

Ústav chemie přírodovědecké fakulty Masarykovy univerzity

# LABORATORNÍ TECHNIKA

## ÚVODNÍ INFORMACE K PŘEDMĚTU C1100 LABORATORNÍ TECHNIKA –laboratorní cvičení

Miloš Černík, Alena Pálková, Jiří Příhoda

Brno 2014



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Tento text vznikl v rámci realizace projektu OP VK CZ.1.07/2.2.00/07.0436 „Inovace vzdělávání v chemii na PřF MU“, který je spolufinancován z Evropského sociálního fondu a státního rozpočtu České republiky.

## Předmluva

Studující chemie se potřebují seznámit nejen s jejími teoretickými základy, nýbrž i s praktickou činností v chemické laboratoři a příslušným vybavením, aparaturami a přístroji. Přitom je nezbytné, aby si osvojili odpovídající pracovní metodiku a svých znalostí dokázali účelně využít při plánování a praktickém provádění experimentů.

V souvislosti se změnou učebních plánů v akademickém roce 2010/2011 došlo k přesunu zahájení praktické výuky až do 3. semestru a na Laboratorní techniku, která zůstává prvním chemickým praktikem, ve 4. semestru navazuje cvičení „Chemická syntéza“ (C2200). Vystala potřeba aktualizace a určitých úprav obsahu stávajících učebních textů. Vznikly tak nové učební texty:

1) Skripta J. Příhoda, M. Černík, S. Janků, J. Literák „**Laboratorní technika – příručka pro začínajícího chemika**“, MU Brno 2012 vznikly úpravou a sloučením skript E. Nováček, M. Potáček a S. Janků „Laboratorní technika ke cvičením z metod organické chemie“, MU Brno 1997, a A. Mareček, A. Růžička a Z. Žák „Laboratorní technika a cvičení z anorganické chemie“, MU Brno 1998. Jejich revidovaný a doplněný obsah by měl umožnit teoretickou přípravu studentů k úspěšnému absolvování praktických cvičení a úloh z laboratorní techniky.

2) Elektronická verze A. Pálková, M. Černík, J. Příhoda „**Laboratorní technika – návody k praktickým cvičením a úlohám**“ obsahují tři kapitoly:

**1. Kapitola** - přináší informace o organizaci a průběhu cvičení z laboratorní techniky (LT), pokyny k vedení laboratorního deníku a k vypracování protokolů, jakož i stručný úvod k teorii měření fyzikálních veličin a k jejich chybám.

**2. Kapitola** - obsahuje návody k praktickým cvičením z měření fyzikálních veličin, které charakterizují chemická individua i reakční soustavy a návody k procvičování základních operací, užívaných v chemické laboratoři k dělení, izolaci a čištění sloučenin.

**3. Kapitola** - návody k úlohám zahrnují praktická cvičení, jejichž výsledky lze zpravidla kvantitativně vyhodnotit a jež je účelné zpracovat ve formě protokolu. Převážně jsou koncipovány tak, aby kromě procvičení vybraných laboratorních operací, umožňovaly rovněž ověření důležitých poznatků a zákonitostí obecné chemie.

Vzhledem k ohromné různorodosti soudobé experimentální chemie bylo v předkládaných učebních textech možné pokrýt pouze základní laboratorní techniky, jejichž výběr byl dán především potřebami navazujícího cvičení „Chemická syntéza“, cvičení z analytické chemie a omezen limitovaným rozsahem textů. I za takové situace však bylo jistě možné vybrat náplň těchto učebních textů zčásti odlišným způsobem. Budeme proto čtenářům vděční za každou odůvodněnou připomínku k náplni těchto skript.

Autoři

## Obsah

<b>1</b>	<b>Úvodní informace, laboratorní deník a protokoly, měření fyzikálních veličin</b>	
1.1	Úvodní informace ke cvičení z laboratorní techniky	5
1.2	Pokyny pro vedení laboratorního deníku	8
1.3	Pokyny pro vypracování protokolů	9
1.4	Měření, chyby měření a způsoby zapisování výsledků	12

## 1.1 Úvodní informace ke cvičení z laboratorní techniky

### 1.1.1 Náplň cvičení z laboratorní techniky a jeho cíle

- Laboratorní cvičení sestává z výkladu probírané problematiky, kolokvia, praktických cvičení a jednotlivých úloh.
- V průběhu **výkladu** vyučující shrne a okomentuje problematiku, jež je náplní daného cvičení, případně ji podle aktuálních potřeb rozšíří. Výklad je doplněn demonstrací odpovídajícího laboratorního vybavení a používaných přístrojů, poučením o jejich správném a bezpečném používání a dle možností též předvedením příslušných pracovních technik.
- Cílem **kolokvia** je ověřit, zda studenti rozumí principům aktuální úlohy, upozornit na důležité momenty nebo případná úskalí v praktickém provedení úlohy a odpovědět na dotazy studentů. V rámci kolokvia je také prováděn rozbor nejčastějších chyb v testech.
- **Praktická cvičení** mají studentům umožnit osvojit si správné provádění základních laboratorních technik a standardních procedur a naučit se sestavování běžných aparatur, jakož i obsluhu v praktiku používaných přístrojů.
- Náročnější formu výuky představují zařazené **úlohy**, jež vedle ovládnutí různých laboratorních technik a jiných praktických dovedností vyžadují rovněž prostudování a pochopení teoretických základů úlohy a vyhodnocení naměřených údajů. Motivační role úloh spočívá ve skutečnosti, že si studenti názorně ověří platnost některých zákonitostí známých z obecné chemie a soulad získaných výsledků se skutečností, např. při stanovení  $M_r$ , může podpořit jejich důvěru ve vlastní experimentální schopnosti.

