



Предмет: **Физичка хемија макромолекула**

## Вежба бр. 6. МЕРЕЊЕ ЕЛЕКТРИЧНЕ ПРОВОДЉИВОСТИ ПОЛИАНИЛИНА

### ЦИЉ ВЕЖБЕ

1. Измерити проводљивост полианилин сулфата/хидроген сулфата ( $\text{PANI} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ) и полианилин хидрохлорид ( $\text{PANI} \cdot \text{HCl}$ ) синтетисаних хемијском оксидативном полимеризацијом мономера анилина у **вежби 3**.
2. Запазити утицај услова полимеризације (концентрација реактаната и почетно рН) на проводљивост ПАНИ узорка.

### HEMIKALIJE, POSUDE I LABORATORIJSKI PRIBOR

**Хемикалије:** апсолутни етанол

**Посуђе:** порцулански аван и тучак, шпатула за масе мање од 1g, стаклена бочица за узорак.

**Прибор:** аналитичка вага, паус папир, маказе, убрус, фломастер, самолепљиве етикете, нонијус, хидраулична преса (Beckman), Вистонов мост наизменичне струје (Wayne Kerr B224), калуп од нерђајућег челика.



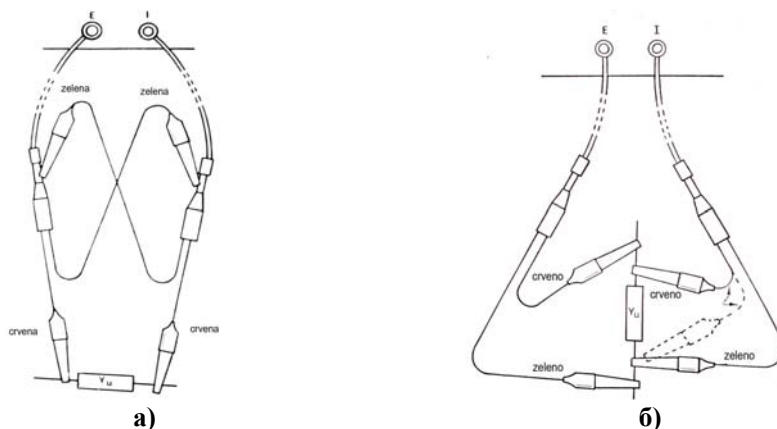
**НАПОМЕНА:** За извођење ове вежбе неопходно је коришћење мантила. Калуп за мерење проводљивости се чисти искључиво апсолутним етанолом. Не смеју се унакрсно везати каблови, ако је постављен РАНГ за ниске проводљивости, јер може доћи до оштећења инструмента.

Електропроводљивост се мери мостом наизменичне струје (Wayne Kerr B224) при константној фреквенцији струје 1 kHz на собној температури. За мерење проводљивости узорак се припрема у виду таблете, која се користи као непознати отпорник у грани моста. За све време мерења таблета узорка је на константном притиску од приближно 250 МПа (1 t) који се одржава коришћењем хидрауличне пресе. Проводљивост се директно мери довођењем моста у равнотежу, безструјни режим, помоћу спољашњих стандардних вредности декадних капацитета и проводљивости. Таблета се добија пресовањем узорка у калупу под повишеним притиском од 250 МПа. Дебљина таблете,  $L$ , се добија из разлике дужине калупа пре и после стављања узорка у калуп, мерењем помоћу нонијуса. Знајући податак за попречни пресек отвора калупа ( $S = 0,785 \text{ cm}^2$ ), електричну проводљивост  $\sigma$  добијамо на основу израза:



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

У случају узорка нижих проводљивости, таблета узорка се у коло моста везује унакрсном везом, слика 1 а), и на апарату се користи ранг за ниске проводљивости, при чему се читавају вредности  $G$  члана у сименсима. У случају узорка високих проводљивости, користи се ранг високих проводљивости и таблета узорка се у коло моста везује у ниско-импедансном режиму, слика 1 б). Мери се отпорност која је мања од  $10 \Omega$ .



**Слика 1.** а) Унакрсна веза (ниска проводљивост узорка), б) веза у ниско-импедансном режиму (висока проводљивост узорка).

## ПОСТУПАК

### Припрема узорака за мерење проводљивости

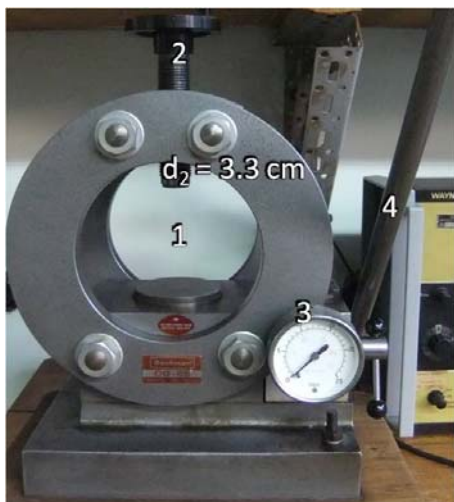
По 160 mg од сваког осушеног узорка добро иситнити у авану са тучком.

### Мерење проводљивости узорка

Одмерити 150 mg узорка и пажљиво га сипати (користећи парче паус папира) у цилиндричну шупљину калупа са слике 2, у коју је претходно убачен дужи клип тако да је при врху остало довољно простора за узорак. Узорак се полако пренесе паус папиром на горњи крај већег цилиндра унутар шупљине при врху. Преко узорка се постави мањи цилиндрични клип.



