

Závazné pokyny pro práci s laboratorním deníkem

Všeobecné požadavky

- Používejte výhradně sešit formátu A4 s pevnými deskami. Volné listy v kroužkové nebo jiné vazbě nejsou povoleny. Deník viditelně podepište. Očísľujte jednotlivé stránky deníku. První dvě strany nechte volné na vytvoření obsahu deníku.
- Do deníku se píše zásadně vlastní rukou. Pište čitelně. Pokud nečitelnost zápisů přesáhne únosnou mez, budou laboratorní deníky vráceny k přepracování.
- Každá úloha musí začínat na nové stránce.
- Pokud má úloha více částí a některé z nich (většinou analytická stanovení) budete provádět ve více cvičeních, vynechejte si potřebný počet stran na zápisy.
- Zápisy v laboratorním deníku budou kontrolovány, zvláště domácí příprava na úlohu daného cvičení včetně přípravných výpočtů.
- Laboratorní deník s vypracovanou přípravou je jednou z podmínek vstupu do laboratoře.

Struktura zápisů v laboratorním deníku

- Datum konání cvičení, číslo a název úlohy. Uvádějte číslo úlohy podle skript a ne pořadové číslo daného cvičení v semestru.
- **Princip.** Popište stručně a výstižně, na jakém chemickém principu je založena daná úloha, klasifikujte typ chemické reakce. Reakci popište chemickou rovnicí. Uveďte rovnice u titrací a zkumavkových důkazů. Nezapomeňte na vyčíslení rovnic (pozor na koeficienty, počet molekul vody v hydrátech).
- Vypište všechny chemikálie, se kterými budete pracovat nebo je připravíte. U nebezpečných látek použitých v úloze uveďte čísla R- a S-vět a z nich vypište vlastnosti týkající se nebezpečnosti dané látky (jedy, hořlaviny, karcinogeny, atd.).
- Uveďte molární hmotnosti použitých látek, hustoty kapalin, koncentrace použitých roztoků.
- **Přípravné výpočty.** Uveďte zde všechny výpočty, které je nutno provést před zahájením práce na úloze, např. výpočet navážky pro reakci, příprava roztoku určité koncentrace, ředění koncentrovaných kyselin, určení limitujícího reagentu, teoretický výtěžek v g a %, atd. Jsou-li součástí úlohy analytická stanovení, například titrace, pak zde uveďte jejich rovnice, proč budou použity a o jaký typ stanovení se jedná, koncentrace a faktor odměrného činidla, výpočet navážky pro titraci. Doporučujeme provádět rozměrové zkoušky. Všeobecně se u jednotek dnes již nemá používat tečka a lomítko, ale mezera a exponenty (například m s^{-1}).
- Postup popište stručně a s logickou strukturou. Neopisujte návody.
- **Pozorování a výpočty.** Během práce si vše pečlivě zaznamenávejte do laboratorního deníku. Zapisujte si pozorované jevy, získané hodnoty a uveďte potřebné výpočty. Heslovitě uveďte, čeho se daný výpočet týká. Uveďte vzorce, dosazení (pozor na jednotky, počet platných číslic včetně platné nuly musí odpovídat přesnosti měření), nezaokrouhlený výsledek, zaokrouhlený výsledek na odpovídající počet platných míst a jednotky. Uveďte skutečné i relativní výtěžky.
- **Závěr.** Zapište vlastní pozorování, popis produktu, číselné a slovní vyjádření dosažených výsledků, popřípadě zda experimentální výsledky souhlasí s očekáváním nebo důvody proč nesouhlasí, a podobně.
- **Záznamy v laboratorním deníku použijte pro vytvoření laboratorního protokolu.**

Závazné pokyny pro vypracování protokolů

Protokoly musí být odevzdány ve cvičení následujícím po cvičení, ve kterém byla úloha provedena, obsahují následující prvky a musí vyhovovat níže uvedeným podmínkám (tučně jsou uvedeny závazné nadpisy jednotlivých částí protokolu):

