



Predmet: **Fizička hemija makromolekula**

## **Vežba br. 5. MERENJE ELEKTRIČNE PROVODLJIVOSTI POLIANILINA**

### **CILJ VEŽBE**

1. Izmeriti provodljivost polianilin sulfata/hidrogen sulfata ( $\text{PANI} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ) i polianilin hidrohlorid ( $\text{PANI} \cdot \text{HCl}$ ) sintetisanih hemijskom oksidativnom polimerizacijom monomera anilina u **vežbi 1**.
2. Zapaziti uticaj uslova polimerizacije (koncentracija reaktanata i početno pH) na provodljivost PANI uzorka.

### **HEMIKALIJE, POSUĐE I LABORATORIJSKI PRIBOR**

**Hemikalije:** apsolutni etanol

**Posude:** porculanski avan i tučak, špatula za mase manje od 1g, staklena bočica za uzorak.

**Pribor:** analitička vaga, paus papir, makaze, ubrus, flomaster, samolepljive etikete, nonijus, hidraulična presa (Beckman), Vistonov most naizmenične struje (Wayne Kerr B224), kalup od nerđajućeg čelika.



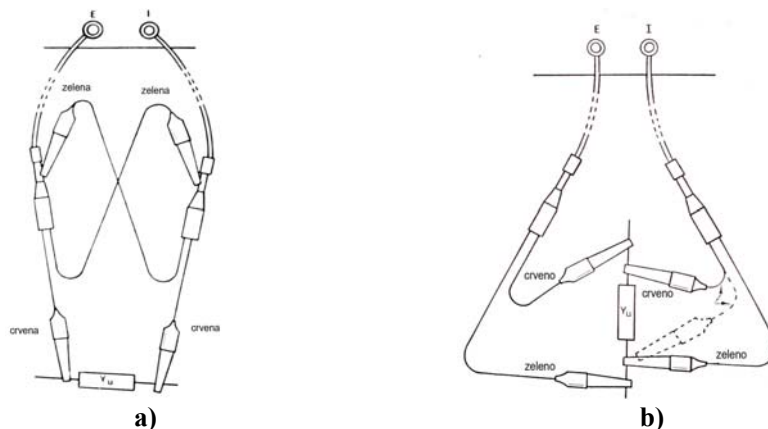
**NAPOMENA:** Za izvođenje ove vežbe neophodno je korišćenje mantila. Kalup za merenje provodljivosti se čisti isključivo apsolutnim etanolom. Ne smeju se unakrsno vezati kablovi, ako je postavljen RANG za niske provodljivosti, jer može doći do oštećenja instrumenta.

Elektroprovodljivost se meri mostom naizmenične struje (Wayne Kerr B224) pri konstantnoj frekvenciji struje 1 kHz na sobnoj temperaturi. Za merenje provodljivosti uzorak se priprema u vidu tablete, koja se koristi kao nepoznati otpornik u grani mosta. Za sve vreme merenja tableta uzorka je na konstantnom pritisku od približno 250 MPa (1 t) koji se održava korišćenjem hidraulične prese. Provodljivost se direktno meri dovodenjem mosta u ravnotežu, bezstrujni režim, pomoću spoljašnjih standardnih vrednosti dekadnih kapaciteta i provodljivosti. Tableta se dobija presovanjem uzorka u kalupu pod povišenim pritiskom od 250 MPa. Debljina tablete,  $L$ , se dobija iz razlike dužine kalupa pre i posle stavljanja uzorka u kalup, merenjem pomoću nonijusa. Znajući podatak za poprečni presek otvora kalupa ( $S = 0,785 \text{ cm}^2$ ), električnu provodljivost  $\sigma$  dobijamo na osnovu izraza:

$$\sigma = \frac{L}{RS} \left[ S \text{ cm}^{-1} \right]$$



U slučaju uzoraka nižih provodljivosti, tableta uzorka se u kolo mosta vezuje unakrsnom vezom, slika 1 a), i na aparatu se koristi rang za niske provodljivosti, pri čemu se očitavaju vrednosti  $G$  člana u simensima. U slučaju uzoraka visokih provodljivosti, koristi se rang visokih provodljivosti i tableta uzorka se u kolo mosta vezuje u nisko-impedansnom režimu, slika 1 b). Meri se otpornost koja je manja od  $10 \Omega$ .



**Slika 1.** a) Unakrsna veza (niska provodljivost uzorka), b) veza u nisko-impedansnom režimu (visoka provodljivost uzorka).

