

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

BRUNA ALEXANDRINO BERNABÉ

**POLIMERIZAÇÃO OXIDATIVA DA ANILINA UTILIZANDO FeCl_3 COMO
AGENTE OXIDANTE E PÓ DE BASALTO COMO CODOPANTE – ANÁLISE
GRAVIMÉTRICA E TÉRMICA**

FRANCISCO BELTRÃO

2021

BRUNA ALEXANDRINO BERNABÉ

POLIMERIZAÇÃO OXIDATIVA DA ANILINA UTILIZANDO FeCl_3 COMO AGENTE OXIDANTE E PÓ DE BASALTO COMO CODOPANTE – ANÁLISE GRAVIMÉTRICA E TÉRMICA

ANILINE OXIDATIVE POLYMERIZATION USING FeCl_3 AS AN OXIDIZING AGENT AND BASALT POWDER AS CODOPANT – GRAVIMETRIC AND THERMAL ANALYSIS

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação apresentado como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).
Orientador: Dr. Claiton Zanini Brusamarello

FRANCISCO BELTRÃO

2021



Esta licença permite compartilhamento, remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, mesmo para fins comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es). Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

BRUNA ALEXANDRINO BERNABÉ

**POLIMERIZAÇÃO OXIDATIVA DA ANILINA UTILIZANDO FeCl_3 COMO
AGENTE OXIDANTE E PÓ DE BASALTO COMO CODOPANTE – ANÁLISE
GRAVIMÉTRICA E TÉRMICA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como
requisito para obtenção do título de Engenheiro
Químico da Universidade Tecnológica Federal do
Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 9 de dezembro de 2021

Claiton Zanini Brusamarello
Doutor
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Fernanda Batista de Souza
Doutora
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Giane Gonçalves Lenzi
Doutora
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

“A folha de aprovação assinada encontra-se na Coordenação do Curso”

FRANCISCO BELTRÃO

2021

Dedico este trabalho a meus pais, que não mediram
esforços para realização dos meus sonhos e
objetivos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por ter me dado tanta fortaleza durante toda a graduação e realização do presente trabalho. Agradecimentos especiais ao Prof. Dr. Claiton Zanini Brusamarello por toda a paciência, ensinamentos e por sempre me incentivar durante toda a orientação do trabalho.

Aos meus pais que nunca na vida mediram esforços para que eu pudesse realizar o sonho da graduação, sempre me ajudar em todas as minhas dificuldades e sempre estar ao meu lado. Sem vocês eu nada seria, vocês são a razão de toda minha existência.

Agradeço aos meus padrinhos, que sempre estiveram presentes em todas as etapas de minha vida, sempre me ajudaram a segurar as pontas quando necessário e sempre foram meu suporte.

Aos meus grandes amigos que tive o prazer de conhecer na faculdade e faço questão de levar sempre em meu coração, Israel, Kauany, Larissa, Patricia, Ingrithy e, principalmente, Marina. Sem vocês com certeza passar por este período seria muito mais complicado, vocês tornaram meus dias mais leves, me ajudaram quando mais precisei e nunca saíram do meu lado. Gratidão demais pela vida ter colocado vocês em meu caminho.

A minha ex-colega de apartamento, Joyce, que mesmo depois de ter concluído a graduação nunca deixou de me prestar apoio, me incentivar e acreditar em mim até quando eu não mais acreditava.

As minha amigas Flavia e Isabela que sempre estiveram do meu lado, independente se o “role” era para estudo, festa, ou até chorar as mágoas, a presença de vocês em minha vida fizeram total diferença, a animação das duas trouxe novamente luz para os dias nublados.

Agradeço também a minha grande amiga de infância Hemili, que desde tão pequena está presente em minha vida diariamente, me levantando quando é preciso e me incentivando das maneiras mais lindas, eu te amo muito.

Agradeço aos meus demais amigos e colegas que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

Imensa gratidão a todos os professores e técnicos que auxiliaram até aqui para que o presente trabalho fosse executado.

À Central de Análises de Pato Branco e ao professor Guilherme pelas análises realizadas

*“O insucesso é apenas uma oportunidade para
recomeçar com mais inteligência”
(Henry Ford)*

RESUMO

Ao longo da evolução da humanidade, os polímeros sempre estiveram presentes na composição dos mais variados tipos de materiais que são empregados diariamente em diversas atividades do cotidiano humano. Com isso, surgiu-se a necessidade de novos estudos envolvendo polímeros e, principalmente, os polímeros condutores que estão cada vez mais intensificados no mundo científico. A polianilina, que é um polímero condutor obtido por meio da polimerização da anilina, vem ganhando destaque, visto que sua síntese é de fácil realização e economicamente viável. Neste trabalho, o principal objetivo, foi sintetizar o monômero anilina com o método químico utilizando cloreto de ferro III e o pó de basalto como agentes oxidativos e dopantes na reação, respectivamente. Foram realizados quatorze experimentos, variando temperatura (0 e 25), tempo reacional (1h e 4h) e adição do pó de basalto. As amostras foram caracterizadas por meio da Análise gravimétrica, Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Análise Termogravimétrica (TGA) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). A partir da Análise Gravimétrica foi possível detectar quais amostras foram levadas para análise de acordo com o rendimento de cada uma, pelo FTIR foi possível determinar as características dos materiais presentes nas amostras com os estiramentos presentes nas análises. A partir das análises de TGA e DSC, foi observado o comportamento do material por meio da sua resistência térmica sendo possível constatar que as amostras que possuem o pó de basalto sofreram menor degradação do que as amostras que não continham o pó na sua estrutura. Portanto, Com as caracterizações realizadas, obteve-se a polianilina oxidada com cloreto de ferro III e codopada com o pó de basalto com potencial para um isolante térmico

Palavras – chaves: Polímero conjugado. DSC/TGA. FTIR. Isolamento térmico.

ABSTRACT

Throughout the evolution of humanity, polymers have always been present in the composition of the most varied types of materials that are used daily in various activities of human daily life. With that, there was a need for new studies involving polymers and, mainly, conductive polymers that are increasingly intensified in the scientific world. Polyaniline, which is a conductive polymer obtained through the polymerization of aniline, has gained prominence, since its synthesis is easy to carry out and economically viable. In this work, the main objective was to synthesize the aniline monomer through the chemical method using iron III chloride and basalt powder as oxidative agents and doping agents in the reaction, respectively. Fourteen experiments were carried out, varying temperature (0 and 25), reaction time (1h and 4h) and addition of basalt powder. The samples were characterized by Gravimetric Analysis, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Thermogravimetric Analysis (TGA) and Differential Scanning Calorimetry (DSC). From the Gravimetric Analysis it was possible to detect which samples were taken for analysis according to the yield of each one, by the FTIR it was possible to determine the characteristics of the materials present in the samples through the stretches present in the analysis. From the TGA and DSC analyses, the behavior of the material was observed through its thermal resistance, being possible to verify that the samples that have the basalt powder suffered less degradation than the samples that did not contain the powder in its structure. Therefore, with the characterizations carried out, polyaniline oxidized with iron III chloride and codoped with basalt powder was obtained with potential for a thermal insulator

Keywords: Conjugated polymer. DSC/TGA. FTIR. Thermal insulation

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1- Estrutura de alguns polímeros condutores	20
Figura 2 – Mecanismo proposto para a polimerização da polianilina.....	21
Figura 3 – Estrutura química da anilina.....	23
Figura 4 – Transferência de carga dentro da estrutura da polianilina	24
Fotografia 1 – Polimerização da anilina em 25°C	28
Fotografia 2 – Polimerização da anilina em 0°C	28
Fotografia 3 – Montagem dos equipamentos para filtragem à vácuo.....	29
Figura 5 – FTIR para as amostras B1 polimerizada em 0°C e B2 polimerizada em 25°C	34
Figura 6 – FTIR para as amostra B3 polimerizada em 0°C e B4 polimerizada em 25°C	35
Figura 7 – TG e DTG para a amostra B1	36
Figura 8 - TG e DTG para a amostra B2.....	37
Figura 9 – TG e DTG para a amostra B3	37
Figura 10 – TG e DTG para a amostra B4	38
Figura 11 – TG e DTG para todas as amostras	38
Figura 12 – DSC para a amostra B1	40
Figura 13 – DSC para a amostra B2.....	41
Figura 14 – DSC para a amostra B3.....	41
Figura 15 – DSC para a amostra B4	42
Figura 16 – DSC para todas as amostras	42

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Principais polímeros e suas respectivas aplicações	18
Tabela 2 – Aplicação dos Polímeros condutores.....	22
Tabela 3 – Composição do pó de basalto na Polônia	26
Tabela 4 – Experimentos com variação da concentração de pó de basalto	30
Tabela 5 – Comprimentos de onda e ligações químicas	35
Tabela 6 - Massa residual determinadas por TGA	40

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- DSC Calorimetria Diferencial Exploratória
- B1 Amostra sintetizada em 0°C / 0% pó de basalto / 4 horas
- B2 Amostra sintetizada em 25°C / 0% pó de basalto / 4 horas
- B3 Amostra sintetizada em 0°C / 100% pó de basalto / 4 horas
- B4 Amostra sintetizada em 25°C / 100% pó de basalto / 4 horas
- DTG Análise Termogravimétrica Diferencial
- FTIR Espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier
- TGA Análise Termogravimétrica
- UTFPR Universidade Tecnológica Federal do Paraná

LISTA DE SÍMBOLOS

C Carbono

FeCl₃ Cloreto de Ferro III

H Hidrogênio

O Oxigênio

N Nitrogênio

Si Silício

°C Graus Celsius

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
2. OBJETIVOS	17
2.1. OBJETIVO GERAL	17
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	18
3.1. POLÍMEROS	18
3.2. POLÍMEROS CONDUTORES	19
3.3. ANILINA / POLIANILINA	22
3.4. PÓ DE BASALTO	24
4. MATERIAIS E MÉTODOS	27
4.1. MATERIAIS	27
4.2. MÉTODOS	27
4.2.1. Preparação e polimerização da anilina e gravimetria	27
4.2.2. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)	31
4.2.3. Análise Termogravimétrica (TGA)	31
4.2.4. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	32
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	33
5.1. ANÁLISE GRAVIMÉTRICA	33
5.2. ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)	34
5.3. ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) E TERMOGRAVIMETRIA DERIVATIVA (DTG)	36
5.4. CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)	40
6. CONCLUSÕES	43
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	44
REFERÊNCIAS	45

1. INTRODUÇÃO

Polímeros são macromoléculas formadas a partir de monômeros. Um monômero é uma estrutura que repete várias vezes a mesma molécula, eles representam uma grande quantidade de substâncias presentes na natureza. Podem ser encontrados tanto como polímeros naturais tanto quanto em sintéticos. Especificamente, os polímeros condutores foram encontrados ao acaso, na década de 70, pelo pesquisador Shirakawa juntamente com os pesquisadores AJ Heeger e A. MacDiarmid, e em 2000 receberam o Prêmio Nobel de Química pela descoberta (FAEZ et al., 2000).