Všeobecné požadavky:

- Protokoly pište na samostatné listy (popřípadě dvojlisty) formátu A4 jedno- nebo oboustranně. Listy jednoho protokolu spojte sešíváčkou.
- Pokud budete vypracovávat v jednom cvičení více úloh, zpracujte každou úlohu zvlášť v samostatném protokolu.
- Lze psát ručně nebo na počítači, na kterém můžete zároveň také generovat do protokolu obrázky (grafy) a tabulky. Při kreslení grafů se řiďte pokyny pro jejich vypracování, které jsou uvedeny u jednotlivých úloh (např. je dobré dodržovat navrhovanou velikost měřítka na ose apod.) Využití počítače je vhodné (čitelnost, zvládnutí zacházení s textovými editory, tabulkovými kalkulátory atd.), ale ne nezbytné, i ruční nakreslení grafu vede k osvojení dovedností, které vám počítač nenabídne. Pokud budete psát ručně, bude brán zřetel i na čitelnost. Pokud nečitelnost přesáhne únosnou mez, budou protokoly vráceny k přepracování.
- Pište stručně, logicky a věcně. Neopisujte doslovně návody.

Hlavička protokolu:

Jméno a příjmení:

Úloha č.:

Datum: (konání cvičení)

(Uvádějte číslo úlohy podle skript a nikoliv pořadové číslo daného cvičení v semestru)

Princip: Popište stručně a výstižně, na jakém principu je založena daná úloha. Z vašeho popisu musí být zřejmé, že úloze rozumíte a že jste pochopili, co se vlastně v dané úloze má procvičit a co se máte naučit.

Příklady:

Úloha č. 5: *Dělení směsi látek krystalizací*

Princip: Dělení je založeno na rozdílné rozpustnosti síranu sodného a chloridu sodného za laboratorní a zvýšené teploty a oddělení vykrystalovaného síranu sodného filtrací.

Úloha č.10: *Měření bodu tání dihydrátu kyseliny šťávelové*

Princip: Současné vizuální sledování teploty a přechodu pevná fáze-kapalina.

Pokud při vypracování úlohy postupujete podle chemické rovnice (např. titrace, stanovení molární hmotnosti kovu), je vždy nutné uvést správně vyčíslené rovnice.

Postup: Stručně až heslovitě (může být i stylem osnovy), ale musí mít logickou strukturu. Uveďte zde všechny výpočty, které je nutno provést před zahájením práce na úloze, např. výpočet navážky pro přípravu standardního roztoku, příprava roztoku určité koncentrace, ředění koncentrovaných kyselin, atd.

Vyhodnocení úlohy: Po skončení prací na úloze proveďte potřebné výpočty, nakreslete grafy a obrázky.

Závěr: vlastní pozorování, číselné a slovní vyjádření naměřených výsledků, popřípadě zda experimentální výsledky souhlasí s teorií nebo důvody proč nesouhlasí, a podobně.

Jak provádět výpočty, kreslit grafy a tabulky

A) Naměřené hodnoty, jejich vyhodnocení, výpočty:

- Naměřené hodnoty je užitečné uvádět souhrnně do tabulky. Návrh, jak má tabulka vypadat, bývá zpravidla uveden v návodu k úloze.
- Pokud je zapotřebí provést výpočty, které s naměřenými hodnotami souvisejí, pak heslovitě. V záhlaví výpočtu uveďte, čeho se daný výpočet týká.
- Uveďte použité vzorce, proveďte dosazení vašich naměřených hodnot (pozor na jednotky, počet platných číslic včetně platné nuly musí odpovídat přesnosti měření), nezaokrouhlený výsledek, zaokrouhlený výsledek na odpovídající počet platných míst a jednotky. Doporučujeme provádět rozměrové zkoušky. Všeobecně se u jednotek dnes již nemá používat tečka a lomítko, ale mezera a exponenty (například m s^{-1}).