Слика 2. (а) Калуп за мерење електричне проводљивости 1-шупљи цилиндар (израђен од нерђајућег челика, а са унутрашње стране обложен изолаторском тврдом пластиком), 2-већи и 3-мањи цилиндрични клип од нерђајућег челика, 4 – положаји на клиповима где се постављају штипаљке каблова од Вистоновог моста; (б) већи клип пречника,  $d_1 = 1 \text{ cm}$ .



Слика 3. Хидраулична преса Бецкман  
1-простор за узорак, 2-завртањ, 3-манометар,  
 $d_2$ -пречник завртња, 4-ручка за подизање притиска,  
5-метални уметак

Пресу је потребно откочити, а затим направити довољно простора за калуп са узорком, окретањем и подизањем завртња изнад узорка (слика 3). На округло постоље пресе се ставља парче хартије (изолатор) и преко хартије калуп са узорком пазећи да шупљи цилиндар не „спадне”. На горњи мањи цилиндрични клип се поставља парче папира (изолатор). Преса се поново закочи. Ручком је потрабно пумпати док се калуп не заглави у преси. Треба наставити са пумпањем док казаљка манометра не покаже 2 t, односно када је притисак на узорак  $P_1 = 250 \text{ MPa}$ .

Окретањем прекидача у позицију ON мост је укључен (доњи леви угао Вистоновог моста). Каблови Вистоновог моста се поставе на одговарајући начин у зависности од проводљивости. Ако су више проводљивости (**RANG** 1, 2 или 3), каблови се повежу паралелно (слика 1б) – црвени кабл се веже на црвени и црни кабл на црни, затим се црвени кабл постави на један крај калупа, а црни на други крај калупа. Ниже проводљивости (**RANG** од 4 до 10) захтевају да се каблови унакрсно вежу као на слици 1а– унакрсна веза, а онда се „штипаљке” каблова поставе на супротним крајевима калупа (врх мањег и већег цилиндричног клипа на слици 2а). „Штипаљке” не смеју додиривати металне делове калупа и клипова. **RANG** се бира тако да казаљка којом се прати уравнотежавање моста буде у левој половини скале која се налази одмах испод клизача за ранг (**RANGE**). Мост је уравнотежен када казаљка направи отклон до крајње леве тачке скале (Слика 4).



Неуравнотежен мост када **RANG** одговара датом узорку



Уравнотежен мост

Слика 4. Вистонов мост (Wayne Kerr B224)

Прекидачи испод натписа **G терм (члан)** и **C терм (члан)** служе за уравнотежавање моста. Светлеће лампице између прекидача показују положај децималног зареза очитане вредности. Са леве стране дугме **RANGE** показује јединице и димензије за **G члан**, док са десне јединице и димензије за **C члан**. За нас је битно очитивање **G члана**. На примеру са слике 4 се види да **G члан** има вредност 0,5  $\mu\text{S}$ , а **C члан** је 100 pF.

На крају се у три различита положаја измери дужина калупа са узорком ( $L_1$ ,  $L_2$  и  $L_3$ ) и дужина празног калупа ( $L_{01}$ ,  $L_{02}$  и  $L_{03}$ ). За рачунање проводљивости се узима средња вредност три мерења за калуп са узорком ( $L_{sr}$ ) и за празан калуп ( $L_{0sr}$ ). Дебљина таблете ( $L$ ) се добија из разлике дужине калупа пре и после стављања узорка у калуп.

### Прорачун притиска који врши преса на узорак

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

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

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

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

### Прорачун за проводљивост узорка

Када су у питању ниже проводљивости (**RANG** од 4 до 10), односно када су јединице за **G члан** у сименсима (S), проводљивост се рачуна према формули:



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

Када су у питању више проводљивости (**RANG** 1, 2 и 3), односно када су јединице за **G** члан у омима ( $\Omega$ ), проводљивост се рачуна према формули:

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

### РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

#### Подаци за мерење проводљивости узорка PANI-H<sub>2</sub>O-0.2:

Калуп са узорком  $L_1 =$  \_\_\_\_\_;  $L_2 =$  \_\_\_\_\_;  $L_3 =$  \_\_\_\_\_;  $L_{sr} =$  \_\_\_\_\_;

Празан калуп  $L_{01} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{02} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{03} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{0sr} =$  \_\_\_\_\_;

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

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

#### Подаци за мерење проводљивости узорка PANI-HCl-0.2:

Калуп са узорком  $L_1 =$  \_\_\_\_\_;  $L_2 =$  \_\_\_\_\_;  $L_3 =$  \_\_\_\_\_;  $L_{sr} =$  \_\_\_\_\_;

Празан калуп  $L_{01} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{02} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{03} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{0sr} =$  \_\_\_\_\_;

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

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

#### Подаци за мерење проводљивости узорка PANI-HCl-0.1:

Калуп са узорком  $L_1 =$  \_\_\_\_\_;  $L_2 =$  \_\_\_\_\_;  $L_3 =$  \_\_\_\_\_;  $L_{sr} =$  \_\_\_\_\_;

Празан калуп  $L_{01} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{02} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{03} =$  \_\_\_\_\_;  $L_{0sr} =$  \_\_\_\_\_;

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

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

Запажања о утицају полазног рН и концентрација реактаната на проводљивост ПАНИ: