


Figure 8. FTIR graph obtained for epoxy resin, composites, and fiber.

Various studies on the incorporation of NLFs into an epoxy matrix have shown an FTIR spectrum similar to that observed in this study [21,61–65]. Neves et al. [76] and Gargol et al. [77] observed that the bands found refer predominantly to the spectrum of the epoxy resin. In fact, when compared to the spectra of envira fibers, the bands referring to the lignocellulosic components are observed to be less intense. The band at 3320 cm^{-1} is related to the stretching of the bonds of the OH group of cellulose. According to Kumaar et al. [78] the appearance of this band indicates interactions between the composites and the epoxy resin. The band at 2940 cm^{-1} can be attributed to the symmetrical stretching vibration in the single bond of the CH_3 group of the epoxy resin [79,80]. Around 1710 cm^{-1} a band that corresponds to the $\text{C}=\text{O}$ stretching vibration of the carboxylic acid in the lignin or ester components in the fiber hemicellulose [77]. The bands at 1610 and 1560 cm^{-1} may be associated with the $\text{C}=\text{C}$ vibrations of the aromatic ring in the epoxy resin [76,80]. At 1445 cm^{-1} and 1230 cm^{-1} they are attributed to CH_2 deformation [81]. The bands at 1180 and 1010 cm^{-1} indicate the vibration of the CO bond of the ether in the resin [31,82]. A band at 815 cm^{-1} is attributed to the vibration of the epoxy group [76]. The 1940 , 1510 , 1180 , and 1010 cm^{-1} bands, which also refer to the characteristic groups present in lignocellulosic fibers, are present in the composite spectra, but to a lesser extent. According to Neves et al. [76] this factor can be interpreted as an indication of active interaction between the molecular groups of the epoxy and the fibers. Moreover, it is possible to observe that the bands characteristic of the presence of cellulose, the main component of lignocellulosic fibers, shown in Figure 5, are not observed in the FTIR spectra of the composites with added fibers, as indicated by the arrow in the band around 3700 , a fact that may be related to the higher amount of resin in relation to the envira fiber in the composites.

3.2.2. Tensile Mechanical Properties

The tensile properties of the epoxy matrix composite, with variation in fiber percentage, are shown in Figure 9.

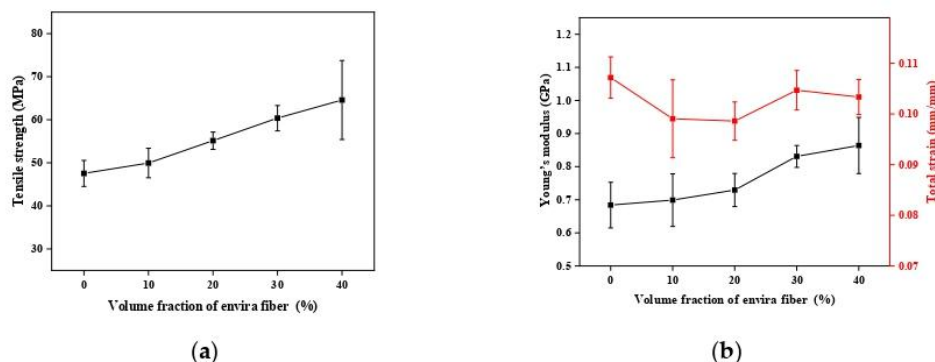


Figure 9. Graphs of the tensile mechanical properties of composites: tensile strength (a) and Young's modulus and strain (b).

When observing the average strength values, the composite with 40% by volume of envira fiber showed the best result. Additionally, Figure 9 demonstrates that the tensile strength of the composites exhibited a trend of linear growth. According to Abd El-Bak et al. [83], the relative quantities of fibers have noticeable effects on mechanical properties; the author notes that tensile strength increases as the amount of fiber increases. However, the composition with the highest fiber concentration showed a significant dispersion in its results. This may be related to the large amount of fiber in the matrix, which could have affected the fiber's wettability, complicated the production of the composites, and interfered with the adhesion of the fiber to the matrix. The strength values obtained indicate that envira fiber exhibits similar or superior properties compared to other lignocellulosic fibers [25,30,50].

In their study with long tucum fibers, Oliveira et al. [25] obtained a strength result of 38.8 MPa, which is lower than the value observed in this study for the same amount of fiber. In a study with piassava fibers, Castro et al. [50] obtained a tensile strength value of 15 MPa with 30% by volume of fiber of 30 mm, a value much lower than that found in the present study, a fact that may be related to the length of the fiber; the author identified a decrease in relation to the matrix. Similar to the present work, the results showed a trend of linear growth in the average strength values. However, these values are lower when compared to the average strength value for the composition with 30% by volume of envira fiber.

Regarding the Young's modulus, the same pattern observed for strength is noted, indicating that the stiffness of the composite increases as fibers are added to the matrix. In contrast, the deformation results did not show a linear trend; the results indicate that the addition of envira fibers in epoxy decreases the values for this property. The analysis of variance obtained for the tensile properties is presented in Table 4.

The ANOVA values for strength show that the calculated F (12.781) is higher than the critical F value (2.75). For modulus of elasticity, the calculated F (9.018) is higher than the critical F value (2.75), and for total strain, the calculated F (3.492) is also higher than the critical F value (2.75). Thus, based on these results, the hypothesis that the means of the properties presented are equal is rejected, with a confidence level of 95%. Based on the ANOVA results, Tukey's test is necessary to investigate whether the increase in envira fiber volume causes significant changes in the composites' mechanical properties. Table 5 shows the results of Tukey's test.

Table 4. Analysis of variance (ANOVA) of the tensile strength of envira fiber reinforced composites.

Maximum Strength (MPa)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (Calculated)	p-Value	F Critical
Between the groups	1203.898	4	300.974	12.781	8.48×10^{-6}	2.75
Inside the group	588.726	25	23.549			
Total	1792.624	29				
Young's Modulus (GPa)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (Calculated)	p-Value	F Critical
Between the groups	0.157	4	0.039	9.018	1.19×10^{-4}	2.75
Inside the group	0.109	25	0.004			
Total	0.267	29				
Total Strain (mm/mm)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (Calculated)	p-Value	F Critical
Between the groups	0.000328	4	8.19×10^{-5}	3.492	0.021	2.75
Inside the group	0.000587	25	235×10^{-5}			
Total	0.000914	29				

Table 5. Results obtained for differences between mean values after applying Tukey's test.

Maximum Strength (m.s.d = 8.222)						Young's Modulus (m.s.d = 0.112)					Total Strain (m.s.d = 0.008)				
	E0E	E10E	E20E	E30E	E40E	E0E	E10E	E20E	E30E	E40E	E0E	E10E	E20E	E30E	E40E
E0E	0	2.420	7.601	12.837	17.053	0	0.015	0.045	0.147	0.18	0	0.007	0.009	0.002	0.004
E10E	2.420	0	5.182	10.417	14.633	0.015	0	0.030	0.132	0.165	0.007	0	0.001	0.006	0.004
E20E	7.601	5.182	0	5.235	9.452	0.045	0.030	0	0.101	0.134	0.009	0.001	0	0.006	0.005
E30E	12.837	10.417	5.235	0	4.217	0.147	0.132	0.101	0	0.033	0.002	0.006	0.006	0	0.001
E40E	17.053	14.633	9.452	4.217	0	0.18	0.165	0.134	0.033	0	0.004	0.004	0.005	0.001	0

The significant differences are highlighted in bold.

The m.s.d for tensile strength was calculated as 8.222. For the Young's modulus, the m.s.d was calculated as 0.112, and for the total deformation, the m.s.d was 0.008. Thus, it was possible to observe that the mechanical properties of the epoxy-envira composites are influenced by the fiber concentration. According to the Tukey test results, the addition of 30% and 40% by volume differs statistically from the values of the other compositions regarding strength and modulus. In terms of deformation, only the composition with 20% by volume of fiber shows a difference compared to the matrix. Therefore, it can be concluded that the fiber volume induces changes in the mechanical properties of the envira fiber-reinforced composites, with the composition containing the highest fiber volume demonstrating the best strength results.

Microstructural Analysis of Fractured Surface

Micrographs obtained by SEM of the fracture region of the composites reinforced with envira fibers are shown in Figure 10.

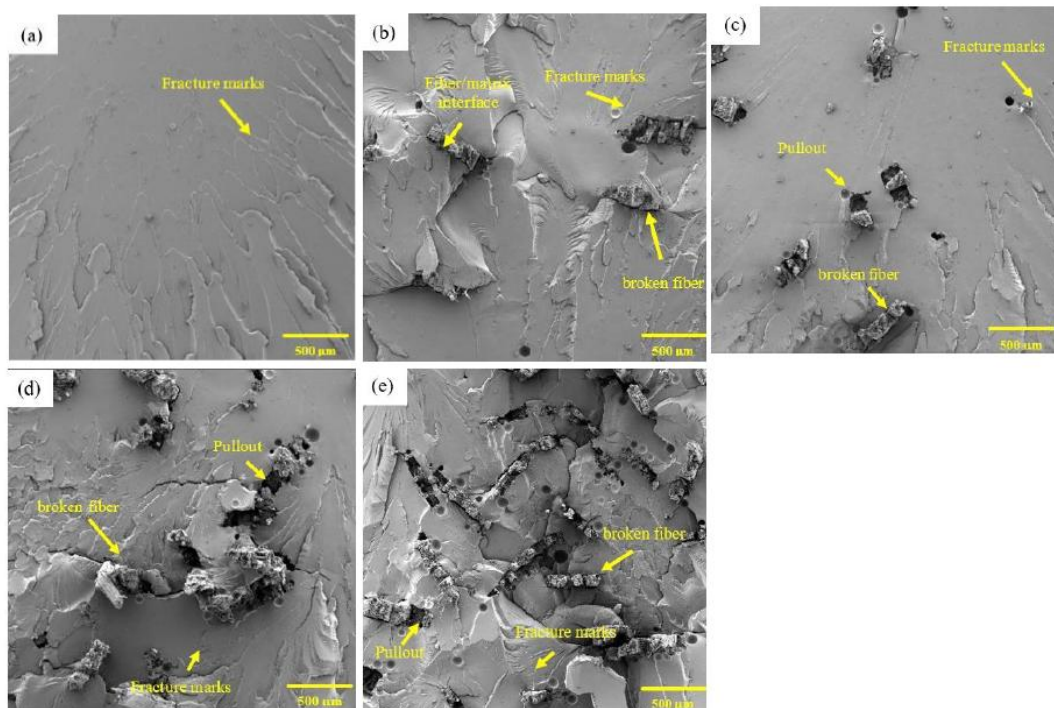


Figure 10. Analysis of the fracture region of the epoxy resin (a) and the composites with 10 (b), 20 (c), 30 (d), and 40 (e) vol% of envira fiber, tested in tensile strength.

It can be observed in the SEM images that both the micrograph of the fracture region of the epoxy resin, Figure 10a, and those of the envira fiber-reinforced composites, Figure 10b–e, exhibit delamination and fracture fringes, which are typical characteristics of brittle fracture in polymers. Additionally, in the compositions with fiber addition, there is partial adherence of the fibers to the matrix, fiber pull-out, and pores, which are aspects that may undermine the reinforcement of the composites and reduce the material's strength [56]. Various studies have reported that a chemical treatment on the fibers can improve fiber adhesion, improving the strength of the fibers [84–87].

Furthermore, the presence of broken envira fibers in the composites with 30 and 40 vol% of fiber suggests good adhesion of the fibers to the matrix. According to Oliveira et al. [25], broken fibers indicate that a reasonable load transfer occurred between the fiber and the matrix; when this transfer does not happen effectively, a decrease in the strength of the composite occurs. In these compositions, it is also observed that the fibers act as barriers against cracks propagating through the epoxy matrix, and this barrier can contribute to the reinforcement of the composite [56]. The patterns observed in these micrographs confirm the results obtained for the mechanical strength property.

In Figure 10e a high concentration of defects, such as bubbles and pores, can be observed, which may be due to the difficulty in molding with a high concentration of envira fibers. This pattern may have influenced the wide dispersion of results in the composition with 40% fiber, as identified in Figure 9a.

3.2.3. Flexural Strength

The mechanical properties obtained in flexural are presented in Figure 11.

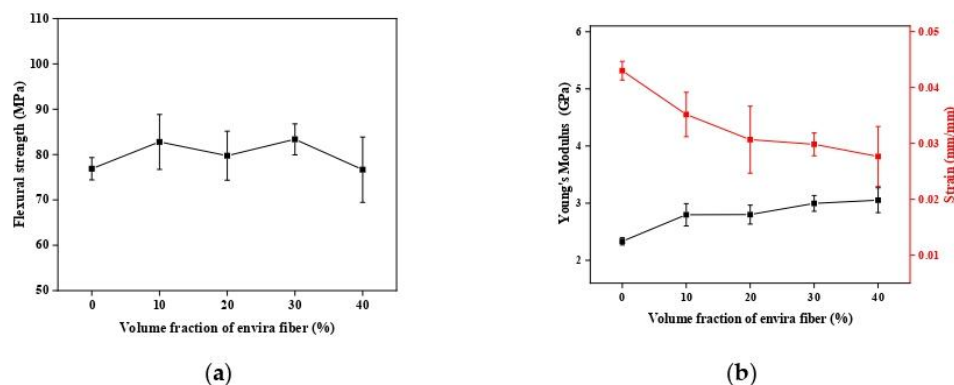


Figure 11. Flexural properties of the composites analyzed. (a) the flexural strength and in (b) the flexural modulus and deformation.

The results indicate that the addition of envira fiber has no apparent influence on the flexural strength results. The highest average value is related to the composition with 30 vol% fibers; nevertheless, the standard deviation bars indicate that there is not a significant difference between the results. Furthermore, the irregular behavior of the strength values may be related to flaws in the manual production process of the composites, causing the presence of bubbles, which may have acted as stress concentrators, weakening the material. Aruchamy et al. [88] observed this same pattern where higher concentrations of fibers decrease the composite's strength due to the low adhesion between the fiber and the matrix.

For the flexural modulus, the average values increase with the insertion of fibers into the matrix. The composition with 40 vol% of envira fibers showed the highest average value for the bending modulus, with a 30 vol% increase compared to the epoxy matrix. Zhang et al. [80], when evaluating the flexural properties of epoxy matrix composites reinforced with bamboo fibers, observed this same pattern. According to the authors, the addition of NLFs to epoxy provides greater bending stiffness to the composites during the bending test due to the better mechanical properties, such as modulus, stiffness, and flexibility of the fibers, when compared to the epoxy resin. Regarding deformation, there is a decrease in the average value, with the highest value associated with the epoxy resin. This value decreases with the insertion of fibers into the matrix, a result that supports the findings for the modulus of elasticity, as the greater the volume of fibers in the matrix, the greater the stiffness of the composite. Although no statistically significant variation was observed in flexural strength, it can be inferred that the incorporation of fibers led to an increase in the average values of this property, particularly with the addition of 30 vol%. This suggests that the composite may be suitable for applications involving flexural mechanical loading. However, fiber contents exceeding 30 vol% appear to saturate the matrix, resulting in a decrease in mechanical strength.

Statistical analysis of flexural properties is presented in Table 6.

The ANOVA results indicated a significant difference in the modulus and strain results. Table 7 presents the values of the differences between the means after the Tukey test.

The obtained m.s.d values for strength and bending modulus were 0.279 and 0.007, respectively. According to the Tukey test results for the Young's modulus and strain, only the value for the epoxy resin shows a statistical difference from the other compositions, confirming the results observed in Figure 11.

Table 6. Analysis of variance (ANOVA) of the flexural properties of Envira fiber-reinforced composites.

Flexural Strength (MPa)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (Calculated)	p-value	F Critical
Between the groups	239.582	4	59.895	2.205	0.097	2.75
Inside the group	678.893	25	27.155			
Total	918.475	29				
Young's Modulus (GPa)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (calculated)	p-value	F critical
Between the groups	1.921	4	0.480	17.654	5.3×10^{-7}	2.75
Inside the group	0.680	25	0.027			
Total	2.601	29				
Total Strain (mm/mm)						
Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean of Squares	F (calculated)	p-value	F critical
Between the groups	0.00089	4	0.000222	12.741	8.69×10^{-6}	2.75
Inside the group	0.00043	25	1.75×10^{-5}			
Total	0.00132	29				

Table 7. Results obtained for differences between mean values of the flexural strength after applying Tukey's test.

Young's Modulus (m.s.d = 0.279)						Total Strain (m.s.d = 0.007)				
	E0E	E10E	E20E	E30E	E40E	E0E	E10E	E20E	E30E	E40E
E0E	0	0.465	0.468	0.664	0.719	0	0.008	0.012	0.013	0.015
E10E	0.465	0	0.002	0.198	0.254	0.008	0	0.004	0.005	0.007
E20E	0.468	0.002	0	0.196	0.251	0.012	0.004	0	0.001	0.003
E30E	0.664	0.198	0.196	0	0.055	0.013	0.005	0.001	0	0.002
E40E	0.719	0.254	0.251	0.055	0	0.015	0.007	0.003	0.002	0

The significant differences are highlighted in bold.

Microstructural Analysis of Flexural Fractures

Figure 12 presents the fracture region of the composites tested in flexural.

It can be observed in the SEM images of the composites tested in flexural that both the micrograph of the fracture region of the epoxy resin, Figure 12a, and the composites reinforced with envira fibers, Figure 12b–e, exhibit the same pattern observed for the compositions tested in tensile, with the presence of delamination and fracture fringes. As previously indicated, these are typical characteristics of brittle fracture exhibited by polymers. It is also noted that in the compositions with fiber addition, there is partial adhesion of the fibers in the matrix, pulled-out fibers, the presence of bubbles, and broken fibers. Additionally, a large number of pores are evident, which may have acted as stress concentrators, explaining the results presented for flexural strength. According to Aruchamy et al. [70], who observed these characteristics in their composites when tested in flexural, the bubbles and pulled-out fibers indicate an inadequate relationship between the fiber and the matrix, reducing the flexural strength of the composites.

The results obtained in this work indicate that envira fiber has great potential for use as a reinforcement in polymer composites, since it has favorable characteristics for this use. The density of the fiber is one of the lowest observed in the literature for NLFs, which can

contribute to the production of lightweight materials. The tensile and flexural strengths show interesting values, which can contribute to the production of less expensive materials when compared to materials that use reinforcements derived from fossil fuels.