Příklad: Výpočet počtu molů ze stavové rovnice pro ideální plyn (naměřený objem 125 litrů za normálního tlaku, teplota 20 °C)

$$n = pV/RT = 101325 \cdot 0,1250 / (8,314 \cdot 293,15) = 5,79243 \div 5,79 \text{ mol}$$

$$\text{Rozměrová zkouška: } [n] = \text{N m}^{-2} \cdot \text{m}^3 / \text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1} \cdot \text{K} = \text{mol}$$

- Uveďte všechny výpočty; pokud se opakuje řada stejných výpočtů, stačí uvést kompletní příklad jednoho výpočtu, a pak u dalších už jen dosazení do rovnic (neopisovat stejné vzorce).
- Pokud při vypracovávání úlohy postupujete podle chemické rovnice (např. titrace, stanovení molární hmotnosti kovu), je vždy nutné uvést kompletní příklady výpočtů podle nich.
- Kvůli rychlé orientaci rozumně zvýrazněte výsledek (např. dvojitým podtrhnutím, zvýrazňovačem apod.)
- Je naprosto zbytečné švindlovat či opisovat, protože vaše výpočty jsou vyučujícím kontrolovány.

B) Tabulky

Tabulky jsou součástí výpočtů a výsledků, ale mohou být uvedeny i na samostatných listech. Princip vytváření jakýchkoliv grafických způsobů předání informace (**tabulek a obrázků**) je zřejmý: když jiný člověk dostane vámi vypracovanou tabulku nebo obrázek bez jakýchkoliv dalších informací, musí mu být na základě údajů v nich uvedených jasné, o čem jde a čeho se týkají. Zpravidla mívají standardní strukturu:

- **Nadpis** uvádí úplný popis toho, co je v tabulce zachyceno (symboly veličin v závorkách, pokud je to pro vysvětlení třeba), čeho se experimentálně (či teoreticky) týká, popřípadě za jakých podmínek bylo měření provedeno, hodnoty veličin, které byly konstantní, atd. V textu se pak odkazujete na tabulku 4 a podobně. Pozor na neúplné nadpisy! **Nadpis tabulky vždy předchází samotné tabulce.**

Příklady:

Tabulka 4: Zjištěné spotřeby (V_{HCl}) odměrného roztoku 0,1 M HCl ($f = 1,0008$) při acidimetrické titraci roztoku NaOH pro stanovení jeho molární koncentrace.

Tabulka 12: Retenční faktory (R_F) eugenolu a acetyleugenolu v různých rozpouštědlech na tenké vrstvě silikagelu (Silufolu) při 293 K.

- **Hlavička tabulky** je od nadpisu oddělena vodorovnou čarou. Obsahuje symboly veličin a pod nimi jsou uvedeny jednotky. Vysvětlení symbolů je buď přímo v názvu tabulky (viz výše uvedené příklady) anebo v legendě v samotné tabulce. Experimentální hodnoty můžete převést na čísla obsahující faktor 10^n . Tento faktor pak nemusíte opakovat v celém sloupci hodnot, ale uvedete ho do hlavičky podle vzoru:
Naměřená veličina je $V = 12700$ jednotek = $1,27 \cdot 10^4$ jednotek, což lze vyjádřit i jinak, např. $V \cdot 10^{-4}$ = 1,27 jednotek a také $V \cdot 10^{-4}$ /jednotka = 1,27. Do hlavičky sloupce v tabulce pak napište $V \cdot 10^{-4}$, jednotka, resp. nebo $V \cdot 10^{-4}$ /jednotka, a do sloupců hodnot 1,27.
Hlavička je od sloupců hodnot opět oddělena vodorovnou čarou.
- **Sloupce tabulky** obsahují naměřené nebo jim odpovídající hodnoty (např. získané výpočtem). Nemusí být odděleny svislými čarami, ale dané hodnoty musí být seřazeny pod sebou, s odpovídající přesností a počtem platných míst. Nula v tabulce znamená, že tato hodnota byla experimentálně nalezena. Chybí-li údaj, napište na jeho místo pomlčku. V tabulce nesmí být žádné prázdné místo.
- **Legenda** k tabulce se nachází těsně pod tabulkou a zahrnuje vysvětlivky symbolů veličin v hlavičce tabulky a poznámky (je-li jich třeba). Odkaz na symbol či poznámku se uvádí jako horní pravý index (hvězdičky, čísla a podobně) u dané hodnoty anebo symbolu.
- Dole je celá tabulka opět uzavřena vodorovnou čarou.

