

MĚŘENÍ ZMÝDELNĚNÍ ETHYLESTERU KYSELINY OCTOVÉ SE SOUPRAVOU ISESCOM

Souprava IseCom je jednoduchou variantou počítačového měřicího systému IseS (Intelligent School Experimental System). Umožňuje měření s rychlostí vzorkování pouze do 4 kHz (na rozdíl od variant Profesional a Standard), což však pro chemické aplikace je naprosto postačující. Principy konstrukce, měření a moduly (shodné pro všechny verze IseSu) jsou popsány ve skriptech „Laboratorní cvičení z fyzikální chemie, str.72-75. Souprava IseCom je ovládána dosovským programem IseCom a dále je podán popis měření převodového čísla s tímto programem.

Spustitelný soubor je Isecom.exe, spouštěcí ikona je na ploše PC a na liště Windows Commanderu pod označením **Isecom**

Postup měření časových změn vodivosti reakční směsi:

1. Z plochy PC spustíme IseCom a **Enterem** aktivujeme primární nabídku.
2. V dialogu **Měření** načteme konfigurační soubor „mydlo.cfg“.
3. Provedeme kontrolu konfiguračního souboru, soubor by měl mít následující obsah:

celkový čas měření	1200s
vzorkovací frekvence	0,25s
start měření	trigger
opakování	vypnuto
akustický signál	zapnuto
název	zmýdelnění
VSTUP	A(+)
parametry modulů	nastavené (10 mS)
zobrazení	standardní

4. Potvrdíme obsah konfiguračního souboru **OK**.
5. V dialogu **Trigger -Nastavení** nastavíme myší spouštěcí parametry: **hladina** na cca **0.2 mS** a **pretrigg** 0%, pokud již takto parametry nebyly nastaveny.
6. Po tomto nastavení je systém připraven k měření. **Měření** je automaticky zahájeno, jakmile konduktometr naměří první hodnotu vodivosti větší než zvolená hodnota hladiny (cca 0,2 mS). **Pozn. 1:** Při přípravě experimentu je třeba postupovat tak, že do konduktometrické nádoby nejprve připravíme roztok ethylesteru, který je nevodivý a tudíž není spolehlivě dosaženo spouštěcí (trigger) hladiny vodivosti. Teprve po přidání roztoku hydroxidu dojde ke spuštění měření. Tento postup umožňuje zachycení hodnot vodivosti prakticky ihned po smíchání obou komponent. **Pozn. 2:** Vodivost reakční směsi v čase $t=0$ získáme proložením zaznamenané závislosti vodivosti na času pomocí nelineární regresní funkce (např. pomocí Excelu polynomem 3. řádu) a extrapolací k nulovému času.
7. Měření je automaticky skončeno po uplynutí zvoleného času experimentu (1200s).
8. Po skončení měření datový soubor **<jméno>.DAT** uložíme na disk k dalšímu zpracování.
9. Takto proměříme kinetiku směsí při třech zadaných teplotách (při každé teplotě dvakrát pro eliminaci náhodných chyb), **opakováním** experimentu se stejnými

parametry ISESu. Výsledkem měření jsou pak tři páry datových souborů (dva pro každou teplotu).

Naměření vodivosti standardních roztoků KCl:

Vodivosti standardních roztoků KCl naměříme stejným postupem jaký byl popsán dříve, pouze měření necháme probíhat cca jednu minutu, pak je přerušíme a v dialogu **Zpracování-Odečet**, pomocí myši odečteme experimentální hodnoty vodivosti. **Tyto experimentální soubory není nutné ukládat a exportovat.**

Pozn.: tímto způsobem je rovněž možné i změřit vodivosti roztoku hydroxidu zředěného na koncentraci shodnou s koncentrací, která bude v reakční směsi, jako alternativu k určení této veličiny extrapolací vodivosti reakční směsi na nulový čas reakce.

Export dat do formátu programu MS Excel:

1. Z plochy PC spustíme program ISESWIN.
2. Otevřeme nabídku **Nástroje-Import ISES-DOS** a v dialogu **Otevření experimentu** načteme zvolený soubor **<jméno>.DAT**.
3. V dialogu **Experiment – Ulož** jako soubor uložíme nejlépe pod jménem **<jméno>.IEX**.
4. Export tohoto souboru do souboru formátu Excel je vhodné provést na výkonnějším PC podle následujícího postupu.
5. Překopírujeme datové soubory **.IEX** do adresáře **ISEWIN\PRAKTIKUM**.
6. Spustíme ISESWIN a první datový soubor.
7. V nabídce **Nástroje** spustíme modul **Export dat**.
8. Z nabízených formátů zvolíme formát **Excel 4** a po potvrzení zvolíme jméno výsledného souboru ve formátu **<jméno>.XLS**.
9. Po potvrzení zvolíme **zdrojový kanál dat** a potvrdíme **export času**.
10. Po potvrzení tohoto dialogu je zahájen export. Tato procedura je poměrně časově náročná a po dobu exportu je PC zcela zablokováno!!

VLASTNÍ ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT

Po dohodě s vedoucím praktika je možné vyhodnocení experimentálních dat realizovat následujícími postupy.

Klasický postup

Z uloženého souboru dat je možné v Excelu získat hodnoty vodivosti ve zvolených, např. minutových intervalech a takto získaný „řídový“ soubor dat normálně pomocí kalkulačky zpracovat. Postup opakujeme s daty pro všechny teploty a vyhodnotíme aktivační parametry

Zpracování v Excelu

Pro vyhodnocení použijeme všech uložených hodnot vodivosti a postupujeme pomocí sloupcových operací. Takto zpracujeme data naměřená při všech teplotách a vyhodnotíme aktivační parametry.