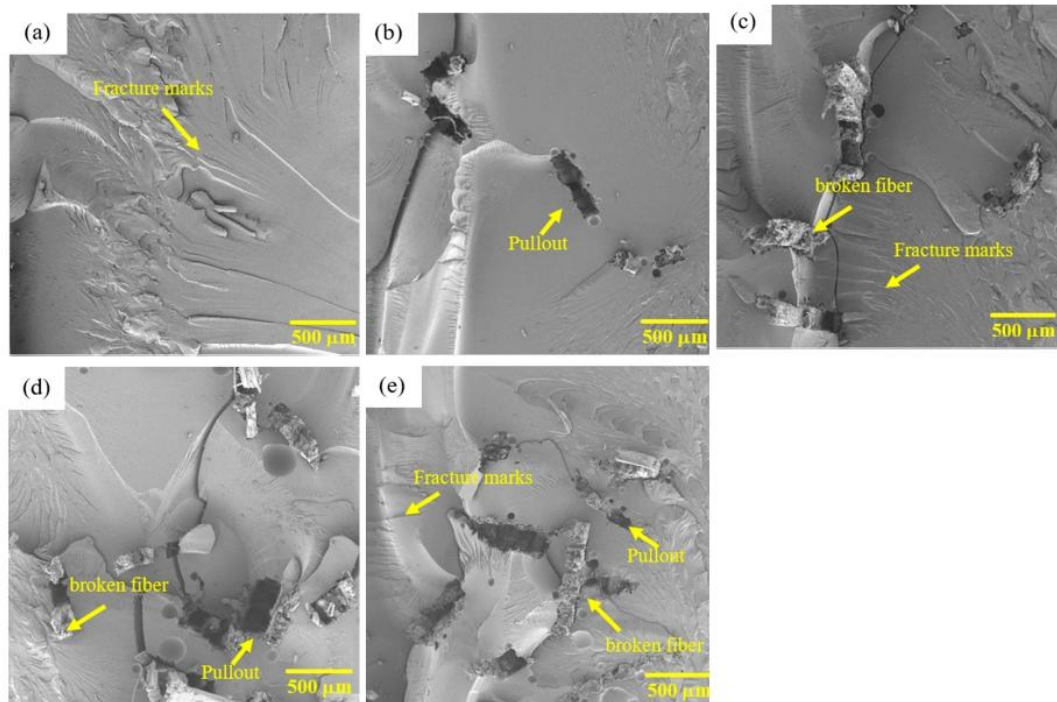


Figure 12. Analysis of the fracture region of epoxy resin (a) and composites with 10 (b), 20 (c), 30 (d), and 40 (e) vol% envira fiber after flexural strength testing.

4. Conclusions

The fiber density measured by the geometric method was 0.23 g/cm^3 . The XRD result indicated a value of 69.5% for the crystallinity index and 7.07° for the MFA. The thermogravimetry result indicated thermal stability of envira fiber around 210°C . FTIR indicated the presence of different functional groups found in cellulose, hemicellulose, lignin, and waxes, the main components of lignocellulosic fibers. Analysis of the fiber morphology revealed the presence of fibrils, defects, and microstructural irregularities along its length. The mechanical characterization of the fiber by tensile test indicated a decrease in strength with increasing fiber diameter, a pattern already expected for lignocellulosic fibers.

The incorporation of envira fiber into the epoxy matrix resulted in an increase in tensile strength and led to a slight enhancement in the composite's stiffness. Although the mean values indicated superior strength for the formulation containing 40 vol% fiber, statistical analysis suggests that the optimal composition is 30 vol%, which exhibited a 27% increase in tensile strength compared to the plain epoxy matrix. The analysis of the fracture region of the composites revealed the presence of delamination and areas where the fibers were pulled out of the matrix, indicating weak interfacial adhesion. However, the compositions with larger amounts of fibers showed a significant number of broken fibers, which may influence the improvement in the strength of these composites. These results indicate the great potential of these fibers, since they can replace their synthetic counterparts, such as carbon and glass fibers, contributing to the production of less expensive, lighter, and environmentally friendly materials.

In relation to the properties of the composites tested in flexural strength, the addition of envira fibers did not influence the strength results. This may be related to the manual manufacturing method, which can lead to the presence of bubbles that weaken the material.

The incorporation of envira fiber in an epoxy matrix showed to be efficient, considering that the produced composites obtained a tensile strength value higher than NLFs composites researched in the literature. Furthermore, envira fiber is for the first time investigated for application in composites; it is a relatively unknown natural fiber from the northern region of Brazil, of low cost, and that has shown promising results regarding its use as reinforcement in polymeric composites. These new composites can be applied as substitutes for conventional composites reinforced with synthetic fibers. Moreover, as it is a lighter material, it can be applied in civil construction by replacing high performance wood.

Author Contributions: Conceptualization, M.A.P., M.A.L.d.R., and V.S.C.; investigation, M.A.P. and V.S.C.; methodology, M.A.P. and V.S.C.; resources, L.S.G.N., M.A.P., A.C.R.d.S., M.A.L.d.R., and V.S.C.; validation and visualization, F.P.D.L., L.S.G.N., M.A.P., A.C.R.d.S., S.N.M., M.A.L.d.R. and V.S.C.; data curation, M.A.P. and V.S.C.; writing—original draft, writing—review and editing, M.A.P. and V.S.C. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Funding: This research was partially financed by the Brazilian National Council of Scientific Technological and Innovation Development (CNPq), Brazil, process number 151506/2021-3.

Institutional Review Board Statement: Not applicable.

Data Availability Statement: The original contributions presented in this study are included in the article. Further inquiries can be directed to the corresponding author.

Acknowledgments: The authors thank the following Brazilian agencies for supporting this investigation: CNPq, CAPES, and UFPA for providing us with research facilities and for their support of this manuscript.

Conflicts of Interest: No conflict of interest exists in the submission of this manuscript, and the manuscript is approved by all authors for publication. I would like to declare on behalf of my coauthors that the work described was original research that has not been published previously and is not under consideration for publication elsewhere, in whole or in part.

References

1. Kerni, L.; Singh, S.; Patnaik, A.; Kumar, N. A review on natural fiber reinforced composites. *Mater. Today Proc.* **2020**, *28*, 1616–1621. [\[CrossRef\]](#)
2. Islam, M.A.; Mobarak, M.H.; Rimon, M.I.H.; Al Mahmud, M.Z.; Ghosh, J.; Ahmed, M.M.S.; Hossain, N. Additive Manufacturing in Polymer Research: Advances, Synthesis, and Applications. *Polym. Test.* **2024**, *132*, 108364. [\[CrossRef\]](#)
3. Nwankwo, C.O.; Mahachi, J.; Olukanni, D.O.; Musonda, I. Africa's Natural Fibres Used in Polymer Composites: A Systematic Review. *Polym. Compos.* **2024**, *45*, 9677–9702. [\[CrossRef\]](#)
4. Cavalcanti, D.K.K.; Banea, M.D.; Neto, J.S.S. Comparative Analysis of the Mechanical and Thermal Properties of Polyester and Epoxy Natural Fiber-Reinforced Hybrid Composites. *J. Compos. Mater.* **2021**, *55*, 1683–1692. [\[CrossRef\]](#)
5. Kumar, S.; Prasad, L.; Bijlwan, P.P.; Yadav, A. Thermogravimetric Analysis of Lignocellulosic Leaf-Based Fiber-Reinforced Thermosets Polymer Composites: An Overview. *Biomass Convers. Biorefinery* **2024**, *14*, 12673–12698. [\[CrossRef\]](#)
6. Haris, N.I.N.; Hassan, M.Z.; Ilyas, R.A.; Suhot, M.A.; Sapuan, S.M.; Dolah, R.; Mohammad, R.L.; Asyraf, M.R.M. Dynamic Mechanical Properties of Natural Fiber Reinforced Hybrid Polymer Composites: A Review. *J. Mater. Res. Technol.* **2022**, *19*, 167–182. [\[CrossRef\]](#)
7. Bachchan, A.A.; Das, P.P.; Chaudhary, V. Effect of Moisture Absorption on the Properties of Natural Fiber Reinforced Polymer Composites: A Review. *Mater. Today Proc.* **2021**, *49*, 3403–3408. [\[CrossRef\]](#)
8. Sharath, B.N.; Yashas Gowda, T.G.; Madhu, P.; Pradeep Kumar, C.B.; Jain, N.; Verma, A.; Siengchin, S. Fabrication of Raw and Chemically Treated Biodegradable *Luffa aegyptica* Fruit Fibre-Based Hybrid Epoxy Composite: A Mechanical and Morphological Investigation. *Biomass Convers. Biorefin.* **2025**, *15*, 8473–8486. [\[CrossRef\]](#)

