

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS – UFAM
PRO REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
DEPARTAMENTO DE FÍSICA – DF/UFAM
PROGRAMA INSTITUCIONAL DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E MORFOLÓGICA DA POLI(O-METOXIANILINA) – BASE DE ESMERALDINA (POMA-EB) OBTIDA EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE NEUTRALIZAÇÃO

BOLSISTA: LUDSON COSTA AZUELO GOMES, FAPEAM

MANAUS

2014

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS – UFAM
PRO REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
DEPARTAMENTO DE FÍSICA – DF/UFAM
PROGRAMA INSTITUCIONAL DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

RELATÓRIO FINAL

PIB-E/0129/2013

CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E MORFOLÓGICA DA POLI(O-METOXIANILINA) – BASE DE ESMERALDINA (POMA-EB) OBTIDA EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE NEUTRALIZAÇÃO

BOLSISTA: LUDSON COSTA AZUELO GOMES, FAPEAM
ORIENTADOR: PROF. Dr. EDGAR APARECIDO SANCHES

MANAUS

2014

Sumário

INTRODUÇÃO	4
RESUMO	5
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	6
Polímeros Intrinsecamente Condutores	6
Polianilina e seus derivados	6
MÉTODOS UTILIZADOS	8
Obtenção da Poli(σ-metoxianilina) – Base de Esmeraldina (POMA-EB)	8
Difração de Raios X (DRX) e Determinação do Percentual de Cristalinidade	8
Ajuste LeBail	8
Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	8
Medidas de Condutividade Elétrica	8
RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	9
Difração de Raios X e Percentual de Cristalinidade	9
Ajuste Le Bail	9
Microscopia Eletrônica de Varredura e Medidas de Condutividade	12
CONCLUSÕES.....	14
FONTES E REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	4
CRONOGRAMA EXECUTADO	5

INTRODUÇÃO

Os polímeros intrinsecamente condutores tem sido objeto de estudo em várias áreas devido ao seu grande potencial em aplicações tecnológicas. Estes polímeros conduzem corrente elétrica sem a incorporação de cargas condutoras, representando uma nova classe de materiais com propriedades mecânicas, óptica e magnéticas semelhante aos dos metais e semicondutores inorgânicos.^[1,2,3]

A facilidade de síntese e dopagem, a estabilidade química, a ampla faixa de condutividade elétrica e o baixo custo do monômero fazem com que a polianilina PANI tenha um lugar de destaque na classe dos polímeros condutores. Porém, a baixa solubilidade em solventes orgânicos e baixa flexibilidade mecânica tornam sua aplicação limitada em alguns casos. Várias alternativas são propostas para contornar estas limitações, sendo que uma delas, relacionada à sua solubilidade, consiste em obter derivados da PANI através da introdução de grupos funcionais polares ou de grupos alcoxi ligados quimicamente à sua cadeia principal. Assim, a Poli(*o*-metoxianilina) (POMA) é um dos principais derivados da PANI e sua diferença estrutural está na presença do grupo ($-OCH_3$) na posição *ortodos* anéis de carbono.^[5] Porém, essa modificação estrutural produz um polímero com características físico-químicas diferentes, como solubilidade, condutividade elétrica, cristalinidade, morfologia, processabilidade etc. A POMA vem sendo bastante estudada na forma de pó obtido por síntese química ou na forma de filmes, obtidos por síntese eletroquímica, com a finalidade das mais diversas aplicações. Assim como a PANI, a POMA pode ser obtida em diferentes estados de oxidação, sendo que o estado de oxidação esmeraldina pode ser encontrado nas formas básica (não condutor elétrico) ou salina (condutor elétrico). A conversão de base para sal de esmeraldina pode ser obtida via protonação em meio ácido.^[6,7,8]

A Poli(*o*-metoxianilina) – Base de Esmeraldina (POMA-EB) é objeto de estudo desta pesquisa e foi obtida através da neutralização da Poli(*o*-metoxianilina) – Sal de Esmeraldina (POMA-ES) em solução básica de NaOH 1,0 mol/L, utilizando-se diferentes tempos de neutralização. Assim, foi realizada a caracterização estrutural, morfológica e elétrica da POMA-EB através das técnicas de Difração de Raios X (DRX), Refinamento Estrutural pelo Método LeBail, Cálculo do Percentual de Cristalinidade, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e medidas de Condutividade Elétrica.