Em 1970 ao tentar realizar a reação de polimerização do acetileno com o auxílio do catalisador “Ziegler-Natta”, os pesquisadores pretendiam investigar o mecanismo da reação, entretanto sempre chegavam em um resultado, o qual não era satisfatório devido a erros de cálculos. Em todos os experimentos realizados, sempre era encontrado apenas um pó negro de poliacetileno, no qual não apresentava as propriedades desejadas. Ao realizar alguns estudos, constataram algumas propriedades físicas do produto e concluíram que o material apresentava condução eletrônica superior em relação aos materiais que já haviam sido descobertos até então (SHIRAKAWA; HIROKI, 2014) .

Na descoberta dos polímeros condutores, os pesquisadores notaram, durante o experimento, que foi produzido uma placa muito fina no catalisador. Ao ser analisado, o filme apresentava um brilho metálico, semelhante ao alumínio e a partir daí que os pesquisadores notaram que o material poderia conduzir eletricidade (DE SOUZA BASSO et al., 2014). Assim sendo, o poliacetileno foi o primeiro polímero condutor que gerou impacto no mundo científico e gerou grandes descobertas.

Na família dos polímeros condutores, a polianilina, é um dos mais estudados atualmente, visto que possui propriedades únicas, como alta estabilidade térmica, baixo custo, além disso, pode ser facilmente sintetizado quimicamente e eletricamente, fazendo assim com que sua dopagem seja realizada mais facilmente (MALMONGE et al., 2006; SHIRAKAWA; HIROKI, 2014).

O basalto, por sua vez, é principalmente utilizado atualmente em construções civis e como resinas poliméricas, visto que é um material que não entra em combustão e é resistente à altas temperaturas, além de ser um material inerte, biodegradável, não apresenta reação com água ou ar e é fisicamente e quimicamente estável

(KURAŃSKA et al.,2019; MATYKIEWICZ; BARCZEWSKI; KNAPSKI, 2017; TODIC et al., 2011).

Em busca na literatura, é destacado a aplicação do basalto como um material que possui um baixo custo e, ao ser combinado com outros materiais, ele possui características que podem ajudar a criar materiais a partir dessas combinações. Isso ocorre porque, por ser uma rocha basáltica, ele possui alta resistência mecânica, além da elevada dureza, entretanto, ele ainda é facilmente moldado, ou seja, ele se adequa a nova forma física desejada e mantém a sua dureza e resistência primitivas (TODIC et al., 2011).

Com isso, o principal objetivo deste trabalho foi sintetizar a anilina por meio do método químico e avaliar a influência do cloreto de ferro III ao agir como agente oxidante no processo de polimerização e o pó de basalto como codopante. Para a caracterização do material produzido, foram realizadas as análises de gravimetria, FTIR e DSC/TGA.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

O principal objetivo do presente trabalho, é sintetizar o monômero de anilina com o método químico utilizando cloreto de ferro III e o pó de basalto como agentes oxidativos e codopantes na reação, respectivamente. Além disso, analisar as características do material formado, apontando possíveis áreas de aplicação.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Desenvolver uma metodologia de síntese do material polimérico;
- Realizar análises de caracterização como Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC), Análise Termogravimétrica (TGA) e Análise termogravimétrica;
- Sugerir possíveis áreas de emprego deste material.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1. POLÍMEROS

Polímeros são substâncias formadas por moléculas muito grandes (macromoléculas), elas são a união de muitas subunidades que se repetem. Essas subunidades moleculares são utilizadas para sintetizar os polímeros, que inicialmente eram os monômeros, e a reação da junção desses monômeros que são os polímeros (MANO, 2013).

Os polímeros são obtidos e classificados de acordo com a reação química que o originou. Podem ser originados do petróleo e são chamados de polímeros sintéticos, ou podem ser encontrados normalmente na natureza e são denominados polímeros naturais ou biopolímeros (MANO et al., 2015).

Em suma, a aplicação dos polímeros é muito vasta, pois eles englobam a matéria-prima de grande parte dos objetos existentes, sejam eles simples ou sofisticados. Na Tabela 1 são mostrados tipos de polímeros e suas aplicações.

Tabela 1 – Principais polímeros e suas respectivas aplicações

POLÍMERO	APLICAÇÕES
Nylon	Fibras, roupas, carpetes
Poliéster	Embalagens e roupas
Polipropileno	Utensílios e tapetes
PVC	Tubos e conexões

Fonte: Adaptado de SINERGIA (2018).

3.2. POLÍMEROS CONDUTORES

No início da década de 70, descoberto por meio de erros de cálculos, surgiu o primeiro polímero condutor, no laboratório de Hideki Shirakawa no Instituto de Tecnologia de Tóquio. Desde a descoberta, várias aplicações foram propostas que podem ser desenvolvidas com o auxílio dos polímeros condutores. Uma das primeiras aplicações encontradas consistia em utilizar estes polímeros como eletrodos reversíveis para baterias recarregáveis, que possuem o objetivo de causar danos ambientais menores associados ao baixo custo (LIMA et al., 2018).

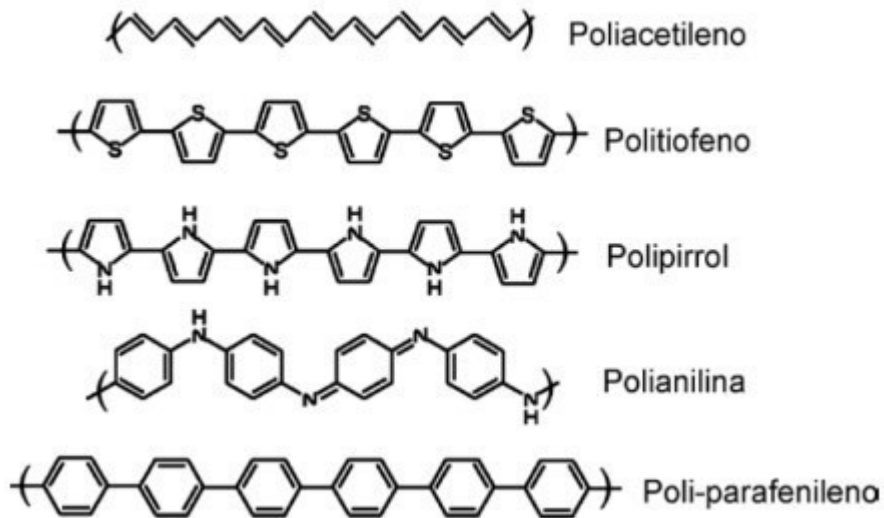
Alguns mitos acerca dos polímeros puderam ser desmistificados, pois até o momento havia conhecimento de que os polímeros eram substâncias apenas isolantes. A partir da descoberta do trans-poliacetileno, foram descobertas novas propriedades elétricas, fazendo com que o material passasse de isolante para condutor, após ser tratado com agentes dopantes, oxidantes ou até redutores. Assim, começava a surgir a ideia dos polímeros condutores, também conhecidos como “metais sintéticos”, em que podem combinar as propriedades mecânicas e a processabilidade dos polímeros convencionais com um comportamento elétrico e magnético, sendo semelhantes aos metais ou semicondutores inorgânicos (SHIRAKAWA; HIROKI, 2014).

Os polímeros condutores apresentam como característica ser um material eletrocromico, isto é, possuem a capacidade de mudar de cor da reação de acordo com estímulos eletroquímicos, a principal função dos materiais eletrocromicos é na formação de imagens e mostradores eletrônicos (LIMA et al., 2018).

Além disso, a condutividade presente nos polímeros condutores agregada à defeitos existentes na estrutura desses polímeros, são originados devido ao processo denominado dopagem. Nos materiais poliméricos, o processo de dopagem é caracterizado com uma reação de oxi-redução, em que o polímero neutro que é isolante é convertido em um complexo iônico em que é constituído por um cátion polimérico, ou até mesmo um ânion, e um contra-íon que é a forma reduzida do dopante ou até mesmo a forma oxidada (FAEZ et al., 2000).

Na Figura 1 estão mostradas as estruturas de alguns polímeros condutores.

Figura 1- Estrutura de alguns polímeros condutores

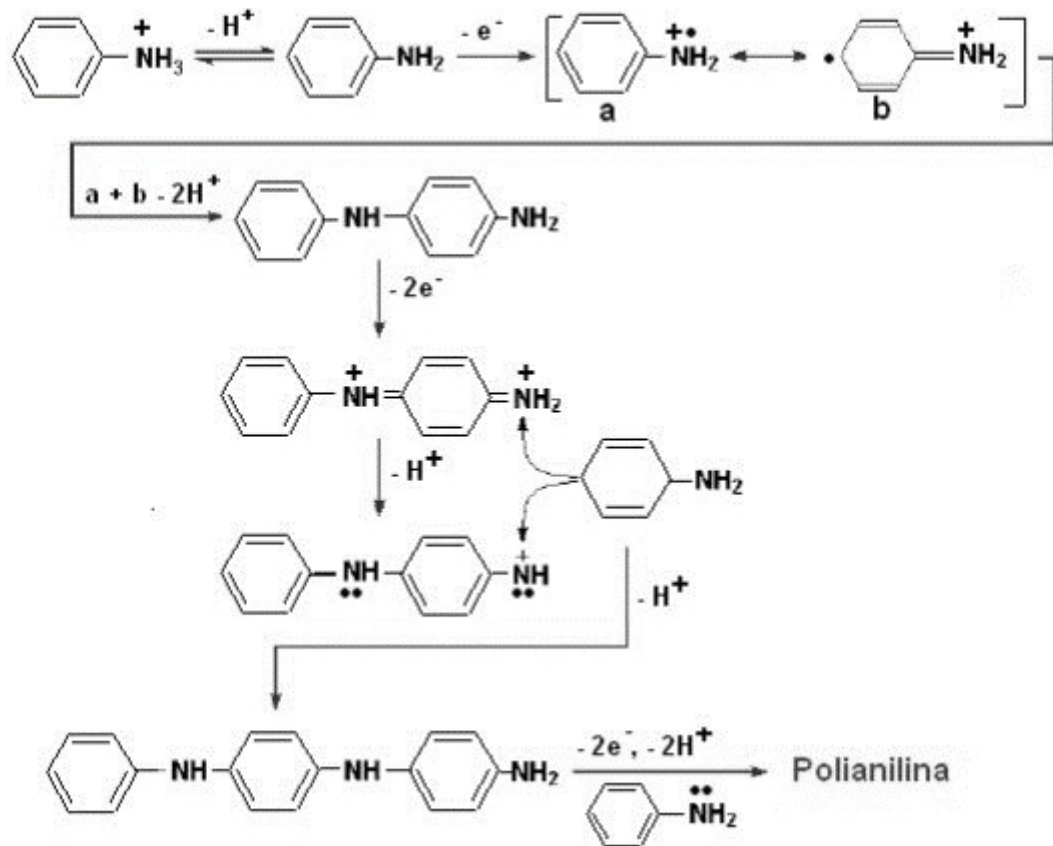


Fonte: Adaptado de Salvatierra (2014).