9. Muthalagu, R.; Kumar, S.S.; Pati, P.R.; Giri, J.; Sathish, T.; Fatehmulla, A. Influence of *Prosopis juliflora* Bark Powder/Fillers on the Mechanical, Thermal and Damping Properties of Jute Fabric Hybrid Composites. *J. Mater. Res. Technol.* **2024**, *33*, 3452–3461. [\[CrossRef\]](#)
10. Karimah, A.; Ridho, M.R.; Munawar, S.S.; Adi, D.S.; Damayanti, R.; Subiyanto, B.; Fatriasari, W.; Fudholi, A. A review on natural fibers for development of eco-friendly bio-composite: Characteristics, and utilizations. *J. Mater. Res. Technol.* **2021**, *13*, 2442–2458. [\[CrossRef\]](#)
11. Hossain, S.; Jalil, M.A.; Islam, T.; Rahman, M.M. A Low-Density Cellulose Rich New Natural Fiber Extracted from the Bark of Jack Tree Branches and Its Characterizations. *Heliyon* **2022**, *8*, e11667. [\[CrossRef\]](#)
12. Prasad, V.; Alliyankal Vijayakumar, A.; Jose, T.; George, S.C. A Comprehensive Review of Sustainability in Natural-Fiber-Reinforced Polymers. *Sustainability* **2024**, *16*, 1223. [\[CrossRef\]](#)
13. Mohammed, M.; Oleiwi, J.K.; Mohammed, A.M.; Mohamad Jawad, A.J.A.M.; Osman, A.F.; Adam, T.; Gopinath, S.C.B. A Review on the Advancement of Renewable Natural Fiber Hybrid Composites: Prospects, Challenges, and Industrial Applications. *J. Renew. Mater.* **2024**, *12*, 1237–1290. [\[CrossRef\]](#)
14. Akter, M.; Uddin, M.H.; Anik, H.R. Plant Fiber-Reinforced Polymer Composites: A Review on Modification, Fabrication, Properties, and Applications. *Polym. Bull.* **2024**, *81*, 1–85. [\[CrossRef\]](#)
15. Rajak, D.K.; Wagh, P.H.; Linul, E. A Review on Synthetic Fibers for Polymer Matrix Composites: Performance, Failure Modes and Applications. *Materials* **2022**, *15*, 4790. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
16. Oladele, I.O.; Bichang'a, D.O.; Borisade, S.G.; Isola-Makinde, B.A.; Akinbamiyori, I.; Githinji, D.N. Recent Advancements in the Application of Natural Fibre/Particulate Based Polymer Composites in Automotive Industry: A Review on Sustainable Development. *Matér. Tech.* **2024**, *112*, 402. [\[CrossRef\]](#)
17. Skosana, S.J.; Khoathane, C.; Malwela, T. Driving towards Sustainability: A Review of Natural Fiber Reinforced Polymer Composites for Eco-Friendly Automotive Light-Weighting. *J. Thermoplast. Compos. Mater.* **2024**, *38*, 754–780. [\[CrossRef\]](#)
18. Akhil, U.V.; Radhika, N.; Saleh, B.; Krsna, S.A.; Nobre, N.; Rajeshkumar, L. Uma Revisão Abrangente Sobre Compósitos Poliméricos Reforçados Uma revisão abrangente sobre compósitos poliméricos reforçados com fibra natural à base de plantas: Fabricação, propriedades e aplicações. *Polím. Compós.* **2023**, *44*, 2598–2633.
19. Hindi, J.; Abdul Salam, A.A.; K, M.; Basha, G.; S, Y.; Ibrahim, A. Characterization of Novel Cellulosic *Salvadora persica* Fiber for Potentiality in Polymer Matrix Composites. *J. Nat. Fibers* **2024**, *21*, 2409874. [\[CrossRef\]](#)
20. Getu, D.; Nallamothu, R.B.; Masresha, M.; Nallamothu, S.K.; Nallamothu, A.K. Production and characterization of bamboo and sisal fiber reinforced hybrid composite for interior automotive body application. *Mater. Today Proc.* **2021**, *38*, 2853–2860. [\[CrossRef\]](#)
21. Huzaifa, M.; Zahoor, S.; Akhtar, N.; Abdullah, M.H.; Haider, S.; Khan, S.U.; Alam, K. Exploring Mechanical Properties of Eco-Friendly Hybrid Epoxy Composites Reinforced with Sisal, Hemp, and Glass Fibers. *J. Mater. Res. Technol.* **2024**, *33*, 2785–2793. [\[CrossRef\]](#)
22. Islam, T.; Chaion, M.H.; Jalil, M.A.; Rafi, A.S.; Mushtari, F.; Dhar, A.K.; Hossain, S. Advancements and Challenges in Natural Fiber-Reinforced Hybrid Composites: A Comprehensive Review. *SPE Polym.* **2024**, *5*, 481–506. [\[CrossRef\]](#)
23. Mylsamy, B.; Shanmugam, S.K.M.; Aruchamy, K.; Palanisamy, S.; Nagarajan, R.; Ayirmis, N. A Review on Natural Fiber Composites: Polymer Matrices, Fiber Surface Treatments, Fabrication Methods, Properties, and Applications. *Polym. Eng. Sci.* **2024**, *64*, 2345–2373. [\[CrossRef\]](#)
24. Soni, A.; Das, P.K.; Gupta, S.K.; Saha, A.; Rajendran, S.; Kamyab, H.; Yusuf, M. An Overview of Recent Trends and Future Prospects of Sustainable Natural Fiber-Reinforced Polymeric Composites for Tribological Applications. *Ind. Crop. Prod.* **2024**, *222*, 119501. [\[CrossRef\]](#)
25. Oliveira, M.S.; Luz, F.S.D.; Teixeira Souza, A.; Demosthenes, L.C.D.C.; Pereira, A.C.; Braga, F.D.O.; Monteiro, S.N. Tucum Fiber from Amazon *Astrocaryum vulgare* Palm Tree: Novel Reinforcement for Polymer Composites. *Polymers* **2020**, *12*, 2259. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
26. Marchi, B.Z.; Oliveira, M.S.; Bezerra, W.B.A.; de Sousa, T.G.; Candido, V.S.; da Silva, A.C.R.; Monteiro, S.N. Ubim Fiber (*Geonoma baculifera*): A Less Known Brazilian Amazon Natural Fiber for Engineering Applications. *Sustainability* **2022**, *14*, 421. [\[CrossRef\]](#)
27. Souza, A.T.; Pereira Junio, R.F.; Neuba, L.D.M.; Candido, V.S.; da Silva, A.C.R.; de Azevedo, A.R.G.; Nascimento, L.F.C. Caranan Fiber from *Mauritiella armata* Palm Tree as Novel Reinforcement for Epoxy Composites. *Polymers* **2020**, *12*, 2037. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
28. Ferreira, F.V.; Pinheiro, I.F.; Mariano, M.; Cividanes, L.S.; Costa, J.C.; Nascimento, N.R.; Lona, L.M. Environmentally Friendly Polymer Composites Based on PBAT Reinforced with Natural Fibers from the Amazon Forest. *Polym. Compos.* **2019**, *40*, 3351–3360. [\[CrossRef\]](#)
29. Islam, S.; Hasan, M.B.; Karim, F.E.; Kodrić, M.; Islam, M.R.; Khatun, M.M.; Motaleb, K.A. Thermoset and thermoplastic polymer composites reinforced with flax fiber: Properties and application—A review. *SPE Polym.* **2025**, *6*, e10172. [\[CrossRef\]](#)