RESUMO

A Polianilina (PANI) é o polímero mais estudado da classe dos Polímeros Intrinsecamente Condutores (ICPs), porém, apresenta limitações em sua solubilidade em solventes orgânicos, o que acaba restringindo seu uso em grande escala. Para contornar esta situação, são introduzidos grupos funcionais polares ou grupos alcóxilados à cadeia principal, o que causa mudanças estruturais, morfológicas e elétricas nestes materiais. Dessa forma, a Poli(*o*-metoxianilina) (POMA) é um dos principais derivados da PANI cuja diferença estrutural é a presença do grupo (-OCH₃) na posição *orto* dos anéis de carbono. APOMA-EB foi obtida através da neutralização da POMA-ES em solução básica de NaOH 0,1M em tempos de neutralização de 3, 24, e 48h. As técnicas de Difração de Raios X (DRX), Refinamento Estrutural pelo Ajuste LeBail e, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram utilizados para caracterizar os polímeros estudados. Através das medidas de DRX, foram encontrados na POMA-ES picos nas posições 7,9; 11,9; 18,1; 24,9 e 43,0° em 2 θ . Após o processo de neutralização foram observados picos na POMA-EB nas posições 12,0; 17,9; 23,5 e 43,0° em 2 θ . O percentual de cristalinidade foi obtido a partir dos padrões de DRX e permaneceu em torno de 38% até 24h de neutralização, diminuindo para 27% em 48h. Dados do cristal (para 3h de neutralização, $a = 6,793$, $b = 9,529$, $c = 19,640$, $\alpha = 83,043$, $\beta = 84,656$ e $\gamma = 88,586$) foram obtidos através do Ajuste LeBail e mostrou cristalitos com formato aproximadamente esférico com tamanho médio global de cerca de 20 Å. As imagens de MEV mostraram uma morfologia globular vesicular com tamanhos micrométricos variados. Os valores de condutividade elétrica mostraram uma diminuição em seus valores durante o processo de neutralização, diminuindo de $1,52 \times 10^{-10}$ em 3 h para $1,13 \times 10^{-10}$ S/cm em 48h.

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Polímeros Intrinsecamente Condutores

Durante muitos anos os materiais poliméricos foram classificados como dielétricos, uma vez que as ligações covalentes fortes e direcionais entre seus átomos não permitem a mobilidade necessária dos portadores de carga. A ideia de que um plástico pudesse ser um condutor elétrico parecia cientificamente impossível até a década de 70 do século passado, quando um novo marco nos materiais poliméricos foi alcançado através da descoberta dos chamados metais sintéticos ou polímeros conjugados.^[9] Esses materiais são polímeros intrinsecamente condutores (*ICP – Intrinsically Conducting Polymers*), assim chamados porque já se conheciam as propriedades condutoras de compósitos formados por polímero e metal, porém com a condutividade atribuída ao metal. Os ICPs são formados por cadeias contendo duplas ligações $C = C$ conjugadas, o que permite a criação de um fluxo de elétrons em condições específicas.^[10,11]

Entretanto, não basta que o polímero tenha ligações duplas conjugadas. Para que ele se torne um condutor elétrico, essa dupla ligação deve ser perturbada, tanto por meio da remoção de elétrons (oxidação) quanto por meio da inserção de elétrons (redução); ou seja, passam de isolantes a condutores através de um processo de redox, chamado de dopagem, em processo análogo como é feito na dopagem em materiais semicondutores inorgânicos.^[12]

Até certo tempo os ICPs foram considerados como sendo essencialmente insolúveis e improcessáveis devido à rigidez das cadeias poliméricas conjugadas, ainda que utilizados. Entretanto, estudos continuam sendo realizados em busca da melhoria de propriedades como processabilidade, solubilidade e condutividade, porém, sem comprometer totalmente outras propriedades do material.^[13] Por essa razão, a PANI e polímeros derivados da anilina como a POMA têm recebido grande atenção nos últimos anos.^[14]