Os polímeros ilustrados na Figura 1, são alguns dos denominados materiais “sintéticos”, ou polímeros conjugados, isso porque nas suas estruturas apresentam vastas conjugações de duplas ligações (C=C). Por meio desta ligação, os elétrons π podem fluir de uma ligação para outra, fazendo assim com que ocorra a condução elétrica (FAEZ et al., 2000).

Com as estruturas da Figura 1, observa-se a facilidade com que os elétrons podem se movimentar dentro das ligações π da cadeia polimérica, e com isso, eles podem ser facilmente adicionados ou removidos da cadeia. Este fenômeno ocorre por meio de agentes aceptores ou doadores de elétrons, que tornará o polímero em isolante ou semi/condutor elétrico, como mostra a Figura 2. Tais agentes são os denominados “dopantes”, que possuem relação com o processo de dopagem que ocorre nos polímeros (LIMA et al., 2018).

Figura 2 – Mecanismo proposto para a polimerização da polianilina



Fonte: DE CASTRO (2004).

Os polímeros condutores apresentam diversas utilidades e aplicações, como mostra a Tabela 2.

Tabela 2 – Aplicação dos Polímeros condutores

APLICAÇÃO	USO	REFERÊNCIA
Dispositivos eletrocromáticos	Janelas inteligentes	(DE OLIVEIRA; SEMAAN; PONZIO; 2014)
LED's	Monitores	
Protetor antiestático	Microeletrônica	(ABE, 2014)
Anticorrosivos	Tintas	(MATOS, 2017)
Células solares	Fonte alternativa de energia	(JÚNIOR; DE SOUZA, 2018)
Blindagem eletromagnética	Marinha, aeronáutica e telecomunicações	(DOS SANTOS, 2019)
Medicina	Engenharia de tecido	(RODRIGUES, 2012)

Fonte: Autoria própria (2021).

3.3. ANILINA / POLIANILINA

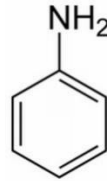
A polianilina foi descoberta em meados de 1834, pelo pesquisador Runge, que buscava novas maneiras de tingir algodão (SILVEIRA, 2011), mas apenas em 1862, por H. Letherby, foi realmente desenvolvido um produto de pigmentação azul-escuro.

Com propriedades únicas, a polianilina possui grande importância nas pesquisas do mundo científico. Ela possui baixo peso molecular, alta condutividade elétrica, alta estabilidade térmica, de fácil polimerização e baixo custo, além de apresentar diferentes colorações ao variar as condições operacionais da polimerização, com o pH (BASTOS, 2005).

A polimerização da anilina (Figura 3) é um processo exotérmico, libera calor durante a reação e não pode ser controlado cineticamente. Do ponto de vista eletroquímico, a polimerização é realizada em ambiente médio e fortemente acidificado. A polimerização oxidativa da anilina ocorre em condições moderadas,

possui alto rendimento do produto final e não gera formação de subprodutos tóxicos (RÓZ et al., 2015).

Figura 3 – Estrutura química da anilina



Fonte: Adaptado de Solomons (1996).

A anilina é um composto aromático, pertence à família das aminas e é a estrutura mais simples pertencente à família. Devido suas duplas ligações, uma nuvem de elétrons é formada, juntamente com os elétrons que cercam o nitrogênio, e geram um polímero condutor de alta qualidade (RESTREPO; CERVERA; HOYOS, 2005).

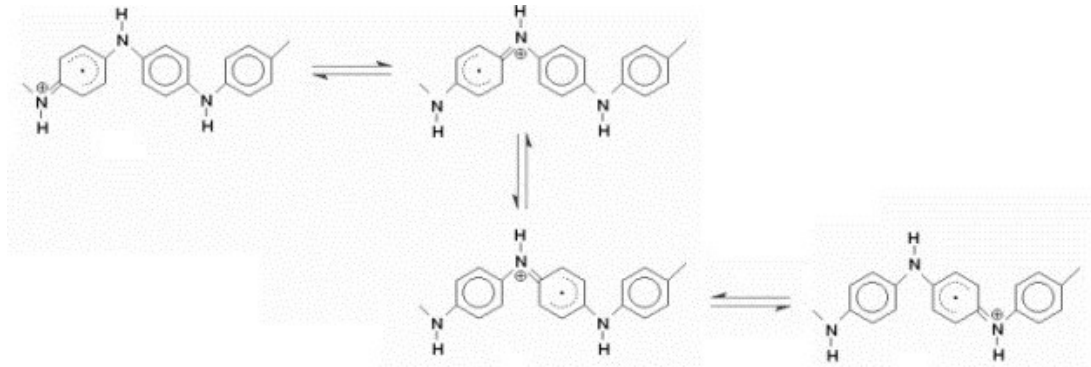
Na síntese da anilina, alguns parâmetros escolhidos podem interferir na qualidade do produto gerado, como pH do meio, concentração de agente oxidante, tempo de polimerização e a temperatura do meio. A síntese da polianilina ocorre, principalmente, por oxidação e eletroquímico, além disso, para garantir melhores produtos, a sintetização deve ocorrer em meio acidificado, visto que a anilina é uma base fraca e reage melhor com ácidos mais fortes, geralmente ácidos inorgânicos (FERREIRA; PEREIRA, 2019).

A polianilina é um composto orgânico, que quando apresentado em seu estado puro, é um elemento líquido oleoso incolor, e quando entra em contato com o ar apresenta um aspecto mais castanho. Além disso, é pouco solúvel em água e solúvel em álcool e éter (DHAND et al., 2015), é um elemento químico altamente tóxico e nocivo à saúde. Como todo composto aromático, a anilina é um material altamente inflamável, e gera uma chama com alta intensidade muito rapidamente. A oxidação pode ocorrer de forma espontânea, assim que ela entra em contato com o ar.

A dopagem deste polímero, ocorre por meio da protonação, ou seja, seu número de oxidação/redução não é alterado no processo. Durante a síntese, ao reagir com o ácido, é adicionado um próton e retirado um elétron do nitrogênio da estrutura da polianilina, deixando assim uma carga positiva e um nitrogênio, formando o quinoide (-N=). Por meio da ressonância, o anel benzênico retira o elétron presente

na dupla ligação presente no nitrogênio seguinte (LIMA et al., 2018). A Figura 4 mostra como ocorre a dinâmica de transferência de carga na estrutura da polianilina.

Figura 4 – Transferência de carga dentro da estrutura da polianilina



Fonte: Adaptado de ENGERT (1994).

No método químico, a polimerização apenas se inicia ao ser adicionado o agente oxidante na reação. A relação molar entre agente oxidante/monômero é um dos parâmetros mais importante que afetam a reação de polimerização. (DE CASTRO, 2004)

3.4. PÓ DE BASALTO

O basalto é uma rocha ígnea vulcânica que possui um material bastante requerido pelas indústrias atualmente, devido suas características físico-químicas, sua toxicidade e inflamabilidade. O basalto é composto, principalmente, por óxido de silício (SiO_2), com cerca de 51,13% da composição total e óxido de alumínio (Al_2O_3), com 13,9% da composição total (ESAIFAN et al., 2017).

O basalto pode ser encontrado em abundância no Brasil na região da bacia sedimentar, no Paraná, que possui uma extensão de 1,5 milhões de km^2 de extensão, abrangendo os estados de São Paulo, Rio Grande do Sul, Mato Grosso, Mato Grosso do Sul, Paraná, Santa Catarina, Goiás e Minas Gerais, além da região leste do Paraguai e norte do Uruguai (FRESCHI, 2012).

Grande aliado na construção civil, com o aumento na demanda das construções, houve significativo aumento na mineração de rochas com o objetivo de retirar basalto, visto que ele é muito utilizado na fabricação de pisos e revestimentos (DALMORA et al., 2016; MOTOKI et al., 2004). Após a mineração da rocha, oriundo

desta atividade é gerado uma grande quantidade de pó de basalto, que apesar de ser um grande aliado na construção civil, ele gera poluição ambiental e danos severos à saúde caso a pessoa seja exposta ao pó por um longo período (KURAŃSKA et al., 2019).

O pó de basalto possui uma estrutura de grão fino e fases como diopsídio e augita, que geram um resultado de materiais que apresentam pequenos abrasões, pouco desgaste e resistência química superior. Além disso, o pó de basalto pode ser aplicado como um enchimento para compostos epóxi de baixo custo quando comparado com materiais sintéticos, como é o caso da alumina, sílica e grafeno (MATYKIEWICZ et al., 2017).

Toscan et al. (2007) realizou um estudo na região da Nova Prata, Rio Grande do Sul, em que foi verificado a geração e produção de cerca de 17000 toneladas de resíduos por mês em 256 indústrias. Com isso, fez-se necessário encontrar uma solução para estes resíduos gerados, sendo o setor agrícola escolhido para solucionar esse impacto, visto que utilizam o pó na correção e estabilização do solo (DALMORA et al., 2016).

Em 2013, aproveitando o grande crescimento na área da engenharia civil, foi comprovado que o pó de basalto pode ser utilizado aplicado na melhoria da propriedades do concreto, ou seja, confere melhores propriedades físicas ao cimento, e reduz o impacto gerado ao meio ambiente (UNCIK; KMECOVA, 2013).

Em 2019, Barczewski utilizou o pó de basalto no preenchimento de compósitos de propileno. O trabalho teve por objetivo investigar a influência do pó de basalto na estabilidade termomecânica do compósito. Os resultados encontrados mostraram que a modificação do polímero termoplástico depende da concentração do pó utilizada, além disso, a rigidez e a dureza do material foram testadas após a aplicação do pó o que gerou um aumento nos fatores analisados. Seguindo isto, o material ao ser revestido com o pó de basalto diminuía a taxa de inflamabilidade do material e reduzia a liberação de calor dependendo da concentração do pó utilizado (BARCZEWSKI et al., 2019), diferentemente da anilina que possui alta inflamabilidade.

Apesar de apresentar mesma origem, a composição do pó de basalto pode variar de acordo com a região em que foi encontrado. Na Tabela 3, conforme o trabalho de KURAŃSKA et al., 2019, encontra-se a composição do pó de basalto disponível em uma região da Polônia.

Tabela 3 – Composição do pó de basalto na Polônia

COMPOSTOS	COMPOSIÇÃO (%)
SiO ₂	49,5
Al ₂ O ₃	15
Fe ₂ O	3,7
3	
CaO	9,6
K ₂ O	1,2
MgO	6,8
Na ₂ O	2,9
TiO ₂	-
MnO	0,2
P ₂ O ₅	0,4
P.F	-
FeO	8,7
Mn	0,15
Zn	0,0105
Cu	0,0087
Co	0,0048
Mo	0,00015
B	0,005

Fonte: Adaptado de (KURAŃSKA et al., 2019)

4. MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia empregada no presente trabalho, consiste na polimerização oxidativa do monômero anilina utilizando pó de basalto e cloreto de ferro III para caracterização do material.

4.1. MATERIAIS

- Reator de vidro do tipo CSTR 500 mL;
- Agitador magnético;
- Anilina (99% de pureza, marca Sigma-Aldrich, Peso Molecular: 36,458 g mol⁻¹);
- Pó de basalto (Mineralite Agro®);
- Cloreto de ferro III (Sigma-Aldrich, Peso Molecular: 162,2 g mol⁻¹);
- Funil de Büchner;
- Kitassato;
- Trap lavador de gases;
- Bomba à vácuo;
- Papel filtro (QUANTY);
- Banho de gelo
- Estufa Acblabor®.

4.2. MÉTODOS

4.2.1. Preparação e polimerização da anilina e gravimetria

A polimerização ocorreu em batelada, em que não havia nem entradas e nem saídas dos reagentes durante a realização do experimento. A polimerização da anilina ocorreu em meio acidificado com HCl, em que foram realizados ensaios em 200 mL e posteriormente em 500 mL, visto que o rendimento no volume menor foi muito baixo.

Para a síntese da polianilina, foi utilizada a razão molar de agente oxidante/monômero de 2:1, em que o agente oxidante foi adicionado ao meio reacional e formou radicais de cátions. Para ocorrer a polimerização, em 200 mL, eram

adicionados cerca de 16,22 g de FeCl_3 e em 500 mL eram adicionados 40,55 g do cloreto de ferro III. O FeCl_3 agiu como agente oxidante na reação, ou seja, ele fez com que a polimerização se iniciasse ao ser adicionado o monômero de anilina. Para o processo da polimerização, o pó de basalto foi adicionado ao meio reacional ácido e no final foi adicionado a anilina, o tempo de polimerização foi contado a partir da adição da anilina.

A quantidade de pó de basalto utilizado foi medida em relação a quantidade de anilina, que no caso foi de 0% e de 100%, ou seja, para os experimentos que foram realizados com aproximadamente 9,3126 mL de anilina eram adicionados aproximadamente 9,3 g de pó de basalto. Nas Fotografias 1 e 2 são mostrados a forma com que foi realizado a polimerização nas temperaturas de 25°C e em aproximadamente 0°C.

Após decorrido o tempo de polimerização, as amostras passavam por filtragem à vácuo, como mostra a Fotografia 3, e então eram levadas para secagem em estufa por aproximadamente 24 horas e posteriormente pesadas.

Fotografia 1 – Polimerização da anilina em 25°C



Fonte: Autoria própria (2021).

Fotografia 2 – Polimerização da anilina em 0°C



Fonte: Autoria própria (2021).

Fotografia 3 – Montagem dos equipamentos para filtragem à vácuo



Fonte: Autoria própria (2021).

Na Tabela 4 está demonstrado o procedimento experimental desenvolvido no presente trabalho.

Tabela 4 – Planejamento experimental utilizado no presente trabalho.

Amostra	Tempo (horas)	Temperatura (°C)	Massa FeCl₃ (g)	Concentração de PÓ (%)	Volume reacional (mL)
A0	1	25	16,2224	0	200
A1	1	0	16,2210	0	200
A2	1	25	16,2242	100	200
A3	4	0	16,2225	100	200
A4	4	0	16,2223	0	200
A5	4	25	16,2210	100	200
A6	4	25	16,2227	0	200
A7	1	0	16,2203	100	200
A8	4	25	40,5553	0	500
A9	4	25	40,5523	100	500
B1	4	0	40,5592	0	500
B2	4	25	40,5572	0	500
B3	4	0	40,5526	100	500
B4	4	25	40,5547	100	500

Fonte: Autoria própria (2021).

4.2.2. Análise Gravimétrica

A partir da análise gravimétrica, foi possível escolher quais amostras seriam analisadas a partir do rendimento que foi obtido em cada uma. Para as amostras que foram realizadas em 200 mL de ácido clorídrico (HCl) foi utilizado cerca de 4,0 g de pó e para as amostras que foram realizadas em 500 mL de ácido, foi utilizado cerca de 9,5 g de pó. Para o volume reacional foi utilizado o HCl 0,5 Molar, que é um ácido forte e o monômero de anilina, por ser uma base fraca se polimeriza melhor em meio acidificado, como mencionado anteriormente. O rendimento que foi encontrado por meio da análise gravimétrica foi encontrado com o pó que foi retirado do papel filtro e realizada a análise, por meio da equação (1).

Massa de polímero no papel filtro – Polímero retirado do papel filtro (1)

4.2.3. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

Na análise, a absorção da luz infravermelha é realizada por moléculas da amostra e ela é possível de ser quantificada por meio das transições vibracionais em que as moléculas passam de seu estado fundamental para o estado excitado, o que gera um momento de dipolo na molécula. Deste modo, cada tipo de ligação presente no material possui uma faixa de frequência de vibração determinada (PAVIA, 2010). O FTIR é uma técnica amplamente utilizada para identificação de materiais poliméricos (MAGNO, 2013), além de descobrir as interações entre o pó de basalto e a polianilina.

As análises foram realizadas pela Central de Análises, situado na UTFPR campus Pato Branco. Na metodologia das análises foi utilizado o método pellet KBr, com o equipamento Perkin Elmer Frontier, e as medições foram realizadas na faixa de 400-4000 cm^{-1} (ZHANG et al., 2018).

4.2.4. Análise Termogravimétrica (TGA)

Segundo Canevarolo Jr (2007), a análise termogravimétrica é uma técnica que consiste na perda ou no ganho de massa em função da temperatura. Em análises termogravimétricas é realizada a medição da variação da massa em função da temperatura (CANEVAROLO, 2007).

A análise termogravimétrica fornece informações a respeito da composição e estabilidade térmica. É uma técnica quantitativa utilizada para medir as variações na massa sofridas pela amostra depois de ser submetida a transformações físicas, como sublimação, evaporação ou condensação ou ainda, químicas como a degradação, decomposição ou oxidação, em função da temperatura e do tempo (MOTHÉ e AZEVEDO, 2006).

Na termogravimetria derivada (DTG), as análises são realizadas a partir das curvas de TG e correspondem à primeira derivada da massa em relação ao tempo, e são gerados picos que ilustram o processo de decomposição térmica em uma única fase (CANEVAROLO, 2007).

As amostras de polianilina foram analisadas em um analisador térmico SDT Q600 (TA Instruments, New Castle, DE, EUA), em um porta amostra (cadinho) de α -alumina, com atmosfera de ar sintético com fluxo de $50 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$. As amostras foram submetidas à intervalo de temperatura de $35 - 900 \text{ }^\circ\text{C}$ com taxa de aquecimento de $10 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ (RAMÔA et al., 2014).

4.2.5. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A Calorimetria exploratória diferencial (DSC), é uma técnica que visa medir a diferença de energia que é fornecida à substância e a um material inerte que é utilizado como referência, em função da temperatura, ambos os materiais são submetidos a temperaturas controladas, de maneira que a amostra e o material de referência sejam mantidos em condições isotérmicas (MOTHÉ e AZEVEDO, 2006).

A técnica de DSC gera informações qualitativas, em que relaciona a área dos picos com a energia envolvida no processo, e quantitativa, sobre a caracterização de polímeros e medidas específicas como temperatura de transição vítrea, temperatura de fusão, temperatura de tempo de cristalização, calor específico, pureza, oxidação, estabilidade térmica, velocidade de cura etc. (MOTHÉ e AZEVEDO, 2006).

A metodologia utilizada na análise de Calorimetria Exploratória Diferencial foi a mesma que a empregada na Análise Termogravimétrica, visto que o equipamento TA Instruments Q600 utilizado pelo laboratório realiza os teste simultaneamente.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados obtidos no presente trabalho foram divididos em quatro análises que estão mostrados a seguir.

5.1. ANÁLISE GRAVIMÉTRICA

Devido ao baixo rendimento em massa das amostras realizadas nas condições operacionais de 200 mL e 1 hora de reação, como demonstra a Tabela 5, foram realizadas as análises de caracterização de polímero apenas para as amostras que foram polimerizadas em 4 horas e em 500 mL, ou seja, amostras B1, B2, B3 e B4.

Tabela 5 – Rendimento de cada amostra de acordo com as condições reacionais específicas

Amostra	Tempo (horas)	Temperatura (°C)	Concentração		Rendimento (g)	Volume reacional (mL)
			MFeCl ₃ (g)	de PÓ (%)		
A0	1	25	16,2224	0	0,0588	200
A1	1	0	16,2210	0	-	200
A2	1	25	16,2242	100	3,3586	200
A3	4	0	16,2225	100	3,1677	200
A4	4	0	16,2223	0	0,3022	200
A5	4	25	16,2210	100	3,7261	200
A6	4	25	16,2227	0	0,6371	200
A7	1	0	16,2203	100	0,8521	200
A8	4	25	40,5553	0	1,8793	500
A9	4	25	40,5523	100	10,9432	500
B1	4	0	40,5592	0	0,5080	500
B2	4	25	40,5572	0	2,8015	500
B3	4	0	40,5526	100	8,3368	500
B4	4	25	40,5547	100	9,6527	500

Fonte: Autoria própria (2021).

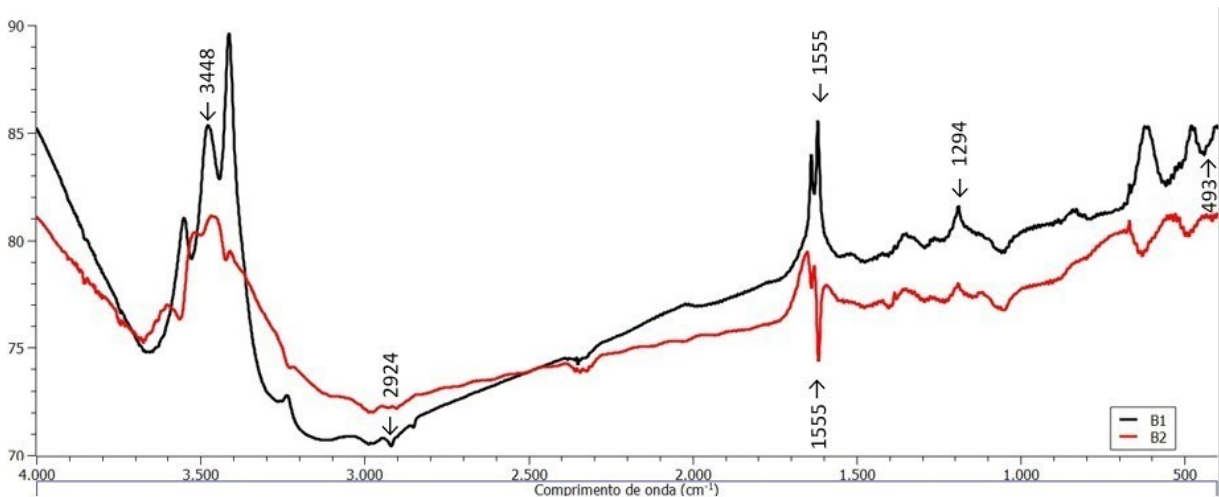
É possível constatar que com o aumento do volume reacional, aumento do tempo de reação e das quantidades de anilina, cloreto de ferro ||| e pó de basalto o

rendimento final é maior em relação as demais condições operacionais. Conforme busca na literatura, o rendimento realmente tende a aumentar conforme as condições descritas acima segundo FANG et al., 2021, pois o tempo com que a polimerização é sintetizada maior é o rendimento da amostra (FANG et al., 2021).