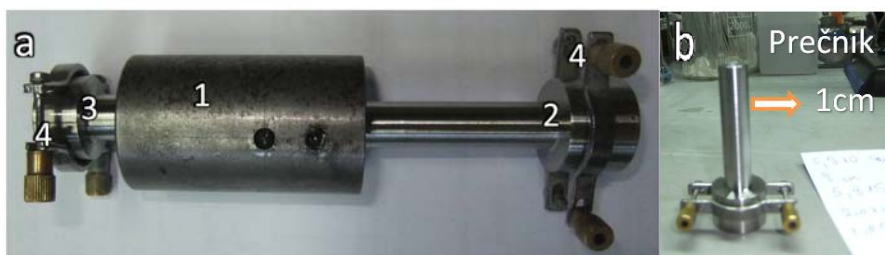
## POSTUPAK

### Priprema uzoraka za merenje provodljivosti

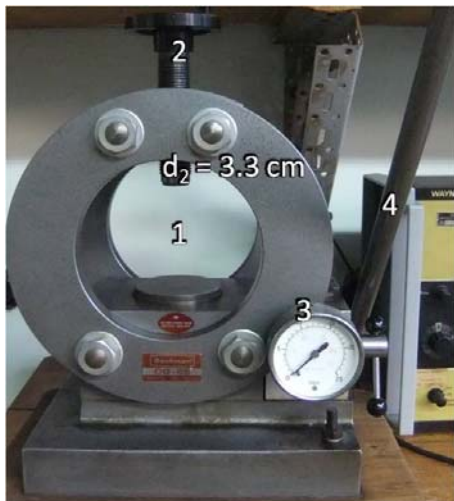
Po 160 mg od svakog osušenog uzorka dobro isitniti u avanu sa tučkom.

### Merenje provodljivosti uzoraka

Odmeriti 150 mg uzorka i pažljivo ga sipati (koristeći parče paus papira) u cilindričnu šupljinu kalupa sa slike 2, u koju je prethodno ubačen duži klip tako da je pri vrhu ostalo dovoljno prostora za uzorak. Uzorak se polako prenese paus papirom na gornji kraj većeg cilindra unutar šupljine pri vrhu. Preko uzorka se postavi manji cilindrični klip.



**Slika 2.** (a) Kalup za merenje električne provodljivosti 1-šuplji cilindar (izrađen od nerđajućeg čelika, a sa unutrašnje strane obložen izolatorskom tvrdom plastikom), 2-veći i 3-manji cilindrični klip od nerđajućeg čelika, 4 – položaji na klipovima gde se postavljaju štipaljke kablova od Vistonovog mosta; (b) veći klip prečnika,  $d_1 = 1 \text{ cm}$ .



Presu je potrebno otkočiti, a zatim napraviti dovoljno prostora za kalup sa uzorkom, okretanjem i podizanjem zavrtnja iznad uzorka (slika 3). Na okruglo postolje prese se stavlja parče hartije (izolator) i preko hartije kalup sa uzorkom pazeći da šuplji cilindar ne „spadne”. Na gornji manji cilindrični klip se postavlja parče papira (izolator). Presa se ponovo zakoči. Ručkom je potrabno pumpati dok se kalup ne zaglavi u presi. Treba nastaviti sa pumpanjem dok kazaljka manometra ne pokaže 2 t, odnosno kada je pritisak na uzorak  $P_1 = 250$  MPa.

Slika 3. Hidraulična presa Beckman  
1-prostor za uzorak, 2-zavrtanj, 3-manometar,  
 $d_2$ -prečnik zavrtnja, 4-ručka za podizanje pritiska,  
5-metalni umetak

Okretanjem prekidača u poziciju ON most je uključen (donji levi ugao Vistonovog mosta). Kablovi Vistonovog mosta se postave na odgovarajući način u zavisnosti od provodljivosti. Ako su više provodljivosti (**RANG** 1, 2 ili 3), kablovi se povežu paralelno (slika 1b) – crveni kabl se veže na crveni i crni kabl na crni, zatim se crveni kabl postavi na jedan kraj kalupa, a crni na drugi kraj kalupa. Niže provodljivosti (**RANG** od 4 do 10) zahtevaju da se kablovi unakrsno vežu kao na slici 1a– unakrsna veza, a onda se „štikaljke” kablova postave na suprotnim krajevima kalupa (vrh manjeg i većeg cilindričnog klipa na slici 2a). „Štikaljke” ne smeju dodirivati metalne delove kalupa i klipova. **RANG** se bira tako da kazaljka kojom se prati uravnotežavanje mosta bude u levoj polovini skale koja se nalazi odmah ispod klizača za rang (**RANGE**). Most je uravnotežen kada kazaljka napravi otklon do krajnje leve tačke skale (Slika 4).