Polianilina e seus derivados

A polianilina e os polímeros derivados da anilina são, sem dúvida, os polímeros condutores que têm recebido maior atenção nos últimos anos devido principalmente, à estabilidade química de sua forma condutora em condições ambientais, facilidade de polimerização, dopagem e baixo custo do monômero. A PANI pode ser sintetizada através de oxidação química ou eletroquímica da anilina em meio ácido. A PANI pode ser dopada

por protonação, isto é, sem que ocorra alteração no número de elétrons associados à cadeia polimérica.^[15]

A solubilidade da PANI pode ser melhorada de duas maneiras: primeiro, com a incorporação de ácidos protônicos funcionalizados como o ácido *p*-toluenossulfônico, ácido canforssulfônico (CSA), ácido sulfônico dodecil benzeno e ácido fosfórico. A segunda alternativa é introduzir grupos substituintes (alquila, alcoxila) na cadeia da PANI, produzindo derivados da PANI.

Dentre os derivados da PANI, a POMA tem sido bastante investigada, pois possui uma boa solubilidade em solventes orgânicos, o que aumenta a sua possibilidade de processamento. Similar à PANI, a POMA pode ser obtida em cinco estados de oxidação, sendo que os três estados mais citados são: pernigranilina, esmeraldinae leucoesmeraldina. O estado de oxidação esmeraldina, como já foi comentado para o caso da PANI, pode ser encontrado nas formas condutora (sal) e isolante (base).^[16,17]

A diferença estrutural da POMA está na presença de um grupo metoxi ($-OCH_3$) na posição *orto* dos anéis de carbono e vem sendo estudada na forma de pó (síntese química) ou de filme (síntese eletroquímica) com diversas aplicações como fabricação de filmes automontados, preparação de materiais para inibir a corrosão, dispositivos eletrocromáticos, transistores, e outros tipos de dispositivos eletrônicos.

A investigação estrutural e morfológica de polímeros semicristalinos, em especial os *Polímeros Intrinsecamente Condutores (ICPs)*, continua sendo um importante tópico de pesquisa em muitas áreas, representando uma importante ferramenta para o entendimento do arranjo regular desses materiais e, assim, ampliando seus campos de aplicações. É importante destacarmos que a caracterização estrutural de materiais através do uso de programas computacionais de refinamento estrutural é uma rotina comum em pesquisas, porém, são poucos os trabalhos que fazem uso dessa ferramenta no estudo de polímeros semicristalinos.^[15,18] De posse dessas informações, espera-se contribuir para um melhor entendimento das características estruturais desses materiais poliméricos derivados da polianilina, além de apresentar ao aluno esta tão rica área de caracterização estrutural e morfológica e familiarização com os equipamentos e as técnicas descritas.

MÉTODOS UTILIZADOS

Obtenção da Poli(o-metoxianilina) – Base de Esmeraldina (POMA-EB)

A amostra de partida foi a Poli(o-metoxianilina) – Sal de Esmeraldina (POMA-ES), previamente sintetizada no Instituto de Física de São Carlos – IFSC/USP. A POMA-ES foi submetida a um processo de neutralização em solução básica de NaOH (1,0 mol/L). O sistema foi mantido sob agitação constante em temperatura ambiente e foram coletadas alíquotas das soluções com tempos de neutralização de 10 min., 3, 24 e 48 h. As soluções foram filtradas e os polímeros obtidos sob a forma de pó foram lavados com acetona e mantidos em dessecador até apresentarem massa constante.

Difração de Raios X (DRX) e Determinação do Percentual de Cristalinidade

As medidas de DRX foram realizadas utilizando-se um difratômetro Bruker D2 Phaser, $K_{\alpha}Cu$, operando a 50kV, 100mA. As medidas foram realizadas no modo *stepscanning*, com incremento angular de 0.02° em 2θ e 5 segundos/passo. O percentual de cristalinidade das amostras em pó foi determinado utilizando-se o programa *PeakFitting Module (PMF)* através da decomposição das áreas dos picos presentes nos difratogramas. Este programa utiliza a função Gaussiana como função de ajuste para a determinação do percentual cristalino e amorfo das amostras, os quais foram obtidos pela razão entre as áreas dos picos e a área de contribuição da fase amorfa no difratograma.