30. Helaili, S.; Chafra, M.; Chevalier, Y. Natural Fiber Alfa/Epoxy Randomly Reinforced Composite Mechanical Properties Identification. *Structures* **2021**, *34*, 542–549. [CrossRef]
31. Belouadah, Z.; Rokbi, M.; Ati, A. Manufacturing and characterization of new composite based on epoxy resin and *Lygeum Spartum* L. Plant. *J. Nat. Fibers* **2022**, *19*, 4236–4248. [CrossRef]
32. Rekha, R.; Rajesh, P.V.; Sham, I.; Sanjai, S.; Kishore, V.; Farook, S.J. Experimental Evaluation of Macroscopic Surface Characteristics of Bamboo Fibre Epoxy Polymer Matrix Composite. *Mater. Today Proc.* **2024**, *238*, 2185–2204. [CrossRef]
33. Maguteeswaran, R.; Prathap, P.; Satheeshkumar, S.; Madhu, S. Effect of Alkali Treatment on Novel Natural Fiber Extracted from the Stem of Lankaran Acacia for Polymer Composite Applications. *Biomass Conv. Biorefin.* **2024**, *14*, 8091–8101. [CrossRef]
34. Tasgin, Y.; Demircan, G.; Kandemir, S.; Acikgoz, A. Mechanical, wear and thermal properties of natural fiber-reinforced epoxy composite: Cotton, sisal, coir and wool fibers. *J. Mater. Sci.* **2024**, *59*, 10844–10857. [CrossRef]
35. Owen, M.M.; Achukwu, E.O.; Md Akil, H. Preparation and Mechanical Characterizations of Water Hyacinth Fiber Based Thermoset Epoxy Composite. *J. Nat. Fibers* **2022**, *19*, 13970–13984. [CrossRef]
36. Bavanam Nagaraja Reddy, S.; Buddha, K.; Chandra Babu Naidu, K.; Baba Basha, D. Development and Evaluation of a Polymer Composite Material Reinforced by *Tectona Grandis* Fiber, with Static Analysis. *Polymers* **2025**, *17*, 634. [CrossRef]
37. Maciel, N.D.O.R.; Ferreira, J.B.; da Silva Vieira, J.; Ribeiro, C.G.D.; Lopes, F.P.D.; Margem, F.M.; da Silva, L.C. Comparative Tensile Strength Analysis Between Epoxy Composites Reinforced with Curaua Fiber and Glass Fiber. *J. Mater. Res. Technol.* **2018**, *7*, 561–565. [CrossRef]
38. Santos, C.C.J.; Oliveira, N.H.E.; Giacon, V.M.; Manzato, L.; Silva, C.G. Study on Mechanical and Thermal Properties of Amazon Fibers on the Polymeric Biocomposites: Malva and Tucum. *Fibers Polym.* **2021**, *22*, 3203–3211. [CrossRef]
39. Demosthenes, L.C.C.; Nascimento, L.F.C.; Monteiro, S.N.; Costa, U.O.; da Costa Garcia Filho, F.; da Luz, F.S.; Braga, F.O. Thermal and Structural Characterization of Buriti Fibers and Their Relevance in Fabric Reinforced Composites. *J. Mater. Res. Technol.* **2020**, *9*, 115–123. [CrossRef]
40. Lima Lopes Junior, J.; Rodrigues Brabo, D.; Leandro Santos Amaral, E.; Wilson da Cruz Reis, A.; Bastos do Amarante, C.; Gilda Barroso Tavares Dias, C. Characterization of the Natural Fibers Extracted from the Aninga's Stem and Development of a Unidirectional Polymeric Sheet. *Sci. Rep.* **2024**, *14*, 24780. [CrossRef]
41. Couto, R.J.C.; Colares, A. History of Amazonian Knowledge and Political Emancipation: Handicraft in Juruti-PA. *Rev. Cocar* **2021**, *15*, 1–21. Available online: <https://periodicos.uepa.br/index.php/cocar/article/view/4589> (accessed on 15 May 2025).
42. Segal, L.E.A. An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer. *Text. Res. J.* **1959**, *29*, 786–794. [CrossRef]
43. Cave, I.D. X-ray Measurement of Microfibril Angle. *Wood Sci. Technol.* **1966**, *16*, 37–42.
44. ASTM C1557-20; Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus of Fibers. ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2017.
45. ASTM D 638-12; Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2022.
46. ASTM D 790-17; Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials. ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2017.
47. Ferreira, D.C.D.O.N.; Ferreira, A.D.S.; Monteiro, S.N. Weibull Analysis of Tensile Tested Piassava Fibers with Different Diameters. *Matéria* **2018**, *23*, e12254. [CrossRef]
48. Alcock, M.; Ahmed, S.; DuCharme, S.; Ulven, C.A. Influence of Stem Diameter on Fiber Diameter and the Mechanical Properties of Technical Flax Fibers from Linseed Flax. *Fibers* **2018**, *6*, 10. [CrossRef]
49. Sadeghi, P.; Cao, Q.; Abouzeid, R.; Shayan, M.; Koo, M.; Wu, Q. Experimental and Statistical Investigations for Tensile Properties of Hemp Fibers. *Fibers* **2024**, *12*, 94. [CrossRef]
50. Castro, R.G.; Amorim, F.C.; Reis, J.M.L. Effects of Fiber Length on the Performance of Piassava Reinforced Epoxy Composites. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part L J. Mater. Des. Appl.* **2020**, *234*, 1431–1438. [CrossRef]
51. Pinheiro, M.A.; Ribeiro, M.M.; Rosa, D.L.S.; Nascimento, D.D.C.B.; da Silva, A.C.R.; Dos Reis, M.A.L.; Monteiro, S.N.; Candido, V.S. Periquiteira (*Cochlospermum orinocense*): A Promising Amazon Fiber for Application in Composite Materials. *Polymers* **2023**, *15*, 2120. [CrossRef]
52. Fonseca, A.S.; Raabe, J.; Baliza, A.E.R.; Costa, T.G.; Silva, L.E.; Vasconcelos, R.P.; Marconcini, J.M.; Savastano, H., Jr.; Mendes, L.M.; Yu, A.; et al. Main Characteristics of Underexploited Amazonian Palm Fibers for Using as Potential Reinforcing Materials. *Waste Biomass Valoriz.* **2019**, *10*, 3125–3142. [CrossRef]
53. Silva, T.T.D.; Silveira, P.H.P.M.D.; Ribeiro, M.P.; Lemos, M.F.; Silva, A.P.; Monteiro, S.N.; Nascimento, L.F.C. Thermal and Chemical Characterization of Kenaf Fiber (*Hibiscus cannabinus*) Reinforced Epoxy Matrix Composites. *Polymers* **2021**, *13*, 2016. [CrossRef]
54. Fonseca, P.L.; Garavello, M.E.D.P.E.; Baruque, R.J.; Kohan, L.; Oliveira, D.L.; Fernandes, P.R.B.; Siqueira, U.M.; Figueiro, R. Banana Pseudostem Fibers (*Musa* sp.—Cultivar AAB Prata): Physicochemical Characteristics. *Mater. Cir. Econ.* **2022**, *4*, 21. [CrossRef]