5.2. ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

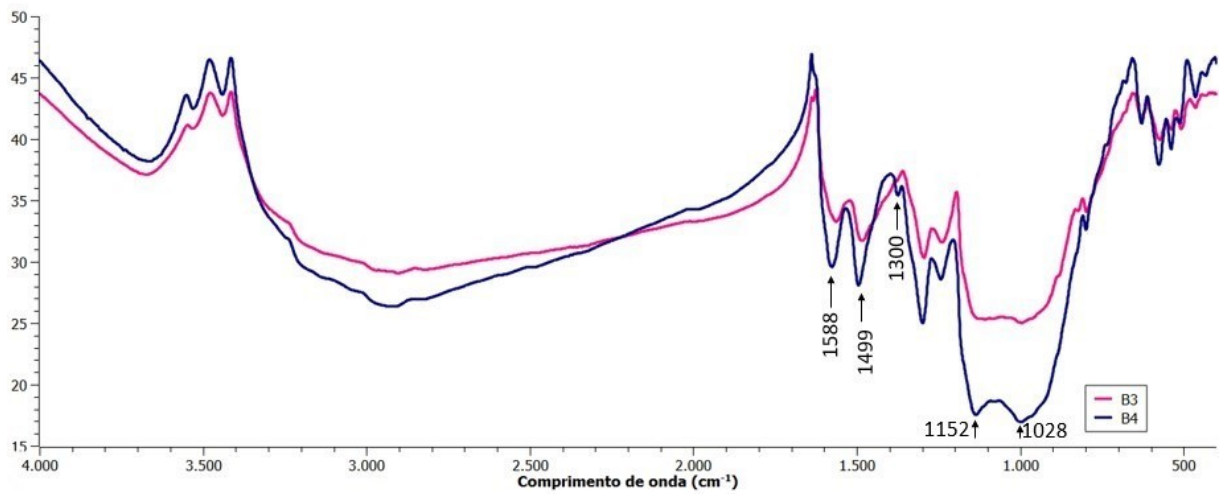
Para as discussões, as figuras foram divididas em 2 partes, sendo que primeiramente estão ilustradas na Figura 5 as amostras B1 e B2, que não possuem o pó de basalto e na Figura 6 as amostras B3 e B4, que possuem o pó agregado em suas estruturas. As amostras foram agrupadas nos gráficos de acordo com a sua composição, pois geraram resultados parecidos. As amostras diferenciam-se entre si na temperatura em que foram polimerizados, sendo os experimentos B1 e B3 realizados em torno de 0°C e as amostras B2 e B4 realizadas em 25°C.

Figura 5 – FTIR para as amostras B1 polimerizada em 0°C e B2 polimerizada em 25°C



Fonte: Autoria própria (2021).

Figura 6 – FTIR para as amostra B3 polimerizada em 0°C e B4 polimerizada em 25°C



Fonte: Autoria própria (2021).

Por meio das Figuras 5 e 6, o pico em 3448 cm^{-1} corresponde as ligações O-H, a banda de 2924 cm^{-1} representa o estiramento C-H do grupo alquila, o pico em torno de 2280 cm^{-1} corresponde a grupos de isocianato livre (-NCO), (TONETTO, 2019). No comprimento de 1555 cm^{-1} encontra-se o anel quinoide, ao comparar com os dados da literatura (DEVENDRAPPA, RAO e PRASAD, 2006) mostra boa concordância visto que eles encontraram o estiramento do anel em 1500 cm^{-1} . Em 1294 cm^{-1} é caracterizado pelas vibrações da amina aromática secundária (KAZIM et al., 2012).

A interação do pó de basalto com a polianilina é representada por meio das bandas de 1588 a 1499 cm^{-1} ficando muito parecido com o trabalho de FANG et al., 2021. As bandas em torno de 1300 cm^{-1} correspondem as vibrações de alongamento do anel de benzeno e em 1028 cm^{-1} há um pico largo correspondendo as ligações de Si-OH do pó de basalto (FANG et al., 2021).

Na Tabela 6 estão os grupos funcionais identificados nas amostras, o respectivo comprimento de onda e a referência em que foi possível identificar os picos das amostras.

Tabela 6 – Comprimentos de onda e ligações químicas

GRUPOS	COMPRIMENTO DE ONDA (cm^{-1})	REFERÊNCIA
O-H	3448	(KAZIM et al., 2012)
C-H do grupamento alquila	2924	(KAZIM et al., 2012)

-NCO	2280	(TONETTO, Joyce L. M., 2019)
Anel quinoide	1555	(KAZIM et al., 2012)
Anel benzênico	1300	(FANG et al., 2021)
Amina aromática secundária	1294	(KAZIM et al., 2012)
Si-O	1028	(FANG et al., 2021)

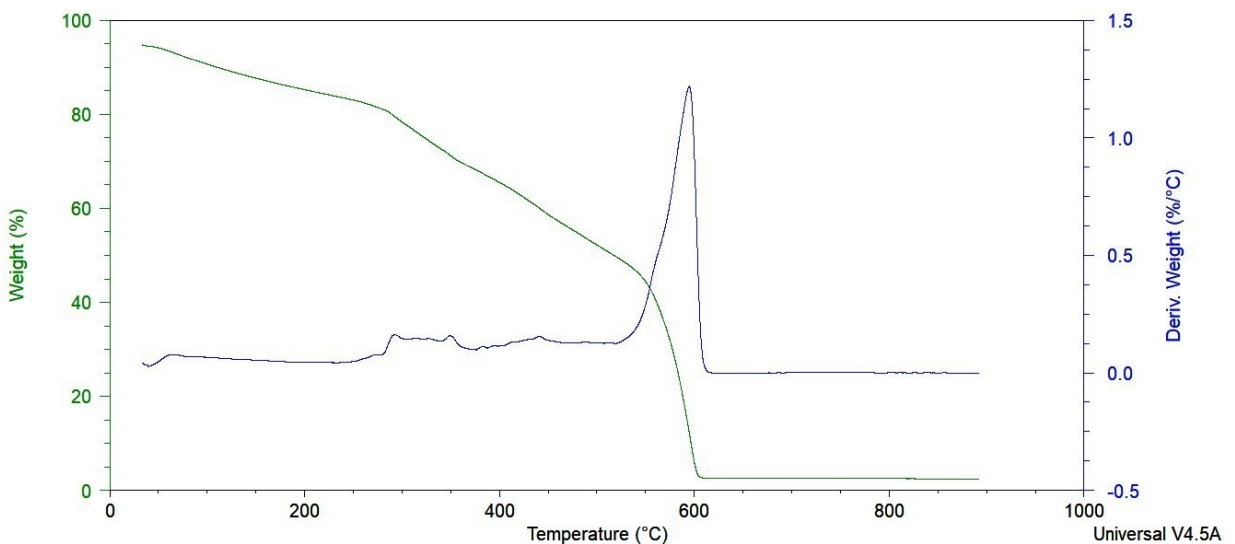
Fonte: Autoria própria (2021).

5.3. ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) E TERMOGRAVIMETRIA DERIVATIVA (DTG)

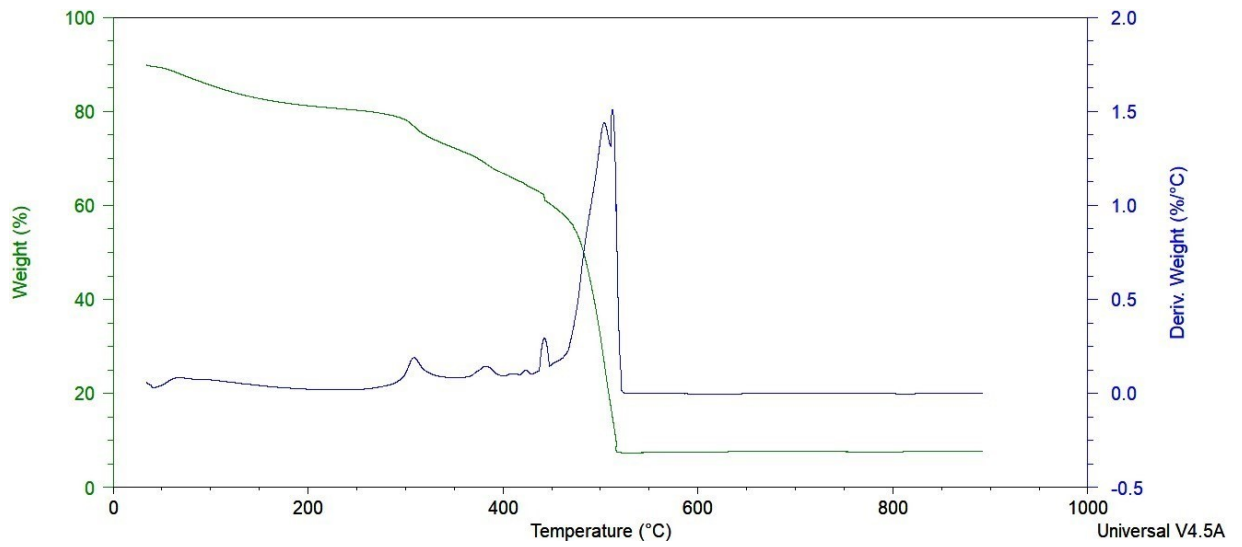
Nas figuras 7, 8, 9, 10 e 11 em que as análises são apresentadas, é possível observar que há um deslocamento gradual das curvas nas maiores temperaturas, visto que há uma maior taxa de aquecimento e conseqüentemente, há uma degradação na amostra.

Para melhor visualização dos resultados, foram realizados gráficos para cada amostra e depois, a fim de compará-los, foi feito um gráfico com as quatro amostras.