Ajuste Le Bail

No Ajuste LeBail, foram utilizados os dados obtidos por Evainet *al* (2002) como dados iniciais. Todos os parâmetros foram refinados pelo método dos mínimos quadrados utilizando-se o programa Fullprof.. A análise anisotrópica do tamanho e da forma dos cristalitos foi realizada através de combinações lineares de esféricos harmônicos.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Medidas de Condutividade Elétrica

Foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura da marca Carl Zeiss, modelo Supra 35, existente no Laboratório Interdisciplinar de Eletroquímica e Cerâmica da Universidade Federal de São Carlos (LIEC/UFSCar). Os polímeros no estado sólido foram transformados em pastilhas com diâmetro de 1,27 cm e espessura de 1,5 mm, as quais foram revestidas com tinta de prata em ambos os lados sobre os quais foram feitas conexões elétricas com fios metálicos. As medidas de resistividade foram realizadas no Instituto de Física de São Carlos.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Difração de Raios X e Percentual de Cristalinidade

A técnica de DRX foi utilizada para determinar o perfil de difração das amostras e obter, portanto, sua impressão digital. Estes perfis também foram utilizados para o cálculo do percentual de cristalinidade e para o refinamento estrutural pelo Método Le Bail. A **Figura 1** mostra os difratogramas da POMA-EB obtida em 3, 24 e 48h de neutralização. Foram obtidos perfis semelhantes para os polímeros neutralizados, sendo observados três picos em $2\theta = 12^\circ$, $17,8^\circ$ e $23,5^\circ$, além de um pico largo localizado em $2\theta = 44^\circ$.

Através da análise dos perfis, foi possível observar que o tempo de neutralização não promoveu maior percentual de amorfização nos polímeros. O detalhe mais importante neste processo de neutralização é uma maior amorfização entre os tempos 24 e 48 h.

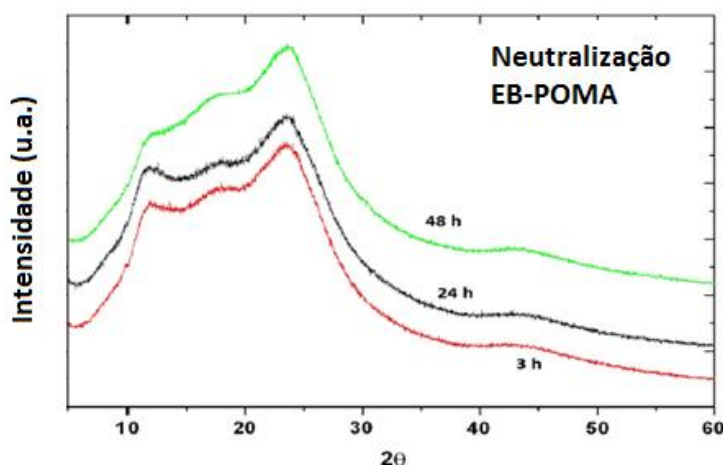


Figura 1 - Difratograma da POMA-EB obtida em diferentes tempos de neutralização.

Para a determinação do percentual de cristalinidade de polímeros semicristalinos, presume-se que estes são compostos por regiões amorfas e cristalinas interconetadas. No caso da POMA-EB, foi observado um percentual de cristalinidade de $38 (\pm 2)\%$ para os polímeros neutralizados até 24 h, e um percentual um pouco menor, em torno de $27 (\pm 2)\%$ para o polímero obtido após 48 h de neutralização.

Ajuste Le Bail

O refinamento estrutural pelo Método de Le Bail é uma técnica muito utilizada em amostras semicristalinas. Basicamente, ela é feita através do ajuste de um difratograma teórico sobre um difratograma experimental através de um programa computacional utilizando-se o método dos mínimos quadrados. Para o refinamento, é preciso apenas

parâmetros de cela razoáveis e grupo espacial adequado, para que se possa obter informação como parâmetros de cela e tamanho médio e anisotrópico de cristalitos.