55. Khan, A.; Vijay, R.; Singaravelu, D.L.; Sanjay, M.R.; Siengchin, S.; Verpoort, F.; Asiri, M. Extraction and Characterization of Natural Fiber from *Eleusine indica* Grass as Reinforcement of Sustainable Fiber Reinforced Polymer Composites. *J. Nat. Fibers* **2021**, *18*, 1742–1750. [\[CrossRef\]](#)
56. Reis, R.H.M.; Nunes, L.F.; Oliveira, M.S.; Veiga, V.F.; Garcia, F.F.D.C.; Pinheiro, M.A.; Candido, V.S.; Monteiro, S.N. Guaruman Fiber: Another Possible Reinforcement in Composites. *J. Mater. Res. Technol.* **2020**, *9*, 622–628. [\[CrossRef\]](#)
57. Senthamaraiannan, P.; Kathiresan, M. Characterization of Raw and Alkali Treated New Natural Cellulosic Fiber from *Coccinia grandis* L. *Carbohydr. Polym.* **2018**, *186*, 332–343. [\[CrossRef\]](#)
58. Manimaran, P.; Senthamaraiannan, P.; Sanjay, M.R.; Marichelvam, M.K.; Jawaidd, M. Study on Characterization of *Furcraea foetida* New Natural Fiber as Composite Reinforcement for Lightweight Applications. *Carbohydr. Polym.* **2018**, *181*, 650–658. [\[CrossRef\]](#)
59. Ravindran, D.; Padma, S.R.; Indran, S.; Divya, D. Characterization of Natural Cellulosic Fiber Extracted from *Grewia damine* Flowering Plant's Stem. *Int. J. Biol. Macromol.* **2020**, *164*, 1246–1255. [\[CrossRef\]](#)
60. Vârban, R.; Crişan, I.; Vârban, D.; Ona, A.; Olar, L.; Stoie, A.; Stefan, R. Comparative FT-IR Prospecting for Cellulose in Stems of Some Fiber Plants: Flax, Velvet Leaf, Hemp and Jute. *Appl. Sci.* **2021**, *11*, 8570. [\[CrossRef\]](#)
61. Eltahir, H.A.; Xu, W.; Lu, X.; Li, C.; Ren, L.; Liu, J.; Abedalwafa, M.A. Prospect and Potential of *Adansonia digitata* L. (Baobab) Bast Fiber in Composite Materials Reinforced with Natural Fibers. Part 1: Fiber Characterization. *J. Nat. Fibers* **2020**, *18*, 2197–2207. [\[CrossRef\]](#)
62. Kale, R.D.; Alemayehu, T.G.; Gorade, V.G. Extraction and Characterization of Lignocellulosic Fibers from *Girardinia bullosa* (Steudel) Wedd. (Ethiopian Kusha Plant). *J. Nat. Fibers* **2018**, *17*, 906–920. [\[CrossRef\]](#)
63. Sahayaraj, A.; Felix; Muthukrishnan, M.; Jenish, I. Extraction and Characterization of Sponge Gourd Outer Skin Fiber. *J. Nat. Fibers* **2023**, *20*, 219–229. [\[CrossRef\]](#)
64. Geminiani, L.; Campione, F.P.; Corti, C.; Luraschi, M.; Motella, S.; Recchia, S.; Rampazzi, L. Differentiating between Natural and Modified Cellulosic Fibres Using ATR-FTIR Spectroscopy. *Heritage* **2022**, *5*, 4114–4139. [\[CrossRef\]](#)
65. Yoganandam, K.; Ganeshan, P.; Nagaraja, G.B.; Raja, K. Characterization Studies on *Calotropis procera* Fibers and Their Performance as Reinforcements in Epoxy Matrix. *J. Nat. Fibers* **2019**, *17*, 1706–1718. [\[CrossRef\]](#)
66. Hyness, N.R.J.; Vignesh, N.J.; Senthamaraiannan, P.; Saravanakumar, S.S.; Sanjay, M.R. Characterization of New Natural Cellulosic Fiber from *Heteropogon contortus* Plant. *J. Nat. Fibers* **2018**, *15*, 146–153. [\[CrossRef\]](#)
67. Vijay, R.; Singaravelu, D.L.; Vinod, A.; Sanjay, M.R.; Siengchin, S.; Jawaidd, M. Characterization of Raw and Alkali Treated New Natural Cellulosic Fibers from *Tridax procumbens*. *Int. J. Biol. Macromol.* **2019**, *125*, 99–108. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
68. Atangana, G.E.; Tchotang, T.; Wedaïna, A.G.; Olembe, Y.R.; Djaligue, A.; Mahondé, N. Effect of Alkaline Treatment on the Physical, Chemical, and Mechanical Properties of Coconut Palm *Nucifera* Rachis Fibres. *J. Nat. Fibers* **2025**, *22*, 2449439. [\[CrossRef\]](#)
69. Jebadurai, S.G.; Raj, R.E.; Sreenivasan, V.S.; Binoj, J.S. Comprehensive Characterization of Natural Cellulosic Fiber from *Coccinia grandis* Stem. *Carbohydr. Polym.* **2019**, *207*, 675–683. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
70. Maache, M.; Bezazi, A.; Amroune, S.; Scarpa, F.; Dufresne, A. Characterization of a Novel Natural Cellulosic Fiber from *Juncus effusus* L. *Carbohydr. Polym.* **2017**, *171*, 163–172. [\[CrossRef\]](#)
71. Vijay, R.; Singaravelu, D.L.; Vino, A.; Raj, I.F.P.; Sanjay, M.R.; Siengchin, S. Characterization of Novel Natural Fiber from *Saccharum bengalense* Grass (Sarkanda). *J. Nat. Fibers* **2019**, *17*, 1739–1747. [\[CrossRef\]](#)
72. Narayanasamy, P.; Balasundar, P.; Senthil, S.; Sanjay, M.R.; Siengchin, S.; Khan, A.; Asiri, A.M. Characterization of a Novel Natural Cellulosic Fiber from *Calotropis gigantea* Fruit Bunch for Ecofriendly Polymer Composites. *J. Biol. Macromol.* **2020**, *150*, 793–801. [\[CrossRef\]](#)
73. Carranza, N.U.; Ramiro, V.G.S.; Flores, R.N.; Ahmed, A.G.H.; Luis, R.J.; Arizbe Santiago, A. Physicochemical Characterization of Natural Fibers Obtained from Seed Pods of *Ceiba aesculifolia*. *BioResources* **2021**, *16*, 4200–4211. [\[CrossRef\]](#)
74. Teles, M.C.A.; Glória, G.O.; Altoé, G.R.; Amoy, N.P.; Margem, F.M.; Braga, F.O.; Monteiro, S.N. Evaluation of the Diameter Influence on the Tensile Strength of Pineapple Leaf Fibers (PALF) by Weibull Method. *Mater. Res.* **2015**, *18*, 185–192. [\[CrossRef\]](#)
75. Barbosa, A.D.P.; Muylaert, M.F.; Monteiro, S.N.; Oliveira, C.G.; Tonini, S.N. Effect of the Fiber Equivalent Diameter on the Elastic Modulus of Eucalyptus Fibers. *Mater. Sci. Forum* **2016**, *869*, 396–401. [\[CrossRef\]](#)
76. Neves, A.C.C.; Rohen, L.A.; Mantovani, D.P.; Carvalho, J.P.; Vieira, C.M.F.; Lopes, F.P.; Monteiro, S.N. Comparative Mechanical Properties between Biocomposites of Epoxy and Polyester Matrices Reinforced by Hemp Fiber. *J. Mater. Res. Technol.* **2020**, *9*, 1296–1304. [\[CrossRef\]](#)
77. Gargol, M.; Klepka, T.; Klapiszewski, Ł.; Podkościelna, B. Synthesis and Thermo-Mechanical Study of Epoxy Resin-Based Composites with Waste Fibers of Hemp as an Eco-Friendly Filler. *Polymers* **2021**, *13*, 503. [\[CrossRef\]](#)
78. Kumaar, A.S.; Senthilkumar, A.; Saravanakumar, S.S.; Senthamaraiannan, P.; Loganathan, L.; Muthu Chozha Rajan, B. Mechanical Properties of Alkali-Treated *Carica papaya* Fiber-Reinforced Epoxy Composites. *J. Nat. Fibers* **2022**, *19*, 269–279. [\[CrossRef\]](#)
79. Reddy, B.M.; Reddy, P.V.; Reddy, Y.V.M.; Reddy, B.C.M.; Reddy, R.M. Mechanical, Thermal and Morphological Properties of Raw *Cordia dichotoma* Fiber Reinforced Epoxy Composites. *Curr. Res. Green Sustain. Chem.* **2022**, *5*, 100264. [\[CrossRef\]](#)