### 1.1.2 Samostatná příprava studentů

Studenti jsou povinni řádně se připravit na provedení zadané úlohy a praktického cvičení. Tato příprava zahrnuje:

- Podrobné prostudování návodu k úloze a ovládnutí jejích teoretických základů.
- Seznámení se s používaným laboratorním sklem, přístroji a laboratorními pomůckami. Je třeba znát jejich odborné pojmenování a způsoby jejich správného použití.
- Provedení potřebných stechiometrických výpočtů a výpočtů pro přípravu a ředění roztoků.
- Prostudování bezpečnostních informací o používaných chemických látkách v odpovídajících bezpečnostních listech (BL) nebo v dostupných databázích (např. [www.sci.muni.cz/php/eurochemnet](http://www.sci.muni.cz/php/eurochemnet)). Pro tyto látky se do laboratorního deníku i protokolu uvedou jim náležející výstražné symboly (značky i význam) a R-věty i S-věty (čísla vět a jejich krátké znění).
- Postupně budou do chemické praxe zaváděny dle nových předpisů - Nařízení ES č. 1272/2008 (CLP) - nové výstražné symboly nebezpečnosti ve vazbě na příslušné nebezpečí a kategorii nebezpečnosti, H-věty a P-věty. Pokud budou používané chemikálie označeny novými symboly, uvedou se do laboratorního deníku i do protokolu.
- Písemné zaznamenání veškeré přípravy do laboratorního deníku.

### 1.1.3 Kontrola připravenosti studentů

- V rámci kolokvia bude prováděno přezkoušení studentů (ústní nebo formou kratšího písemného testu) ze znalostí, které je nutno mít před zahájením úlohy. Neznalost principů úlohy nebo nedostatečná příprava mohou být důvodem pro vyloučení studenta ze cvičení, protože nepřipravený student nesplňuje požadavky na bezpečné provedení úlohy.

### 1.1.4 Průběh cvičení

V průběhu cvičení je student povinen:

- Provést rozpisem přidělenou úlohu nebo praktické cvičení podle návodů.
- Při práci dodržovat ustanovení laboratorního řádu, udržovat pořádek na svém pracovním místě a dbát pokynů vyučujícího. Laboratorní řád je vyvěšen v laboratoři a vystaven ve studijních předmětech v Informačním systému univerzity předmětu C1100 Laboratorní technika.
- Za porušení těchto pravidel může být student z bezpečnostních důvodů vyloučen ze cvičení.

- Veškerá naměřená data a klíčové poznatky z průběhu experimentů zaznamenat do **laboratorního deníku**. Do deníku student rovněž provede všechny nezbytné výpočty související s vyhodnocením absolvovaných úloh. Zápisy v laboratorním deníku musí být trvalého charakteru, chybné údaje lze škrtnat.

### 1.1.5 Služba studentů

- Pro každý týden bude rozpisem ustanovena z řad studentů tzv. služba, jejíž povinností bude setrvat v praktickém cvičení až do konce a dbát na to, aby studenti zanechali vlastní pracoviště dobře uklizené.
- Povinností služby bude rovněž úklid společně využívaných prostorů, např. pracovních stolů ve váhově, a v okolí přístrojů, jako jsou bodotávky či refraktometry. V tomto ohledu se závěrečná služba bude řídit pokyny vedoucího cvičení nebo jeho asistenta.

### 1.1.6 Podmínky vstupu do laboratoře

- Včasný příchod. Studenti jsou povinni přicházet na vyučování řádně připraveni a včas. Opozdí-li se student, bude na rozhodnutí vyučujícího, zda mu umožní absolvovat dané cvičení.
- Obuv vhodná do laboratoře a ochranný pracovní plášť.
- Laboratorní deník s vypracovanou přípravou na danou úlohu, psací potřeby, kalkulačka, hadr.
- Absolvování vstupního školení BOZP a PO, které probíhá v 1. týdnu semestru.

### 1.1.7 Docházka a absence

- Laboratorní cvičení probíhá každý týden v laboratoři č. 312, nebo 316, 3. podlaží, budova A10, Univerzitní kampus Bohunice.
- Neúčast na cvičení je možná maximálně 2x a z toho pouze 1x z důvodů osobních. Mezi osobní důvody se počítají i případy, kdy byl student vyloučen z praktika kvůli nedostatečné přípravě na danou úlohu. Každá neúčast musí být oznámena učiteli a řádně omluvena na studijním oddělení fakulty nejpozději do pěti dnů po absenci.
- V průběhu semestru nebo na konci bloku cvičení bude možno po dohodě s vyučujícím, v termínech, které budou pro nahrazování určeny, nahradit nejvýše dvě zameškaná a omluvená cvičení. Neomluvená cvičení nahradit nelze.