Příklad tabulky:

Tabulka 25: Teploty varu některých rozpouštědel a jiných látek a jejich azeotropických směsí a jejich složení za normálního tlaku (101 325 Pa)

<i>soustavy s maximem</i>					
složky		teploty varu/ °C			obsah složky B v azeotropické směsi/ %
A	B	t_V a)	t_V b)	t_V c)	
voda	H ₂ SO ₄	100	147	338	98,7
voda	HCl	100	-85	110	20,2
voda	HClO ₄	100	110	203	71,6
chloroform	aceton	61,1	56,3	64,5	20,5
<i>soustavy s minimem</i>					
složky		teploty varu/ °C			obsah složky B v azeotropické směsi/ %
A	B	t_V a)	t_V b)	t_V c)	
voda	ethanol	100	78,3	78,15	95,6
voda	anilin	100	184,4	75	18,2
ethanol	CCl ₄	78,3	76,8	65	82,8
sírouhlík	aceton	48	56,3	39,2	33

Legenda: a) teplota varu složky A b), teplota varu složky B c) teplota varu azeotropické směsi

C) Obrázky a grafy

Grafy, spektra, uvádějte na samostatném listu milimetrového (ruční zpracování) nebo obyčejného papíru (počítačové zpracování). Každý graf nakreslete do uzavřeného rámečku.

Nákresy aparatur, reakční schémata, apod. kreslete na volný list nelinkovaného papíru; zásadně používejte jen tužku anebo pastelky.

Graf obsahuje následující základní prvky:

- **Popis grafu, obrázku:** Zpravidla se popis obsahu grafu nebo obrázku uvádí pod obrázek, některý software však umísťuje popis obrázku nahoru.

Příklad:

Obrázek 58: Kalibrační křivka (závislost indexu lomu – n_D^{25} na složení) směsi aceton-toluen pro určení složení frakcí odebíraných při prosté destilaci této směs.

V textu se pak odkazujete na obrázek 58 a podobně. Znovu pozor na neúplné nadpisy!