A **Figura 2** mostra as intensidades calculadas (I_{calc}), as intensidades observadas (I_{obs}) e também a linha residual ($I_{obs} - I_{calc}$) dos difratogramas, bem como os índices para as principais reflexões para o Método Le Bail realizado para a amostra neutralizada por 3 h. As barras verticais são as reflexões de Bragg. A **Tabela 1** mostra os parâmetros refinados. Comparando com os parâmetros de entrada ^[19], observou-se uma diminuição no parâmetro “ c ” da cela unitária, reduzindo de aproximadamente $22 (\pm 1) \text{ \AA}$ para $19 (\pm 1) \text{ \AA}$, sugerindo que o processo de neutralização contribuiu para a formação de trímeros.

Com relação à análise microestrutural, o tamanho médio dos cristalitos ficaram em torno de $19 (\pm 1) \text{ \AA}$. A **Figura 3** mostra a visualização dos cristalitos da POMA-EB nas direções [100], [010], [001], obtida através do programa GFourier.^[20] Este programa é uma interface do programa Fullprof que permite as visualizações das formas dos cristalitos, previamente calculados durante o refinamento. O método de Le Bail calcula o tamanho e a forma do cristalito através de parâmetros microestruturais relacionados com a largura dos picos de difração (através de funções de perfil previamente selecionadas) e usa funções de esféricos harmônicos específicas para cada sistema cristalino, para propor a forma anisotrópica dos cristalitos, como mostrado na **Figura 3**. Para 48 h de neutralização, o cristalito apresentou um tamanho da ordem de $16 (\pm 1) \text{ \AA}$ na direção [001] e um outro quase equivalente ao longo de [010] e [100] de, respectivamente, cerca de $20 (\pm 1)$ e $21 (\pm 1) \text{ \AA}$. É válido ressaltar o valor apresentado entre parênteses na Tabela 1 para o tamanho médio dos cristalitos representa o grau de anisotropia. A **Figura 4** apresenta uma proposta especulativa de cela unitária da POMA-EB utilizando-se os parâmetros refinados e introduzindo o grupo *o*-metoxi nas cadeias poliméricas.

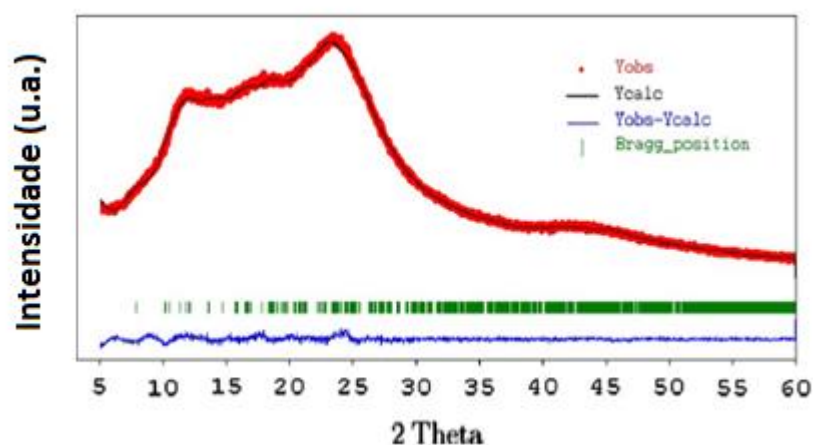


Figura 2 - Intensidade calculada (I_{calc}), intensidade observada (I_{obs}), linha residual ($I_{obs} - I_{calc}$) e reflexões de Bragg para a POMA-EB obtida em 3 h de neutralização.

Tabela 1 – Parâmetros refinados para POMA-EB obtida em 3 h de neutralização

Parâmetros Refinados	POMA-EB 3 h de Neutralização	POMA-EB 24 h de Neutralização	POMA-EB 48 h de Neutralização
a (Å)	6.793 (2)	6.995(2)	7.062 (2)
b (Å)	9.529 (2)	9.749 (2)	9.753 (2)
c (Å)	19.640 (2)	20.216 (2)	19.981 (2)
α (°)	83.043 (2)	81.704 (2)	82.822 (2)
β (°)	84.656 (2)	84.245 (2)	84.407 (2)
γ (°)	88.586 (2)	87.300 (2)	88.489 (2)
V (Å ³)	1256.4 (1.3)	1354.4 (1.1)	1358.8(1.0)
Tamanho Médio do Cristalito/ [Anisotropia] (Å)	20 (± 1) / [2]	19 (± 1) / [2]	18 (± 1) / [4]
Tamanho do Cristalito na direção [100] (Å)	23 (± 1)	23 (± 1)	21 (± 1)
Tamanho do Cristalito na direção [010] (Å)	21 (± 1)	20 (± 1)	20 (± 1)
Tamanho do Cristalito na direção [001] (Å)	15 (± 1)	15 (± 1)	16 (± 1)
R_{wp} (%)	2.41	3.00	2.18
R_p (%)	1.82	1.77	1.58
R_{EXP} (%)	1.17	1.26	1.08
χ^2	4.29	5.63	4.06