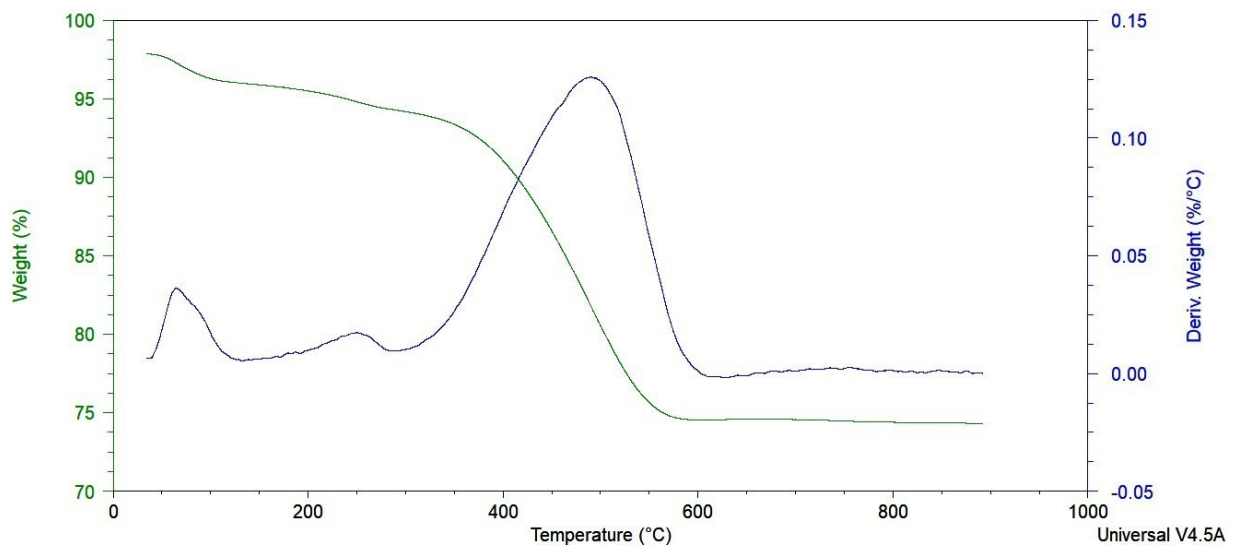
Figura 7 – TG e DTG para a amostra B1



Fonte: Autoria própria (2021).

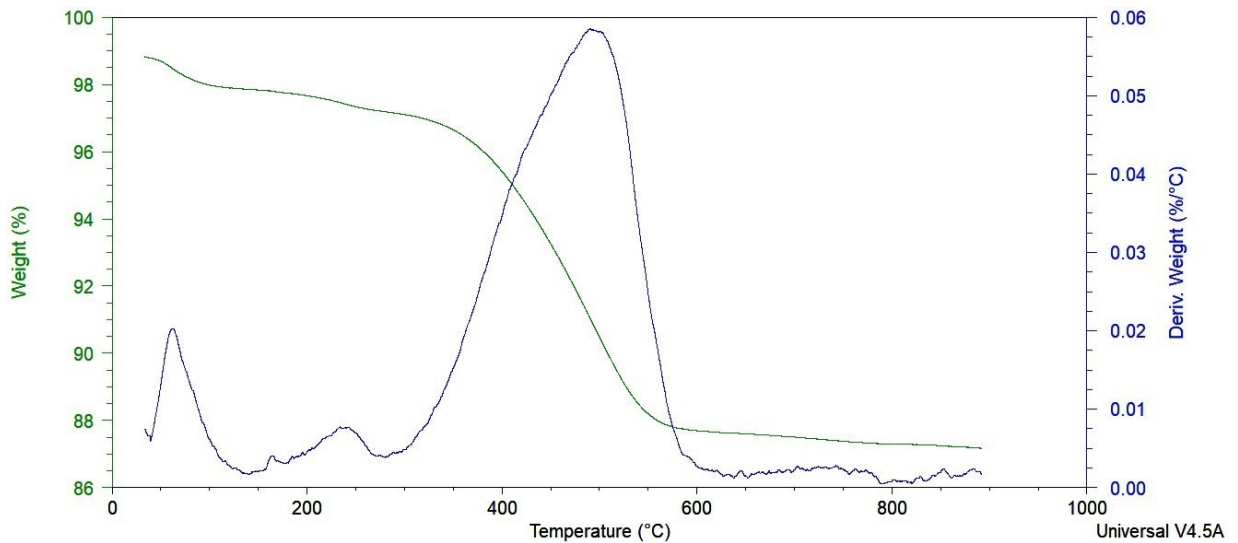
Figura 8 - TG e DTG para a amostra B2

Fonte: Autoria própria (2021).

Figura 9 – TG e DTG para a amostra B3

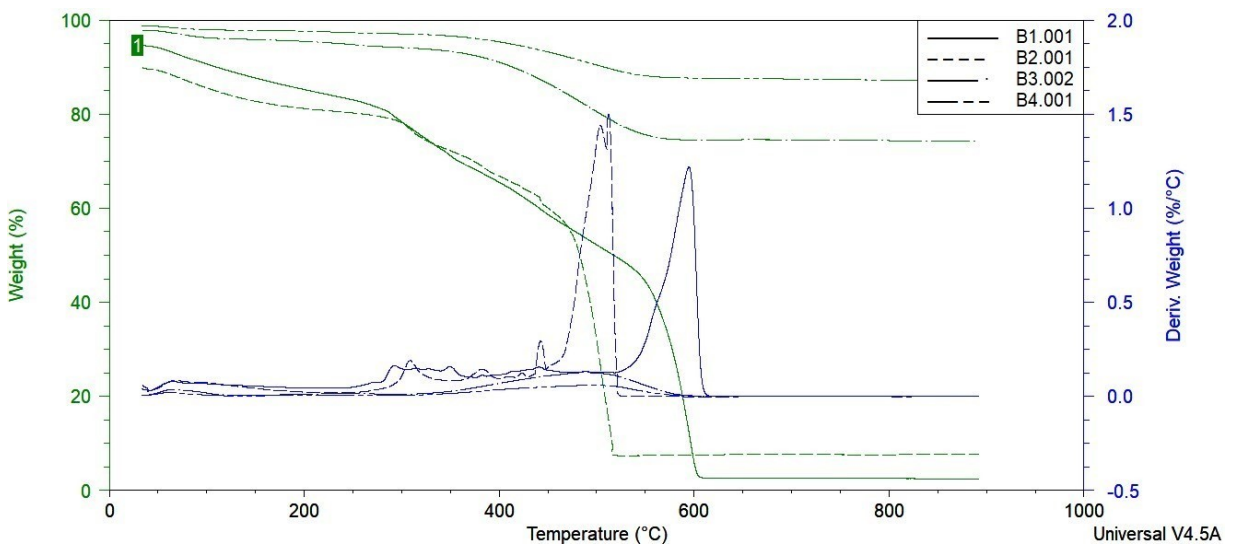
Fonte: Autoria própria (2021).

Figura 10 – TG e DTG para a amostra B4



Fonte: Autoria própria (2021).

Figura 11 – TG e DTG para todas as amostras



Fonte: Autoria própria (2021).

Na Figura 11, as curvas que estão em verde representam as amostras de TG enquanto as curvas ilustradas em azul indicam a DTG. A partir das figuras acima, nota-se que as quatro amostras são praticamente termicamente estáveis até 280°C, há apenas uma pequena perda na massa que representa a evaporação das substâncias mais voláteis na amostra em aproximadamente 230°C. Para a amostra B1, na temperatura de 283,06°C inicia-se o processo de decomposição da amostra, que é o processo de decomposição gradual do dopante (FeCl_3) e possui massa residual de 80,85% (MATHEW et al., 2001). Na temperatura de 606,35°C ocorre o término da decomposição térmica da amostra e as cadeias estão altamente

danificadas. A partir desse momento a amostra volta a ficar termicamente estável e possui massa residual final, ou seja, não se degradou apenas 2,933% da massa inicial. O pico da DTG inicia-se em 519,4°C e termina em 615,80°C, muito próximo do valor que a decomposição foi finalizada.

Para a amostra B2, o processo de decomposição se inicia na temperatura de 301,02°C e possui massa residual de 78,09%. O término da decomposição ocorre em 516,54°C e termina o processo com massa residual de 7,661%. O pico de DTG se inicia na temperatura de 301,02°C e finaliza-se em 523,2°C. Em comparação com a amostra B1, que também foi polimerizada sem o pó de basalto, a amostra B2 inicia seu processo de decomposição em temperatura superior do que a amostra B1, indicando que a temperatura em que é realizada a polimerização também influencia nas propriedades do material final. Em suma, o polímero que foi sintetizado em temperatura de 25°C tem sua degradação retardada para uma temperatura superior.

A amostra B3, que é revestida com o pó de basalto, se inicia a decomposição com 334,10°C, que indica a perda dos compostos mais voláteis da amostra e massa residual de 93,73%. Além disso, o término da decomposição ocorre em 573,3°C e termina o processo com massa residual de 74,75%. O pico da DTG inicia-se em 334,10°C e termina em 624,3°C. Para a amostra B4, também revestida com o pó de basalto, teve início da sua decomposição em 338,8°C e massa residual de 96,80%. Terminou o processo em 567,6°C com massa residual de 87,87%. O pico da DTG se iniciou em 277,4°C e terminou em 636,6°C. Este comportamento térmico é explicado pela diferença de morfologia das amostras B1 e B2 em relação as amostras B3 e B4, uma vez que as amostras foram revestidas com o pó de basalto e ganharam estabilidade térmica maior em relação as duas primeiras amostras.

A partir das Figuras 10, 11, 12, 13 e 14 é possível constatar que há um aumento gradual na estabilidade térmica na polianilina, de acordo com temperatura que foi feita a polimerização e o revestimento com o pó de basalto. Além disso, com a DTG é possível constatar que os picos das amostras possuem área maior, ou seja, há aumento da estabilidade térmica da amostra conforme o material foi revestido com o pó de basalto, resultado que já é previsto pelo trabalho realizado por FANG et al., 2021 (BARCZEWSKI et al., 2019; KURAŃSKA et al., 2019, FANG et al., 2021).

Com os picos presentes nas Figuras, observa-se que nas amostras B1 e B2, que não foram revestidas com pó de basalto, apresentam uma massa residual menor do que as amostras B3 e B4, que foram revestidas com o pó de basalto, como mostra

a tabela 5. As massas residuais para todas as amostras sintetizadas são apresentadas na Tabela 7.

Tabela 7 - Massa residual determinadas por TGA

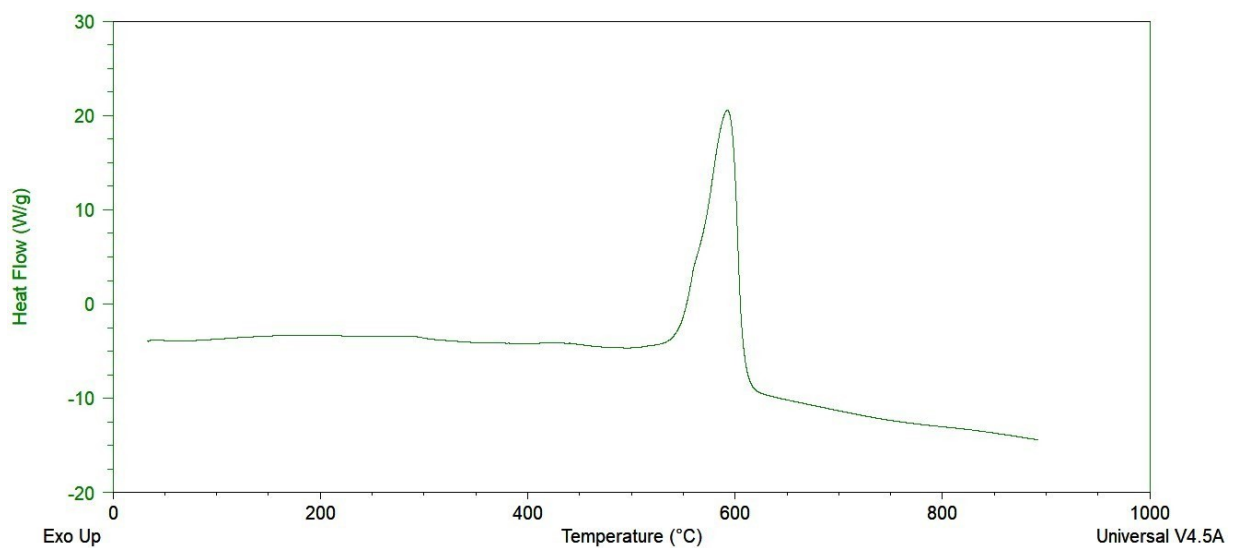
Amostras	Massa residual (%)
B1	2,933
B2	7,661
B3	74,75
B4	87,87

Fonte: Autoria própria (2021).