### 1.1.8 Podmínky pro absolvování cvičení

Cvičení je ukončeno klasifikovaným zápočtem, který lze udělit při splnění následujících požadavků:

- Absolvování všech cvičení, zameškaná cvičení nutno nahradit.
- Úplné a pečlivé zápisy v laboratorním deníku.
- Znalost následujících výpočtů: koncentrace, ředění a směšování roztoků; stechiometrické výpočty; výpočet čistoty látky z výsledků analýzy a výpočet obsahu prvku ve sloučenině.
- Znalost principů všech procvičovaných úloh a vlastností používaných sloučenin. Znalosti budou průběžně kontrolovány písemnými testy nebo ústním přezkoušením.
- Úspěšné absolvování dvou zápočtových testů, které ověří, zda student pochopil cíle a principy prováděných úloh a je schopen provádět potřebné základní výpočty. Prověřována bude rovněž znalost názvosloví anorganických a organických sloučenin, vyčíslování rovnic.

I. zápočtový test - 6. týden semestru, II. zápočtový test - 14. týden semestru

Test bude považován za splněný, dosáhne-li student minimálně 70 % ze součtu bodů z obou zápočtových testů. Nesplní-li tuto podmínku, bude mít možnost opravného testu, který bude vypsán ve zkuškovém období. V opravném testu se budou hlavně prověřovat znalosti základních výpočtů, názvosloví a stechiometrie rovnic.

- Vypracované a včas odevzdané protokoly k absolvovaným úlohám, jež byly přijaty, opraveny a klasifikovány vyučujícím. Učitel může protokol 2x vrátit studentovi k přepracování nebo opravě. Při konečné klasifikaci k vráceným protokolům přihledne. Jestliže i poté je ze zápisu nebo výpočtů zřejmé, že student dané úloze neporozuměl, musí úlohu opakovat v rámci nahrazování.
- Úhrada rozbitého skla a laboratorních pomůcek. Každý student je hmotně zodpovědný za laboratorní sklo a pomůcky, které mu ve cvičení byly zapůjčeny. Dojde-li k jejich neopravitelnému poškození z nedbalosti, neznalosti nebo neuposlechnutí pokynů pedagogického dozoru, je student povinen uhradit plnou cenu skla či pomůcky dle aktuálních ceníků dodavatelů skla a laboratorních potřeb. Platba se provádí až po ukončení semestru.

### 1.1.9 Klasifikace

Klasifikační stupeň vyučující stanoví na základě:

- Hodnocení připravenosti studenta k provedení jednotlivých úloh a úrovně vypracované písemné přípravy v laboratorním deníku.
- Hodnocení odevzdaných protokolů.
- Výsledků kontrolních testů.
- Hodnocení přístupu studenta k zadaným úkolům.

### 1.1.10 Doporučená literatura

- Příhoda, J.; Černík, M.; Janků, S.; Literák, J. *LABORATORNÍ TECHNIKA: Příručka pro začínajícího chemika*, 1. vydání; MU Brno, 2012.

Skripta obsahují teoretické popisy základních laboratorních technik, popisy laboratorních pomůcek, aparatur a přístrojů. V přílohách jsou informace o pravidlech správného psaní vzorců, rovnic, matematických vztahů a přehled fyzikálních vlastností nejčastěji užívaných rozpouštědel.

- Příhoda, J.; Toužín, J. *POMŮCKA PRO SEMINÁŘ Z OBECNÉ CHEMIE*, 1. vydání; MU Brno, 2012. Skripta jsou užitečnou pomůckou pro správné pochopení názvosloví anorganických sloučenin. Obsahují příklady sloužící k procvičení běžných chemických výpočtů.

- Elektronická verze Pálková, A.; Příhoda, J.; Černík, M. *LABORATORNÍ TECHNIKA: Návody k praktickým cvičením a úlohám*, MU Brno.

Praktické návody jsou vloženy jako studijní materiál předmětu C1100 Laboratorní technika v Informačním systému MU a studenti si je mohou dle potřeby vytisknout. Materiály bývají každý rok aktualizovány.

Velice častou a potřebnou pomůckou studentům jsou jakékoliv chemické tabulky anorganických a organických látek a analytické tabulky. Například:

- Březina, F.; Mollin, J.; Pastorek, R.; Šindelář, Z. *CHEMICKÉ TABULKY ANORGANICKÝCH SLOUČENIN*, 1. vydání; Nakladatelství technické literatury Praha; 1986.
- Večeřa, M.; Gasparič, J.; Churáček, J.; Borecký, J. *CHEMICKÉ TABULKY ORGANICKÝCH SLOUČENIN*, 1. vydání; Nakladatelství technické literatury Praha; 1975.
- Vohlídal, J.; Julák, A.; Štulík, K. *CHEMICKÉ A ANALYTICKÉ TABULKY*, 1. vydání; Grada Publishing Praha; 1999.
- Fogl, J.; Volka, K. *ANALYTICKÉ TABULKY*, 7. vydání; VŠCHT Praha, 2000

## 1.2 Pokyny pro vedení laboratorního deníku

---

### 1.2.1 Všeobecné požadavky

- Používejte výhradně sešit formátu A4 s pevnými deskami. Volné listy v kroužkové nebo jiné vazbě nejsou povoleny. Očíslujte jednotlivé stránky deníku a první dvě strany ponechte volné na vytvoření obsahu deníku. Deník opatřete z vnějšku štítkem se jménem, označením cvičení a studovaného oboru.
- Do deníku pište čitelně. Pokud nečitelnost zápisů přesáhne únosnou mez, bude deník vrácen k přepracování.
- Každá úloha musí začínat na nové stránce. Pokud má úloha více částí a některé z nich (většinou analytická stanovení) budete provádět až v následujícím cvičení, vynechejte si potřebný počet stran na zápisy.
- Po příchodu do cvičení předložte laboratorní deník ke kontrole vedoucímu cvičení. Musí obsahovat přípravu na aktuální úlohu, kterou budete ve cvičení provádět.