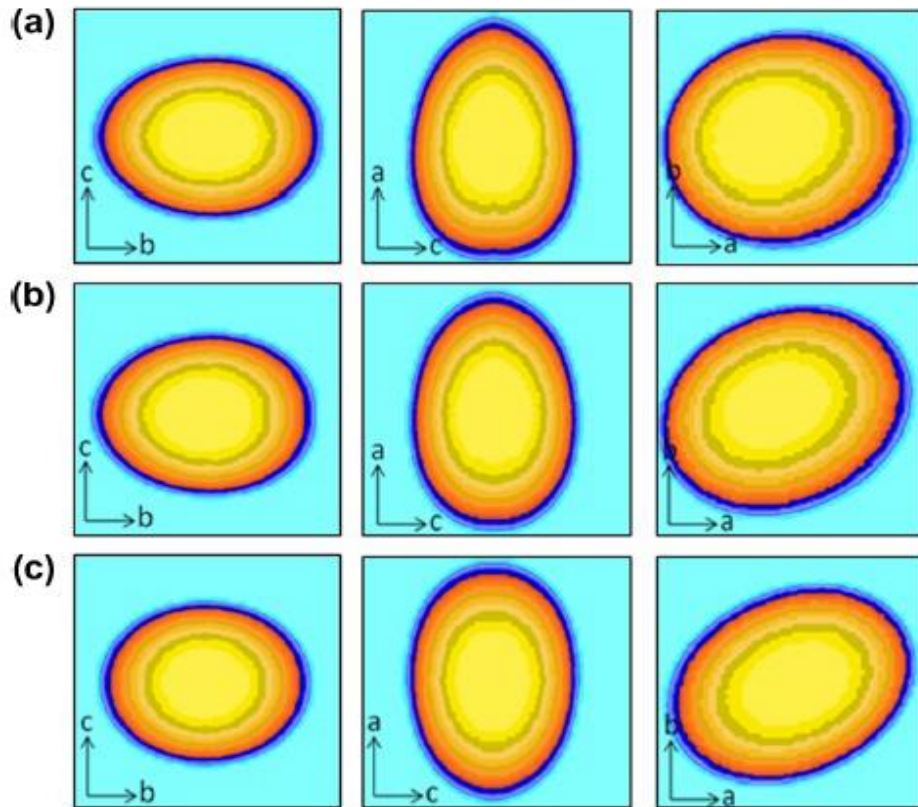


Figura 3 – Visualização dos cristaltosda POMa-EB nas direções [100], [010], [001].

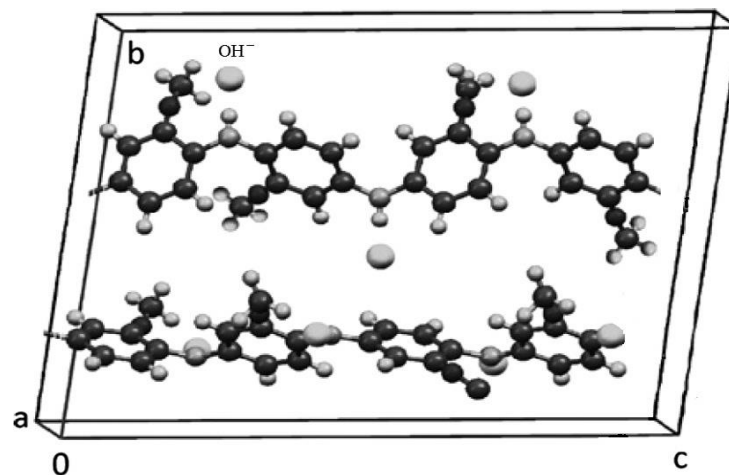


Figura 4 - Cella unitária proposta para a POMa-EB.