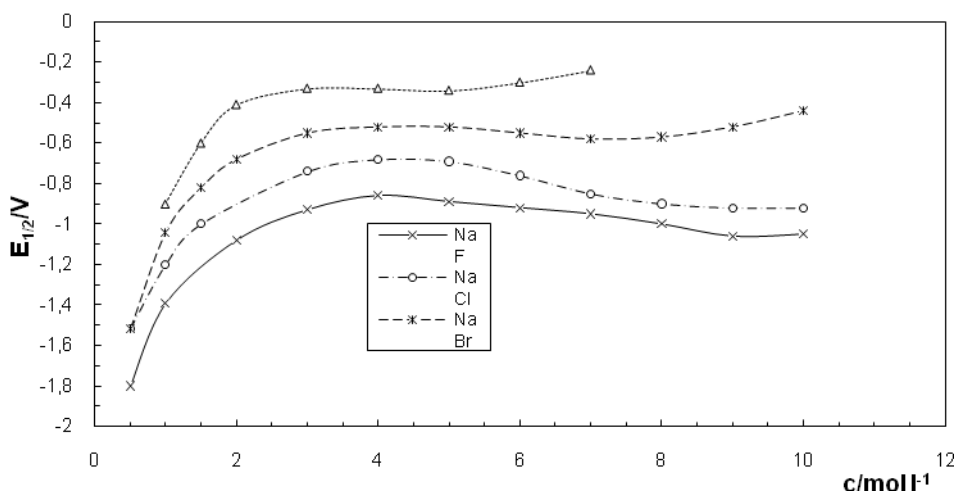
- **Osy:** zvolte vhodné měřítko tak, abyste dosáhli optimálního rozložení bodů na papíře, tedy maximálního využití plochy rámečku (či milimetrového papíru). V návodech pro úlohu bývá zpravidla uveden návrh velikosti měřítka jednotlivých os. Osy označte hlavním a případně vedlejším dělením. Uveďte číselný popis hlavního dělení os v odpovídající přesnosti. **Nikdy nevyznačujte na osy hodnoty vynášených bodů.** Na levém a spodním okraji grafu uveďte symboly proměnných (vysvětleny v nadpisu) s jednotkami (příklad: $c/\text{mol dm}^{-3}$). Symboly proměnných a jednotek se umísťují mezi předposlední a poslední kótu při pravém dolním a levém horním rohu rámečku.
- **Body a čáry:** hodnoty (souřadnice) experimentálních bodů se do grafu neuvádí, jsou obvykle uvedeny v odpovídající tabulce. Symboly bodů se vynášejí zřetelně (kroužky, křížky, trojúhelníky, ...) v přiměřené velikosti. Pokud je více křivek v jednom grafu, je nutné použít pro každou křivku jiný symbol bodů. Pro snadné a jasné sledování průběhu protínajících se křivek použijte různé typy čáry (plná, čárkovaná, čerchovaná, ...). Při použití barev se musí shodovat barva daného symbolu bodů a

odpovídajícího proložení (křivky). Nelze pak použít jednu barvu pro více křivek, pokud křivky nejsou rozlišeny typem čáry.

- **Prokládání křivek:** je-li z teorie anebo zkušenosti znám průběh, prokládejte křivku rovnoměrně mezi body („ustřelené“ body se ignorují). Nikdy body mezi sebou nespojujte lomenou čarou, příroda se zpravidla takto nechová. Vypočítané proložení (například z lineární regrese) vynášejte přesně, jak vyšlo, a nikoliv od ruky. Vypočtené body však do grafu nevynášejte. Pokud je jasné, že křivky musí procházet určitým bodem (například nulou u kalibračních závislostí), nebo se protínat na osách (křivky g a l fázových diagramů) a podobně, pak i proložení musí respektovat tuto skutečnost. Nelze vynášet křivky do oblastí, kde dané závislosti nemají fyzikální smysl (například záporné hodnoty).
- **Legenda** se využívá v případě, že graf obsahuje více křivek a všechny popisné údaje nelze přehledně zachytit v jedné větě názvu grafu. Zde jsou umístěny upřesňující údaje.
 - křivky jsou označeny čísly a vysvětlení významu jednotlivých křivek je v legendě uvedeno.
 - další možností formy legendy je malá tabulka bez jakéhokoliv nadpisu na vhodném volném místě hlavní plochy grafu a obsahuje symboly bodů a příslušných vzorů čar (i s typy) v odpovídajících barvách s přesnými poznámkami, čeho se dané křivky týkají.
 - třetí možností nejméně vhodnou je na vhodném místě v těsném sousedství odpovídající křivky uvést upřesňující popis tak, aby nemohlo dojít k záměně s jinou křivkou (použít šipky).

Příklad počítačového zpracování obrázku (grafu):

Obrázek 12: Graf závislosti půlvlnového potenciálu vodných roztoků halogenidů sodíku na molární koncentraci při teplotě okolí.



Umíst'ování tabulek naměřených a vypočtených hodnot do grafů je zakázáno!