### 1.2.2 Struktura zápisů v laboratorním deníku

- Datum konání cvičení, číslo a název úlohy. Uvádějte číslo úlohy podle návodů a ne pořadové číslo daného cvičení v semestru.
- **Úvod.** Popište stručně a výstižně, na jakém chemickém či fyzikálním principu je založena daná úloha a jaký je její záměr. Klasifikujte typ chemické reakce a popište ji správně vyčíslenou chemickou rovnicí.
- **Chemikálie.** Do tabulky vypište všechny chemikálie, se kterými budete pracovat (vzorec, název, molární hmotnost). Uveďte jejich výstražné symboly. U nebezpečných látek použitých v úloze uveďte čísla R- a S- vět a vypište z nich vlastnosti týkající se nebezpečnosti dané látky (jedy, hořlaviny, karcinogeny, atd.).
- Dále uveďte hustoty kapalin, koncentrace použitých kyselin nebo jiných roztoků, teplotu varu, index lomu, u pevných látek teplotu tání.
- **Přípravné výpočty.** Uveďte všechny výpočty, které je nutno provést před zahájením práce na úloze, např. výpočet navážky pro reakci, přípravu roztoku určité koncentrace, ředění koncentrovaných kyselin, určení limitujícího reagentu, teoretický výtěžek v g a relativní výtěžek v %, atd. Je-li součástí úlohy analytické stanovení, např. titrace, uveďte, o jaký typ stanovení se jedná, napište příslušné rovnice, uveďte koncentrace a faktor odměrného roztoku a výpočet navážky pro titraci.
- **Postup** experimentu popište stručně a s logickou strukturou textu. Neopisujte návody!
- **Pozorování a výpočty.** Během práce si vše pečlivě zaznamenávejte do laboratorního deníku. Zapisujte si pozorované jevy, zjištěné hodnoty měřených veličin a uveďte potřebné výpočty. Heslovitě uveďte, čeho se daný výpočet týká. Uveďte použité 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 příslušné jednotky. Je vhodné provádět rozměrové zkoušky. Všeobecně se u uváděných jednotek dnes již nemá používat tečka a lomítko, ale mezera a exponenty (například  $\text{g cm}^{-3}$ , nikoliv  $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$  či  $\text{g}/\text{cm}^3$ ). V případě preparací uveďte skutečné i relativní výtěžky.
- **Závěr.** Uveďte důležitá vlastní pozorování, naměřené i vypočtené hodnoty sledovaných fyzikálních veličin číselně a stručně zhodnocení dosažených výsledků, zejména je třeba posoudit, zda experimentální výsledky souhlasí s očekáváním, popř. se pokusit objasnit příčiny nesouhlasu.
- Záznamy v laboratorním deníku použijte pro vytvoření laboratorního protokolu.



## 1.3 Pokyny pro vypracování protokolů

Protokoly nutno odevzdat ve cvičení následujícím po cvičení, ve kterém byla úloha provedena, přičemž musí vyhovovat níže uvedeným podmínkám:

### 1.3.1 Všeobecné požadavky

- Protokoly pište na samostatné listy formátu A4 jedno- nebo oboustranně. Listy jednoho protokolu spojte sešívačkou.
- Lze psát rukou nebo v textovém editoru, v němž můžete do protokolu generovat grafy a tabulky. Při kreslení grafů se řiďte pokyny pro jejich vypracování, které jsou uvedeny u jednotlivých úloh. Pokud u protokolů psaných rukou nečitelnost přesáhne únosnou mez, budou protokoly vráceny k přepracování.
- Popis práce pište v minulém čase, trpném rodě (příklad: Bylo naváženo 15 gramů.....).
- Pište stručně a věcně, s logickou strukturou textu. Neopisujte doslovně návody, ale pokuste se o vlastní formulaci.
- Nezapomínejte, že protokol je vaší vizitkou.

### 1.3.2 Struktura protokolu

**Záhlaví protokolu:**

*Jméno a příjmení*

*Úloha č. + název*

*Datum konání cvičení*

*Spolupracoval:* (uvádějte pouze při práci ve dvojici nebo větší skupině)

Číslo úlohy uvádějte podle skript a nikoliv jako pořadové číslo daného cvičení v semestru.

**Úvod:** Stručně a výstižně vysvětlíte záměr úlohy (úkoly) a princip, na němž je založena. Z textu musí být zřejmé, že úlohu rozumíte a že jste pochopili, co v dané úloze budete procvičovat a co se máte naučit. Chemickou reakci popište rovnicí. Uveďte základní výpočtové vztahy, podle kterých budete provádět výpočty.

**Chemikálie:** Do tabulky uveďte chemikálie, se kterými budete pracovat, a které připravíte. Uveďte u nich označení kategorie nebezpečnosti (F, Xn, ...) a doplňte číselné hodnoty vlastností, které budete využívat při výpočtech ( $M_r$ ,  $\rho$ ,  $n_D$ , ...). Připište i výchozí navážky a teoretický výtěžek.

**Postup:** Stručně zachyťte všechny podstatné okolnosti provedení experimentu včetně vlastních pozorování. Rozsah volte tak, aby na základě protokolu bylo možno pokus úspěšně reprodukovat.

**Vyhodnocení úlohy:** V této části uveďte zpracování výsledků experimentu, potřebné výpočty a odpovídající grafy nebo obrázky.

**Závěr:** Shrňte nejdůležitější výsledky experimentu a objasněte, jak se podařilo splnit záměr úlohy. Pokud výsledky ne zcela souhlasí s relevantním teoretickým očekáváním, pokuste se o nalezení a vysvětlení možné příčiny nesouhlasu.

### 1.3.3 Výpočty, grafy a tabulky

#### 1.3.3.1 Naměřené hodnoty, jejich vyhodnocení, výpočty

- Naměřené hodnoty je vhodné uvádět souhrnně do tabulky. Doporučené záhlaví tabulky je zpravidla uvedeno v návodu k úloze.
- Pokud je zapotřebí provést výpočty, které s naměřenými hodnotami souvisejí, v záhlaví výpočtu uveďte, čeho se daný výpočet týká.
- Při výpočtech respektujte pokyny v 1.2.2, odst. **Pozorování a výpočty**.

**Příklad:** Výpočet počtu molů ze stavové rovnice pro ideální plyn při naměřeném objemu 125 dm<sup>3</sup> za normálního tlaku a při teplotě 20 °C.

$$n = pV/R T = 101325 \cdot 0,1250 / (8,314 \cdot 293,15) = 5,79243 \div 5.79 \text{ mol}$$

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

- Uveďte všechny výpočty, avšak pokud se opakuje řada stejných výpočtů, stačí uvést jeden kompletní výpočet a u dalších už jen dosazení do rovnic (neopisovat stejné vzorce).
- Kvůli rychlé orientaci zvýrazněte výsledek, např. dvojným podtržením.

### 1.3.3.2 Tabulky

Tabulky jsou obvykle uváděny v *úvodu* nebo *Vyhodnocení úlohy*, ale mohou být uvedeny i na samostatných listech. Každá tabulka má své číslo. Zpravidla mívají standardní strukturu:

- **Nadpis** uvádí úplný popis toho, co je v tabulce zachyceno, čeho se experimentálně či teoreticky týká, popřípadě za jakých podmínek bylo měření provedeno, hodnoty veličin, které byly konstantní, atd. **Nadpis tabulky** vždy předchází samotné tabulce.

**Příklad:**

**Tabulka 4** Spotřeby ( $V_{\text{HCl}}$ ) odměrného roztoku 0,1 M HCl ( $f = 1,0008$ ) při acidimetrické titraci roztoku NaOH

- **Záhlaví tabulky** je již součástí vlastní tabulky. Obsahuje symboly veličin, vedle nichž nebo pod nimi jsou v závorkách uvedeny odpovídající jednotky. Veličiny označujeme symboly užívanými ve fyzice a chemii ( $m$  hmotnost,  $n$  látkové množství,  $T$  termodynamická teplota,  $p$  tlak,  $E$  energie,  $V$  objem,  $d$  hustota, atd.).
- **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 následujícího příkladu.

**Příklad:**

Naměřený objem  $V = 12700 \text{ cm}^3 = 1,27 \cdot 10^4 \text{ cm}^3$ . Do hlavičky sloupce v tabulce napište  $10^4 V \text{ [cm}^3\text{]}$  a do sloupců hodnot 1,27.

- **Sloupce tabulky** obsahují naměřené údaje nebo jim odpovídající hodnoty získané výpočtem. Hodnoty uváděné v daném sloupci musí být seřazeny pod sebou, uváděny s odpovídající přesností a správným 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 objasnění významu symbolů méně běžných veličin v záhlaví tabulky a případné vysvětlivky či poznámky. Odkaz na symbol, poznámku či vysvětlivku se uvádí jako horní pravý index písmena nebo čísla u dané hodnoty anebo symbolu.

**Příklad tabulky s legendou:**

**Tabulka 25** Teploty varu některých sloučenin a jejich azeotropických směsí a složení těchto směsí za normálního tlaku (101 325 Pa)

Soustavy s maximem $t_v$					
Složky		Teploty varu [°C]			Obsah složky B v azeotropické směsi [%]
A	B	$t_v$ <sup>a)</sup>	$t_v$ <sup>b)</sup>	$t_v$ <sup>c)</sup>	
voda	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	100,0	280,0 <sup>d)</sup>	338,0	98,7
voda	HCl	100,0	-85,1	108,6	20,2
voda	HClO <sub>4</sub>	100,0	130,0	203,0	71,6 <sup>e)</sup>
chloroform	aceton	61,1	56,3	64,5	20,5
Soustavy s minimem $t_v$					
Složky		Teploty varu [°C]			Obsah složky B v azeotropické směsi [%]
A	B	$t_v$ <sup>a)</sup>	$t_v$ <sup>b)</sup>	$t_v$ <sup>c)</sup>	
voda	ethanol	100,0	78,3	78,2	95,6
voda	anilin	100,0	184,4	75,0	18,2
ethanol	CCl <sub>4</sub>	78,3	76,8	65,0	82,8
sirouhlík	aceton	48,0	56,3	39,2	33,0

*Legenda:* <sup>a)</sup> teplota varu složky **A**; <sup>b)</sup> teplota varu složky **B**; <sup>c)</sup> teplota varu azeotropické směsi;  
<sup>d)</sup> páry obsahující malý podíl SO<sub>3</sub>; <sup>e)</sup> složení odpovídající HClO<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O

### 1.3.3.3 Obrázky a grafy

**Grafy**, zpracované ve vhodném programu na PC uvádějte přímo v textu, při ručním vyhotovení je přiložte na samostatném listu milimetrového papíru. Každý graf nakreslete do uzavřeného rámečku a popište jej jako obrázek.

**Graf obsahuje následující základní prvky:**

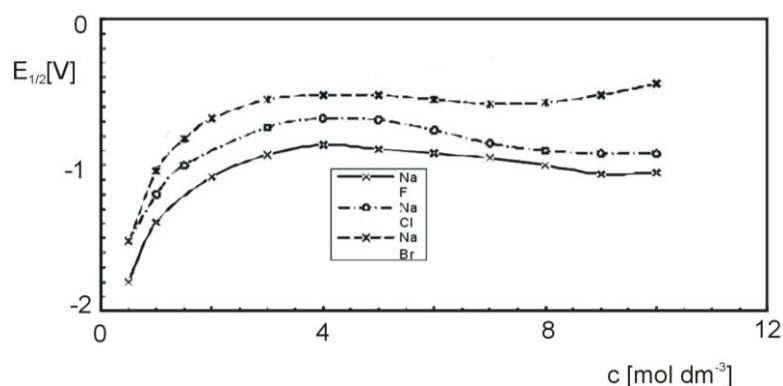
- **Popis grafu.** Popis obsahu grafu nebo obrázku se zpravidla uvádí pod obrázek, některý software však umísťuje popis obrázku nahoru. V textu se potom odkazujte např. na Obr. 2 a podobně.

**Příklad:**

**Obr. 2** Závislost indexu lomu na složení směsi aceton-toluen

- **Osy.** Na osách grafu zvolte vhodné měřítko tak, abyste dosáhli optimálního rozložení bodů na papíře, tedy maximálního využití plochy rámečku či milimetrového papíru. Osy grafu nejsou součástí ohraničujícího rámečku. V návodech pro úlohu bývá zpravidla uveden návrh velikosti měřítka na jednotlivých osách. Na osách vyznačte vhodně zvolené dělení s příslušnými číselnými hodnotami. Symboly proměnných a jednotek umístěte mezi předposlední a poslední kótu při pravém dolním a levém horním rohu rámečku, např.  $c_M$  [ $\text{mol dm}^{-3}$ ] a  $n_D^{20}$ .
- **Body a čáry.** Body v grafu vyznačte vhodnými značkami (křížky, kroužky, trojúhelníky, ...) v přiměřené velikosti. Souřadnice experimentálních bodů se do grafu nevynášejí, neboť jsou uvedeny v odpovídající tabulce. Pokud je v jednom grafu více křivek, je nutné použít pro každou křivku jiné značky bodů. Pro snadné sledování průběhu protínajících se křivek použijte různé typy čáry (plná, čárkovaná, čerchovaná, ...) nebo různé barvy. Při použití barevného značení se musí shodovat barva značek bodů s barvou odpovídající proložené křivky.
- **Prokládání křivek.** Je-li z teorie anebo zkušenosti znám průběh zobrazované závislosti, prokládejte plynulou křivku vyznačenými body, přičemž stranou ležící „ustřelené“ body se neberou v úvahu. Body mezi sebou nespojujte lomenou čarou. Vypočítané proložení, například z lineární regrese, vynášejte přesně, jak vyšlo, a nikoliv od ruky. Vypočtené body však do grafu nevynášejte. Pokud je zřejmé, že křivky musí procházet určitým bodem (například nulou u kalibračních závislostí), nebo se protínat na osách, např. křivky (g) a (l) fázových diagramů, pak i proložení musí tuto skutečnost respektovat. Nelze vynášet křivky v oblastech, kde dané závislosti nemají fyzikální smysl, například pro záporné hodnoty tlaku.
- **Legenda** se využívá v případě, že graf obsahuje více křivek a všechny popisné údaje nelze přehledně zachytit v názvu grafu. Upřesňující údaje lze doplnit tak, že křivky jsou označeny čísly a bližší vysvětlení pro jednotlivé křivky je uvedeno v legendě.

**Příklad grafu zpracovaného na PC a opatřeného legendou**

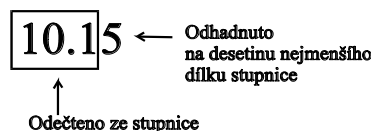


**Obr 12** Graf závislosti půlvalnového potenciálu vodných roztoků halogenidů sodíku na jejich molární koncentraci

## 1.4 Měření, chyby měření a způsoby zapisování výsledků

Měření zpravidla chápeme jako odečtení hodnoty některé fyzikální veličiny na stupnici měřidla či měřícího přístroje, doplněné odhadem posledního místa výsledku na desetiny nejmenšího dílku stupnice.