5.4. CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

As Figuras 12, 13, 14, 15 e 16 apresentam, respectivamente, a curva de DSC para os experimentos B1, B2, B3, B4 e a curva para as quatro amostras, sendo que as amostras variam em temperatura e porcentagem de pó de basalto na preparação.

Figura 12 – DSC para a amostra B1



Fonte: Autoria própria (2021).

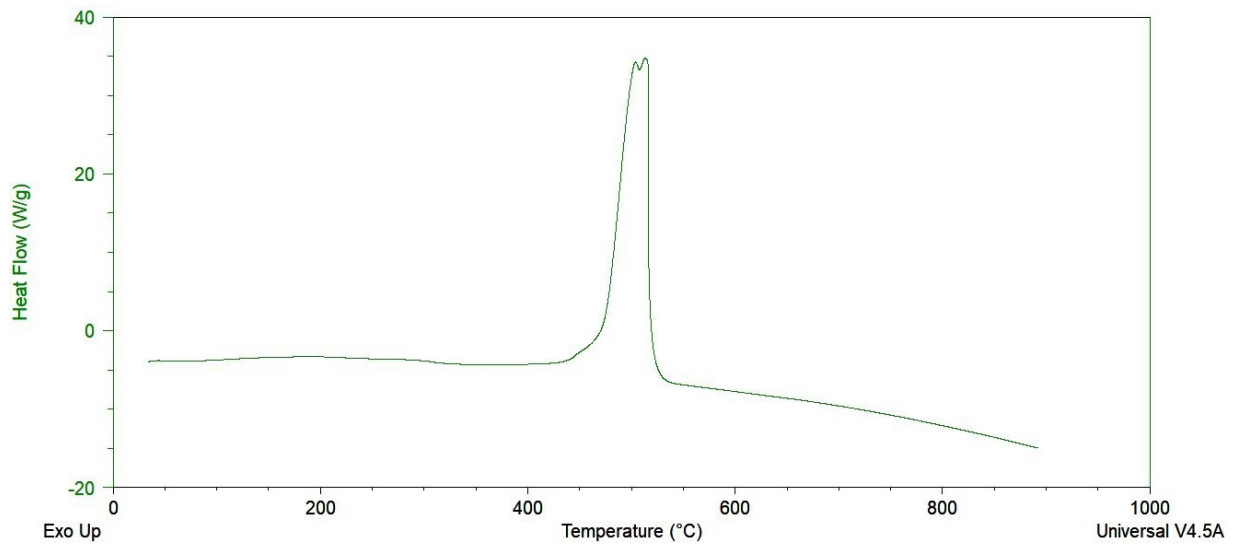
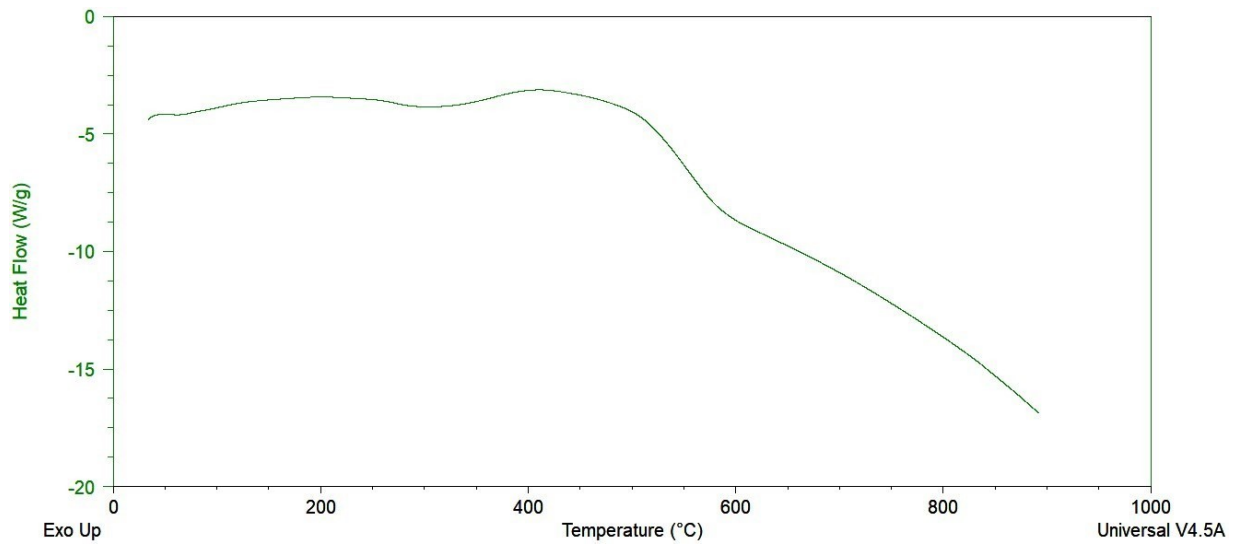
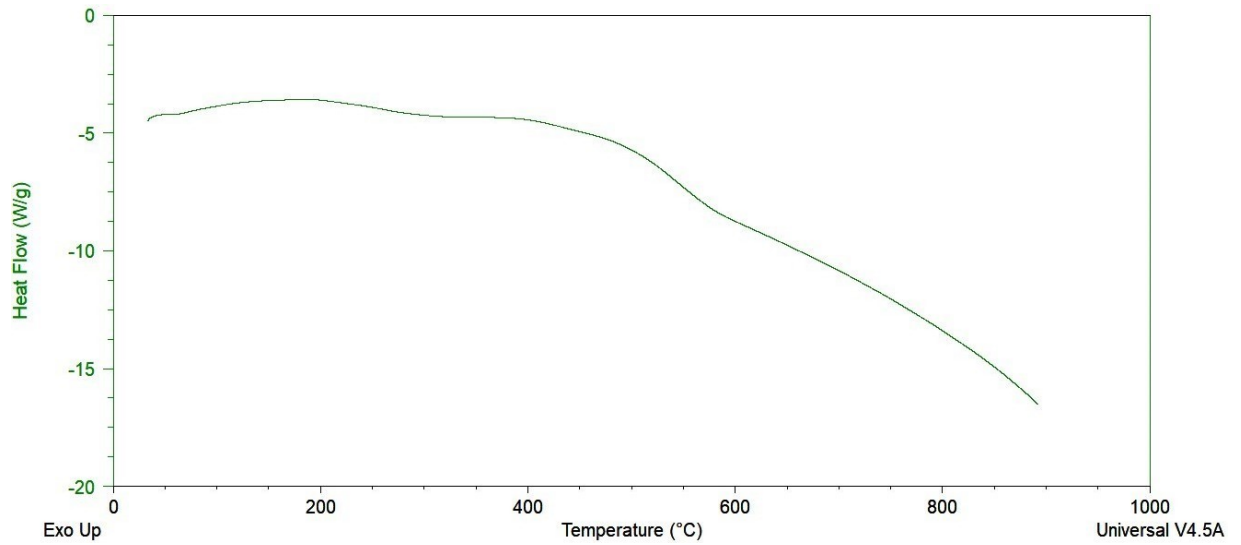
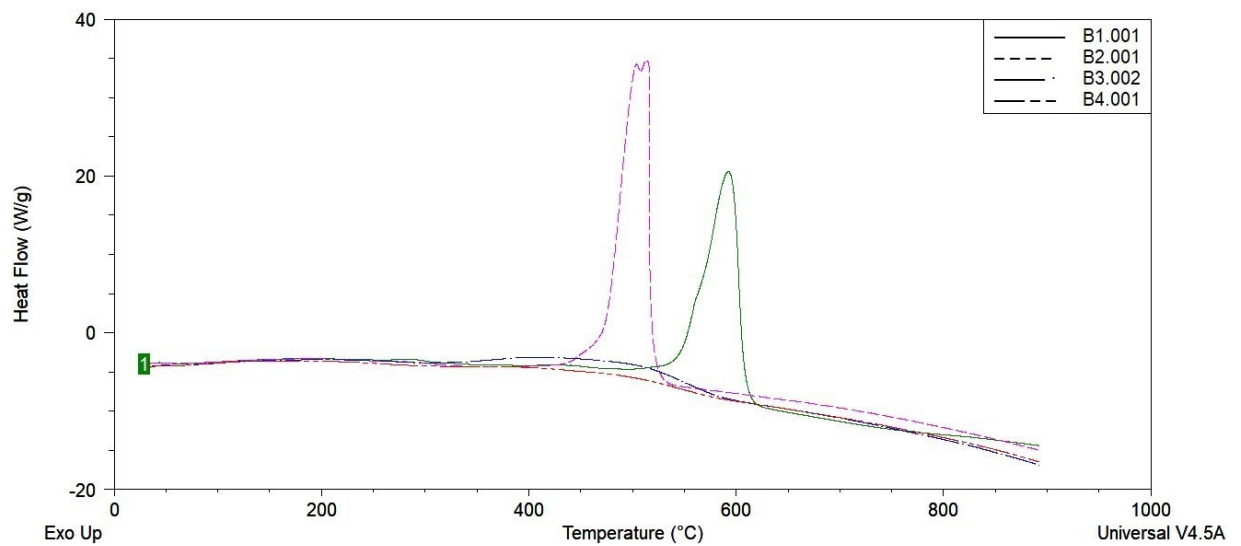
Figura 13 – DSC para a amostra B2**Fonte: Autoria própria (2021).****Figura 14 – DSC para a amostra B3****Fonte: Autoria própria (2021).**

Figura 15 – DSC para a amostra B4



Fonte: Autoria própria (2021).

Figura 16 – DSC para todas as amostras



Fonte: Autoria própria (2021).

Identificou-se um pico exotérmico, podendo ser referente às reações de polimerização e oxidação (CANEVAROLO, 2007) em aproximadamente 530°C.

A perda de massa pode ser explicada observando o pico exotérmico apresentado nas figuras 12, 13 e 16. Segundo Duxson, Lukey e Van Deventer (2016), o pico exotérmico que ocorre acima de 250°C no material B1 e B2, é formado devido o processo de desidroxilação do material. Já a curva B3 e B4 não ocorrem picos até os 900°C, ou seja, o pó de basalto transformou o material em um isolante térmico e não houve degradação do material a medida em que é aumentado a temperatura.