Microscopia Eletrônica de Varredura e Medidas de Condutividade

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da POMa-EB obtida em 3 e 48 h de neutralização estão representadas na **Figura 5**. Conforme a literatura^[15], a POMa-ES possui

uma microscopia composta por micropartículas vesiculares de tamanhos variados. Após o processo de neutralização, é possível observar nas imagens que morfologias poliméricas obtidas após 3 para 48h de neutralização perderam suas características iniciais, sendo mais evidente para o polímero obtido em 48h. Compatíveis com a perda de cristalinidade estão os resultados dos valores de condutividade, os quais mostraram uma diminuição de $1,52 \times 10^{-10}$ para $1,13 \times 10^{-10}$ S/cm durante o processo de neutralização.

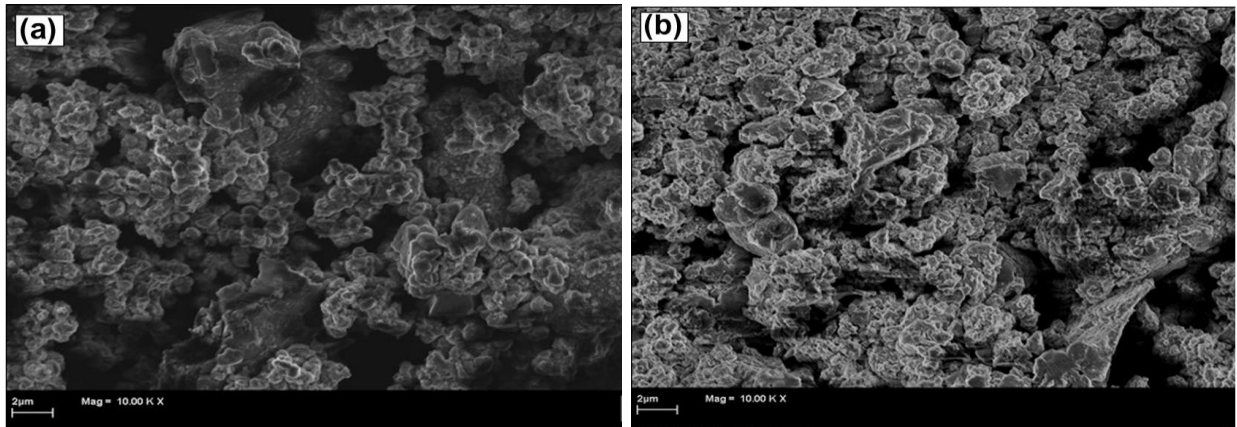


Figura 5 - Imagens MEV da POMA-EB em (a) 3 h e (b) 48h de neutralização.

CONCLUSÕES

A Poli(*o*-metoxianilina) na forma base de esmeraldina (POMA-EB) foi obtida através de um processo de neutralização da Poli(*o*-metoxianilina) na forma sal de esmeraldina (POMA-ES) na presença de hidróxido de sódio (NaOH). Esta pesquisa permitiu descrever uma avaliação detalhada acerca da fase cristalina presente na estrutura do polímero neutralizado, analisando suas estruturas semicristalinas e morfologia. Observou-se que a cristalinidade diminuiu lentamente durante o processo de neutralização, sendo mais efetiva após 48h. As análises de DRX mostraram perfis semelhantes com o aumento do tempo de neutralização. O refinamento estrutural pelo Método de Le Bail permitiu a determinação de informações estruturais importantes, como os parâmetros de cela unitária e tamanhos de cristalitos. Desse modo foi possível observar uma diminuição do parâmetro de cela "c", sugerindo a formação de cadeias poliméricas triméricas.

As imagens de MEV mostraram que o aumento do tempo de síntese promoveu a extinção da morfologia vesicular globular. A análise da condutividade elétrica das amostras neutralizadas mostrou uma pequena diminuição de seus valores ao longo do processo de neutralização. Assim, relatamos aqui uma observação sistemática do estudo estrutural e morfológico de fases cristalinas da POMA-EB obtida em diferentes tempos de neutralização. É importante ressaltarmos que os dados obtidos por essa pesquisa fazem parte de um projeto ainda maior, coordenado pelo Prof. Dr. Edgar A. Sanches, o qual foi publicado recentemente (SANCHES, E. A. *et al.* Characterization of Poly(*o*-methoxyaniline) Emeraldine-base form obtained at different time neutralization. *Journal of Molecular Structure*, n. 1063, p. 336 – 340, 2014).