**Příklad:** Měříme délku předmětu pravítkem, jehož nejmenší dílek stupnice je 1 mm. Můžeme se pokusit odhadnout skutečnou délku s přesností 0,1 mm.



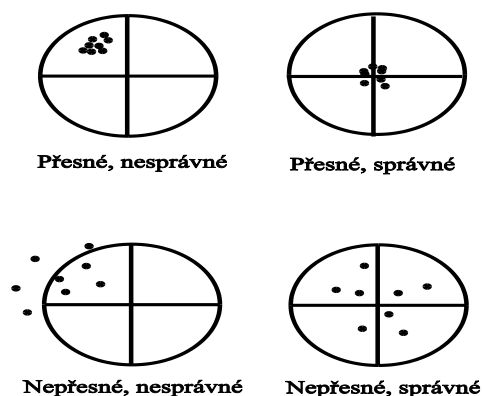
**Správný zápis** změřené hodnoty: 10,15 cm, resp. 101,5 mm

**Nesprávný zápis** (vzhledem k možné přesnosti měření): 10 cm

Jde o neoprávněné zaokrouhlování, poněvadž hodnota 10,1 cm je vzhledem k dělení stupnice zcela jistá.

Žádná hodnota získaná měřením fyzikálních veličin není obecně přesně rovna skutečné hodnotě měřené veličiny, ale je vždy zatížena určitou **odchyldou** neboli **chybou**. Je to způsobeno nedokonalostí metod měření nebo měřících přístrojů a lidských smyslů. Může to být i důsledkem okolnosti, že vnější podmínky, jež měly být stálé, se v průběhu měření postupně mění.

Podle příčin odchylek je můžeme rozdělit na **odchyldy systematické**, které ovlivňují **správnost výsledku**, a **odchyldy náhodné**, jež určují **přesnost měření**. Rozdíly mezi nimi lze ilustrovat rozdílnými výsledky střelby do terče, které jsou uvedeny na Obr. 1-4.



Obr. 1-4 Hodnocení zásahu do terče z hlediska přesnosti a správnosti

Uskupení zásahů (přesné, nesprávné) v těsné blízkosti středního zásahu (těžiště daného souboru bodů), jenž je ale vzdálen od středu terče, je důsledkem špatného seřízení mířidel a jde tedy o chybu systematickou. Naopak, uskupení náhodně rozložených zásahů ve větší vzdálenosti od středního zásahu, který ale leží blízko středu terče (nepřesné, správné), demonstruje nepřesnou střelbu při správném seřízení mířidel v důsledku náhodných chyb.

### 1.4.1 Systematické chyby a správnost měření

Při opakovaném a za stejných podmínek uskutečněném měření **systematická chyba** zkresluje správnou hodnotu měřené veličiny stále stejným způsobem. V takovém případě je potřeba pečlivě analyzovat provedení experimentu, zjistit příčiny chyby a odhadnout její velikost. Tu zjišťujeme **kalibrací**, jež spočívá v proměření zjišťované veličiny u jednoho nebo více vzorků, tzv. **standardů**, pro něž je hodnota veličiny spolehlivě známa. Na základě zjištěných systematických odchylek potom provádíme **korekci** výsledků ostatních měření. Jako příklad lze uvést kalibraci kapalinových teploměrů, kterou provádíme minimálně na primární pevné teplotní body při teplotě tání ledu (0 °C) a teplotě varu vody (100 °C při 101 325 Pa atmosférického tlaku). Při větším rozsahu stupnice teploměru je můžeme doplnit i o vhodně zvolené sekundární teplotní body, např. trojný bod kyseliny benzoové (122,36 °C) či teplotu tání cínu (231,9 °C). Správný odhad velikosti systematické chyby

dovoluje posoudit, nakolik je chyba významná a zda ji, vzhledem k přesnosti daného měření, nelze případně zanedbat.