6. CONCLUSÕES

- 1) A reação ocorreu de maneira significativamente rápida, visto que as reações mais longas, e que foram levadas para análise, ocorreram em quatro horas. A dispersão do pó de basalto nas amostras ocorreu visivelmente devido a diferença de peso das amostras, além dos significantes resultados nas amostras com presença do pó de basalto em relação as amostras que não possuíam o pó na sua estrutura.
- 2) Por meio das análises de caracterização, verificou-se que com a adição do pó de basalto houve a melhoria nos aspectos que eram de interesse do presente estudo, o que se pode concluir que houve boa incorporação do pó de basalto à anilina.
- 3) Para a espectroscopia de infravermelho (FTIR), todos os experimentos apresentaram os estiramentos característicos esperados, ou seja, a síntese do material ocorreu, pois foi identificado as ligações de N-H que caracterizam a polianilina. A partir das análises de TG/DTG foi verificada qual a influência do pó de basalto na resistência térmica dos materiais. Houve diferença significativa na massa residual das amostras com e sem pó de basalto. Por meio das curvas de DSC verificou-se que com a presença do pó de basalto não ocorre picos de deformação do material, enquanto para as amostras que não possuíam o pó na sua estrutura formavam picos exotérmicos em aproximadamente 250°C, sugerindo que o pó ficou altamente incorporado a amostra.

Em suma, a partir das análises de caracterização realizadas, os experimentos realizados foram eficientes para polimerização da anilina utilizando o cloreto de ferro III como agente oxidante e o pó de basalto como codopante, pois o pó de basalto apresentou influência nos testes que foram realizados.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar a análise termogravimétrica com outras atmosferas no forno do equipamento, com o intuito de verificar se haverá interferência nos resultados obtidos e alguma divergência;
- Utilizar o método eletroquímico para realizar a dopagem da polianilina, com o objetivo de analisar se encontrará resultados melhores com outra técnica ou se permanecerá com os resultados atuais;
- Realizar a polimerização em tempos maiores, como de 24 horas, com o objetivo de aumentar o rendimento das amostras;
- Além disso, terminar a análise do método de quatro pontas para garantir a condutividade elétrica do polímero formado;
- Através do resultado, o material pode ser aplicado em plásticos de alta performance, pois o polímero é resistente a altas temperaturas e uma possível condutividade elétrica.

REFERÊNCIAS

ABE, I.Y., **Síntese de Nanotubos de Carbono Pela Técnica de Deposição Química a Vapor**. Trabalho de conclusão de curso. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. SP. 2014.

BARCZEWSKI, Mateusz et al. **Application of the Basalt Powder as a Filler for Polypropylene Composites With Improved Thermo-Mechanical Stability and Reduced Flammability**. Polymer Engineering and Science: v. 59, n. s2, p. E71–E79, 2019

BASTOS, N. M. S. **Síntese e caracterização de novos polímeros orgânicos condutores derivados da polianilina**. Trabalho de conclusão de curso. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campo dos Goytacazes. RJ. 73p. 2005.

CANEVAROLO JÚNIOR, Sebastião V. **Técnicas de Caracterização de Polímeros**. São Paulo: Artliber Editora LTDA, 2007.

DALMORA, Adilson C. et al. **Nanoparticulate mineral matter from basalt dust wastes**. Chemosphere: v. 144, n. 2016, p. 2013–2017, 2016.

DE CASTRO, E. G., **Híbridos Orgânicos/ Inorgânicos Formados Entre Polímeros Condutores e Géis de Polifosfato de Alumínio**, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Paraná, 2004

DE OLIVEIRA, R.S., SEMAAN, F.S., PONZIO, E.A., **Janelas Eletrocrômicas: Uma Nova Era em Eficiência Energética**, Revista Virtual de Química, v. 7, p. 336-356, 14 de novembro de 2014

DE SOUZA BASSO, Nara R. et al. **Nanofibras de polianilina para polimerização de etileno catalisada por MAO *in situ***. Journal of Applied Polymer Science, v. 131, 14 de julho de 2014.

DEVENDRAPPA, H.; RAO, U.V.S. e PRASAD, M.V.N.A., **Study of DC Conductivity and Battery Application of Polyethylene Oxide/Polyaniline and Its Composites**, Journal Power Sources, 2006 (155), 368-374

DHAND, V. et al. **A short review on basalt fiber reinforced polymer composites**. Composites Part B: Engineering, v. 73, p. 166–180, 1 maio 2015.

DOS SANTOS, R.D.F., **Análise de Compatibilidade Eletromagnética em um Conversor Estático**. Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia de Santa Catarina. Florianópolis, 2019.

DUXSON, Peter; LUKEY, Grant C.; VAN DEVENTER, JannieSj. **Thermal evolution of metakaolin geopolymers: Part 1 - Physical Evolution**. Non-crystalline Solids. Austrália, p. 5541-5555. 4 set 2016.

ESAIFAN, Muayad et al. **Synthesis of hydroxysodalite zeolite by alkali-activation of basalt powder rich in calc-plagioclase**. Advanced Powder Technology: v. 28, n. 2, p. 473–480, 2017.

FAEZ, R. et al. **Polímeros Condutores**. Química nova na escola, v. 11, p. 13–18, 2000.

FAEZ, R.; REIS, C.; FREITAS DE, P. S.; et al., **Atualidades em química: polímeros condutores**. Química Nova, v. 11, p. 13-15, 2000.

FANG, Z. et al., **Anti-Corrosion Performance of Polyaniline Coated Basalt Rockwood Wastes/Epoxy Resin Coatings**. Coatings 2021, v. 11, p. 463.

FERREIRA, P. A.; PEREIRA, A. S. **O ensino de polímeros por meio dos três momentos pedagógicos**. Educação Química em Punto de Vista, v. 2, n. 2, p. 87–97, 2019.

FERREIRA, R. **Contribuição ao estudo cinético e balanço energético da pirólise autotérmica da palha de cana-de-açúcar através de análises termogravimétricas e calorimetria**. p. 62, 2012.

FRESCHI, Conrado Rizzo. **CARACTERIZAÇÃO LITOGEOQUÍMICA DOS BASALTOS DO MUNICÍPIO DE MONÇÕES – SP**. 66f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Geologia) - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Rio Claro, 2012.

JUNIOR, A. C.; DE SOUZA, I. M., **Células Fotovoltaicas: O Futuro da Energia Alternativa**. Trabalho de conclusão de curso. Faculdade Evangélica de Goianésia. Goianésia, 2018

KAZIM, S. et al. Polyaniline-sodium montmorillonite clay nanocomposites: Effect of clay concentration on thermal, structural, and electrical properties. **Journal of Materials Science**, v. 47, n. 1, p. 420–428, 2012.

KURAŃSKA, Maria et al. Basalt waste management in the production of highly effective porous polyurethane composites for thermal insulating applications. **Polymer Testing**: v. 76, n. January, p. 90–100, 2019.

LIMA, P. H. C. et al. **Polímeros condutores com propriedades eletrocrômicas: uma revisão**. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v. 13, n. 1, p. 1– 17, 2018.

MAGNO, L. N. **Látex de mangabeira para aplicações biomédicas e tecnológicas**.

2013. 87 f. Dissertação (Mestrado em Física) - Programa de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2013.

MALMONGE, L. F. et al. **A new route to obtain PVDF/PANI conducting blends**. European Polymer Journal, v. 42, n. 11, p. 3108–3113, 1 nov. 2006.

MANO, ELOISA BISASOTTO; MENDES, LUIS CLAUDIO; **Introdução a Polímeros**.– 2. Ed. Ver. E ampl. - São Paulo: Edgard Blucher, 2015.

MANO, Eloisa Biasoto; MENDES, Luis Claudio. **A natureza e os polímeros**. Editora Blucher, 2013.

MATHEW, A. P.; PACKIRISAMY, B.; THOMAS, S., **Studies on the thermal stability of natural rubber/polystyrene interpenetrating polymer networks: thermogravimetric analysis**, Polymer Degradation and Stability, Oxford, England, v. 72, n.3, p.423-439, 2001.

MATOS, M. **Uma Visão Química das Tintas Imobiliárias e Sua Questão Ambiental**. Trabalho de conclusão de curso. Universidade Federal de São João del-Rei. São João del-Rei 2017.

MATYKIEWICZ, D.; BARCZEWSKI, M.; KNAPSKI, D. **Hybrid effects of basalt fibers and basalt powder on thermomechanical properties of epoxy composites**. Composites Part B: v. 125, p. 157–164, 2017.

Cheila G. Mothé e Aline D. de Azevedo, **Análise Térmica de Materiais**, 2ª Ed., Editoras Inteligentes, São Paulo, 302pp., 2006.

MOTOKI, Akihisa et al. Anais do 7o Encontro de Extensão da Universidade Federal de Minas Gerais Belo Horizonte – 12 a 15 de setembro de 2004. **2º Congresso Brasileiro de Extensão Universitária**. 2004. p. 1–9.

PAVIA, Donald L. et al. **Introdução à espectroscopia**. Cengage Learning, 2010.

RAMÔA, S.D.A.S. et al., **Production of montmorillonite/polypyrrole nanocomposites through in situ oxidative polymerization of pyrrole: Effect of anionic and cationic surfactants on structure and properties**. Clay Science, v. 104, p. 160-167, 2015

RESTREPO, H. F.; CERVERA, J. G.; HOYOS, B. A., **Síntesis de Poli-Anilina Por Oxidación Electroquímica**. Semantic Scholar, v.147, p. 57-63, 2005.

RODRIGUES, B. F. F.S., **Engenharia de Tecidos Para Regeneração da Pele: Restrospectiva e Perspectivas Futuras**. Universidade Fernando Pessoa. Porto, 2012

Róz, A., Leite, F., Ferreira, M., & Jr., O. **Grandes Áreas da Nanociência**. Elsevier Ltd, v.2, 2015

SHIRAKAWA, H.; HIROKI, K. **Fundamentals of Conductive Polymers**. Material Matters Basics, v. 8, p. 18, 2014.

SILVEIRA, F. Z. **Efeito de diferentes dopantes da polianilina nas características sensoras ao gás amônia**. Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis. SC. 99p. 2011

TODIC, Aleksandar et al. Particulate basalt – **polymer composites characteristics investigation**. Materials and Design: v. 32, n. 3, p. 1677–1683, 2011.

TONETTO, Joyce L. M., **UTILIZAÇÃO DE PÓ DE BASALTO COMO RETARDANTE DE CHAMAS EM ESPUMA DE POLIURETANO SINTETIZADA**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Francisco Beltrão, 2019.

UNCÍK, Stanislav; KMECOVÁ, Veronika. **The Effect of Basalt Powder on the Properties of Cement Composites**. Procedia Engineering, [s. l.], v. 65, p. 51–56, 2013.

ZHANG, Shuai et al. **Water-Blown Castor Oil-Based Polyurethane Foams with Soy Protein as a Reactive Reinforcing Filler**. Journal of Polymers and the Environment, v. 26, n. 1, p. 15–22, 2018.