FONTES E REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] KANER, R. B.; MACDIARMID, A. G. v. 258, n. 2, p. 106 – 111, 1988.
- [2] MATTOSO, L. H. v. 19, n. 4, p.388-398, 1996.
- [3] OKABAYASHI, K. *et al.* *SyntheticMetals*, v. 18, n. 1 – 3, p. 365 – 370, 1987.
- [5] GONÇALVES, D. *et al.* *SyntheticMetals*, v. 90, n. 1, p. 5–11, 1997.
- [6] DAO, L. H. *Synthetic Metals*, v. 29, n. 1, p. 377 – 382, 1989.
- [7] HSU, C. H. *et al.* *SyntheticMetals*, v. 60, n. 3, p. 223 – 225.
- [8] EIRAS, C. *et al.* *Química Nova*, v. 30, n. 5, p. 1158 – 1162, 2007.
- [9] HEEGER, A. J. (2002). *SyntheticMetals*, v. 125, n. 1, p. 23 – 44.
- [10] FAEZ, R *et al.* *Polímeros condutores. Química Nova na Escola*, v. 11, n. 1, p. 13 – 18, 2000.
- [11] MACDIARMID, A. G. *SyntheticMetals*, v. 125, n. 1, p. 11 – 22, 2002.
- [12] RINALDI, A. W. (2005). *Desenvolvimento de blendas e sensores utilizando polímeros condutores eletrônicos e iônicos. Tese, Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Estadual de Maringá.*
- [13] SANCHES, E. A. *et al.* *Journal ofMolecular Structure*, n. 1039, p. 167 – 173, 2013.
- [14] SANCHES, E. A. *et al.* (2014). *Journal of Molecular Structure*, n. 1063, p. 336 – 340.
- [15] FEAST, W. J.; TSIBOUKLIS, J.; POWWER, K. L.; GROENENDAAL, L.; WEIJER, W.; *Polym.* 1996, 37, 5017.
- [16] EIRA, C.; PASSOS, I. N. G.; BRITO, A. C. F.; SANTOS Jr., J. R.; ZUCULOTTO, V.; OLIVEIRA Jr., O. N.; KITAGAWA, I. L.; CONSTANTINO, C. J. L.; CUNHA, H. N. *Quim. Nova* 2007, 30, 1158.
- [17] MATTOSO, L. H. C.; MANOHAR, S. K.; MACDIARMID, A. G.; EPSTEIN, A. J.; *J. Polym, Sci. Part A: Polym. Chem.* 1995, 33, 1227.
- [18] SANCHES, E. A. *et al.* *Journalof Molecular Structure*, v. 1036, p. 121–126, 2013.
- [19] M. EVAIN, S. QUILLARD, B. CORRAZE, W. WANG, A.G. MACDIAMIRD, *ActaCrystallogr.Sect. E: Struct. Rep.* (2002) o343 (Online), 2002.
- [20] J. GONZÁLEZ-PLATAS, J. RODRÍGUEZ-CARVAJAL, *Graphic Fourier Program GFOURIER,Version 4.06, Universidad La Laguna, Tenerife, Spain, 2002.*

CRONOGRAMA EXECUTADO

Nº	Descrição	Ago 2012	Set	Out	Nov	Dez	Jan 2013	Fev	Mar	Abr	Mai	Jun	Jul
1	Revisão Bibliográfica	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X		
2	Preparação das Amostras		X										
3	Caracterização por DRX e Cálculo de Percentual de Cristalinidade			X	X								
4	Caracterização pelo Método Le Bail					X	X	X					
5	Caracterização por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)								X				
6	Medidas de Condutividade Elétrica									X			
7	Análise e Discussão dos Resultados			X	X	X	X	X	X	X			
8	Elaboração de Resumo e Relatório Final								X	X	X		
9	Preparação da Apresentação Final para Congresso											X	X
10	Elaboração de Artigo Científico									X			



Assinatura do Orientador