-
80. Zhang, S.; Zheng, H.; Chang, W.; Lou, Y.; Qian, H. Microbiological Deterioration of Epoxy Coating on Carbon Steel by *Pseudomonas aeruginosa*. *Coatings* **2023**, *13*, 606. [[CrossRef](#)]
 81. Sabu, M.; Bementa, E.; Jaya Vinse Ruban, Y.; Ginil Mon, S. A Novel Analysis of the Dielectric Properties of Hybrid Epoxy Composites. *Adv. Compos. Hybrid Mater.* **2020**, *3*, 325–335. [[CrossRef](#)]
 82. Mamudu, U.; Dufresne, A.; Lim, R.C. Synthesis and Characterization of Phosphorylated Cellulose Nanocrystals for Enhanced UV Stability of Epoxy Nanocomposite Films. *Compos. Part C Open Access* **2023**, *12*, 100393. [[CrossRef](#)]
 83. Abd El-Baky, M.A.; Attia, M.A.; Abdelhaleem, M.M.; Hassan, M.A. Flax/Basalt/E-Glass Fibers Reinforced Epoxy Composites with Enhanced Mechanical Properties. *J. Nat. Fibers* **2022**, *19*, 954–968. [[CrossRef](#)]
 84. Khan, Z.; Yousif, B.F.; Islam, M. Fracture Behaviour of Bamboo Fiber Reinforced Epoxy Composites. *Compos. Part B Eng.* **2017**, *116*, 186–199. [[CrossRef](#)]
 85. Sepe, R.; Bollino, F.; Boccarusso, L.; Caputo, F. Influence of Chemical Treatments on Mechanical Properties of Hemp Fiber Reinforced Composites. *Compos. Part B Eng.* **2018**, *133*, 210–217. [[CrossRef](#)]
 86. Rizal, S.; Ikramullah; Gopakumar, D.A.; Thalib, S.; Huzni, S.; Abdul Khalil, H.P.S. Interfacial Compatibility Evaluation on the Fiber Treatment in the Typha Fiber Reinforced Epoxy Composites and Their Effect on the Chemical and Mechanical Properties. *Polymers* **2018**, *10*, 1316. [[CrossRef](#)]
 87. Kumar, S.; Prasad, L.; Patel, V.K.; Kumar, V.; Kumar, A.; Yadav, A.; Winczek, J. Physical and Mechanical Properties of Natural Leaf Fiber-Reinforced Epoxy Polyester Composites. *Polymers* **2021**, *13*, 1369. [[CrossRef](#)]
 88. Aruchamy, K.; Subramani, S.P.; Palaniappan, S.K.; Sethuraman, B.; Kaliyannan, G.V. Study on Mechanical Characteristics of Woven Cotton/Bamboo Hybrid Reinforced Composite Laminates. *J. Mater. Res. Technol.* **2020**, *9*, 718–726. [[CrossRef](#)]

Disclaimer/Publisher's Note: The statements, opinions and data contained in all publications are solely those of the individual author(s) and contributor(s) and not of MDPI and/or the editor(s). MDPI and/or the editor(s) disclaim responsibility for any injury to people or property resulting from any ideas, methods, instructions or products referred to in the content.