Neuravnotežen most kada **RANG** odgovara datom uzorku



Uravnotežen most

Slika 4. Vistonov most (Wayne Kerr B224)

Prekidači ispod natpisa **G term (član)** i **C term (član)** služe za uravnotežavanje mosta. Svetleće lampice između prekidača pokazuju položaj decimalnog zareza očitane vrednosti. Sa leve strane dugme **RANGE**



pokazuje jedinice i dimenzije za **G član**, dok sa desne jedinice i dimenzije za **C član**. Za nas je bitno očitavanje **G člana**. Na primeru sa slike 4 se vidi da **G član** ima vrednost 0,5  $\mu\text{S}$ , a **C član** je 100 pF.

Na kraju se u tri različita položaja izmeri dužina kalupa sa uzorkom ( $L_1$ ,  $L_2$  i  $L_3$ ) i dužina praznog kalupa ( $L_{01}$ ,  $L_{02}$  i  $L_{03}$ ). Za računanje provodljivosti se uzima srednja vrednost tri merenja za kalup sa uzorkom ( $L_{sr}$ ) i za prazan kalup ( $L_{0sr}$ ). Debljina tablete ( $L$ ) se dobija iz razlike dužine kalupa pre i posle stavljanja uzorka u kalup.

### Proračun pritiska koji vrši presa na uzorak

$$P_1 \cdot S_1 = m \cdot g$$

$$P_1 \cdot \left(\frac{d_1}{2}\right)^2 \cdot \pi = m \cdot g$$

$$P_1 = \frac{4 \cdot m \cdot g}{(d_1)^2 \cdot \pi} = \frac{4 \cdot 2000 \text{ kg} \cdot 9,81 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}}{(1 \cdot 10^{-2} \text{ m})^2 \cdot 3,14} \approx 250 \text{ MPa}$$

$$S_1 = \left(\frac{d_1}{2}\right)^2 \cdot \pi = \frac{0,0001 \cdot 3,14}{4} \text{ m}^2 \approx 0,785 \text{ cm}^2$$

### Proračun za provodljivost uzorka

Kada su u pitanju niže provodljivosti (**RANG** od 4 do 10), odnosno kada su jedinice za **G član** u simensima (S), provodljivost se računa prema formuli:

$$\sigma = G \cdot \frac{L}{S_1} \left[ \text{S} \cdot \text{cm}^{-1} \right]$$

Kada su u pitanju više provodljivosti (**RANG** 1, 2 i 3), odnosno kada su jedinice za **G član** u omima ( $\Omega$ ), provodljivost se računa prema formuli:

$$\sigma = \frac{1}{G} \cdot \frac{L}{S_1} \left[ \text{S} \cdot \text{cm}^{-1} \right]$$



## РЕЗУЛТАТИ I DISKUSIJA

### Podaci za merenje provodljivosti uzorka PANI-H<sub>2</sub>O-0.2:

Kalup sa uzorkom  $L_1 =$  \_\_\_\_\_;  $L_2 =$  \_\_\_\_\_;  $L_3 =$  \_\_\_\_\_;  $L_{sr} =$  \_\_\_\_\_;

Prazan kalup  $L_{01} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{02} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{03} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{0sr} =$  \_\_\_\_\_;

Rang = \_\_\_\_\_;  $G =$  \_\_\_\_\_;  $C =$  \_\_\_\_\_;  $d =$  \_\_\_\_\_;  $S =$  \_\_\_\_\_;  $L =$  \_\_\_\_\_

$\sigma =$  \_\_\_\_\_

### Podaci za merenje provodljivosti uzorka PANI-HCl-0.2:

Kalup sa uzorkom  $L_1 =$  \_\_\_\_\_;  $L_2 =$  \_\_\_\_\_;  $L_3 =$  \_\_\_\_\_;  $L_{sr} =$  \_\_\_\_\_;

Prazan kalup  $L_{01} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{02} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{03} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{0sr} =$  \_\_\_\_\_;

Rang = \_\_\_\_\_;  $G =$  \_\_\_\_\_;  $C =$  \_\_\_\_\_;  $d =$  \_\_\_\_\_;  $S =$  \_\_\_\_\_;  $L =$  \_\_\_\_\_

$\sigma =$  \_\_\_\_\_

### Podaci za merenje provodljivosti uzorka PANI-HCl-0.1:

Kalup sa uzorkom  $L_1 =$  \_\_\_\_\_;  $L_2 =$  \_\_\_\_\_;  $L_3 =$  \_\_\_\_\_;  $L_{sr} =$  \_\_\_\_\_;

Prazan kalup  $L_{01} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{02} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{03} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{0sr} =$  \_\_\_\_\_;

Rang = \_\_\_\_\_;  $G =$  \_\_\_\_\_;  $C =$  \_\_\_\_\_;  $d =$  \_\_\_\_\_;  $S =$  \_\_\_\_\_;  $L =$  \_\_\_\_\_

$\sigma =$  \_\_\_\_\_

**Zapažanja o uticaju polaznog pH i koncentracija reaktanata na provodljivost PANI:**