- Systematické chyby můžeme podrobněji klasifikovat podle jejich původu na chyby
- způsobené nepřesností měřidel,
  - chyby metody
  - chyby pozorovatele.
- **Systematické chyby měřidel** se mohou projevit např. v důsledku nedodržení určitých výrobních tolerancí nebo změny odezvy měřicího čidla oproti původní kalibraci výrobku, atd. Výše uvedená systematická chyba měření teploty kapalinovým teploměrem může být třeba podmíněná nestejným průřezem kapiláry, v níž kapalina při zahřátí expanduje, nebo malým posunem stupnice teploměru vůči kapiláře. U měřicích přístrojů opatřených stupnicí výrobce zpravidla udává maximální možnou chybu. Není-li uvedena, považujeme ji za rovnou nejmenšímu dílku na stupnici, případně jeho polovině.
  - **Systematické chyby použité metody** jsou vázány na nedokonalosti zvoleného způsobu měření, neadekvátní zjednodušení postupu měření apod. Nerespektujeme-li např. při vážení objemných a lehkých předmětů na vzduchu rozdílný vztlak působící na předmět a na závaží, zjišťujeme pouze zdánlivou hmotnost. Ta je při hustotě váženého předmětu  $\sim 1 \text{ g cm}^{-3}$  cca o 0,1 % menší než jeho hmotnost skutečná. Při přesných váženích je proto nezbytné provést korekci na vztlak vzduchu, která se provádí početní redukcí výsledků vážení na vakuum.
  - **Systematické chyby pozorovatele** jsou způsobeny obecnou nedokonalostí lidských smyslů, ale negativně se mohou projevit i individuální poruchy smyslového vnímání. První případ lze demonstrovat na zkrácení měření časového intervalu za použití elektronických stopek, jež měří s přesností  $1 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^{-3} \text{ s}$ . Výsledky jsou ovšem zatíženy kladnou systematickou chybou cca  $3 \cdot 10^{-1} \text{ s}$ , která odpovídá průměrné reakční době na zrakový vjem. Individuální porucha vnímání barev se může projevit např. v systematicky chybném určení spotřeby titračního roztoku v důsledku neschopnosti přesného vizuálního určení ekvivalentního bodu provázeného barevnou změnou. Mezi typické chyby pozorovatele můžeme zařadit rovněž chybné odečítání hodnot na stupnici v důsledku **úkosu** neboli **paralaxy**. Dokonalejší analogové měřicí přístroje se ji snažily eliminovat umístěním zrcátka vedle stupnice. Pokud byla ručka přístroje v zákrytu se svým obrazem v zrcátku, byla chyba z paralaxy vyloučena.

## 1.4.2 Náhodné chyby a přesnost měření

I v případě, že vliv systematických chyb bude korigován, budeme-li za stejných podmínek opakovaně měřit tutéž veličinu, výsledky jednotlivých měření se budou poněkud lišit. Takové odchylky od správné hodnoty označujeme jako **náhodné chyby**. Jsou způsobeny množstvím vlivů, které neumíme přesně popsat a ani neznáme jejich příčiny. Při velkém počtu opakovaných měření však vykazují statistické zákonitosti, jež lze použít k odhadu vlivu náhodných chyb na **přesnost měření**.

Platí-li pro velký počet měření tzv. **Gaussovo normální rozdělení** hodnot měřené veličiny, je nejpravděpodobnější hodnotou měřené veličiny **aritmetický průměr**  $\bar{x}$  výsledků měření.

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} \quad (1)$$

kde  $n$  je počet měření a  $x_i$  jsou jednotlivé výsledky.

Rozptyl hodnot  $x_i$  potom charakterizuje **směrodatná odchylka aritmetického průměru**  $s$ , kterou lze odhadnout ze vztahu

$$s = \pm \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \quad (2)$$

Konkrétně udává, že při náhodném rozdělení chyb leží 68,3 % všech naměřených hodnot  $x_i$  v rozmezí  $\pm s$  okolo aritmetického středu. Konečný výsledek potom zapisujeme ve tvaru

$$x = \bar{x} \pm s \quad (3)$$

### 1.4.3 Absolutní a relativní chyba měření

Předpokládejme, že uvedená délka 10,15 cm je ověřena měřením mikrometrem a je tedy skutečně správná. Vzhledem k tomu, že setiny cm jsme ale pouze odhadovali, získáme při více měřeních řadu blízkých hodnot, např. v rozmezí 10,13 až 10,17 cm.

- **Absolutní chyba** jednotlivých měření je potom rozdíl mezi délkou změřenou  $x_i$  a délkou správnou  $x$ ,

$$\Delta_{\text{abs.}} = x_i - x \text{ [cm]}, \text{ a má proto rozměr měřené veličiny.}$$

- **Relativní chyba** je dána vztahem  $\Delta_{\text{rel.}} = \frac{\Delta_{\text{abs.}}}{x} \cdot 100 \text{ [%]}$  a vyjadřujeme ji v procentech.

Pokud ji vztáhneme k aritmetickému průměru  $\bar{x}$ , jedná se o relativní chybu průměru.

### 1.4.4 Zápis výsledků měření

Jak jsme uvedli již v úvodu, ve výsledku zpravidla uvádíme o jedno desetinné místo více, než je počet míst se zaručenou přesností. Hodnoty, které byly získány měřením, nelze zaokrouhlovat. Jsou-li mezi získanými výsledky řádové rozdíly, je výhodné zapsat ve smíšeném tvaru, v němž jsou vlastní číselná hodnota veličiny a její řádová velikost od sebe odděleny. Vlastní číselnou hodnotu zapisujeme tak, aby před desetinnou čárkou ležela pouze jedna platná číslice, např.  $589 \text{ nm} = 5,89 \cdot 10^{-7} \text{ m}$ .

Výsledek, který se od ostatních výrazně liší, označujeme jako **odlehlý**. Je důsledkem nějaké **hrubé chyby** při měření, a proto je třeba jej ze souboru naměřených hodnot vyloučit před započítáním jejich dalšího vyhodnocování.

### 1.4.5 Počet platných číslic a zaokrouhlení výsledku

- Za platné číslice se považují všechny číslice čísla odečteného ze stupnice, včetně posledního odhadnutého místa. Každá číslice různá od nuly je platnou číslicí. Nula je platnou číslicí pouze tehdy, stojí-li uprostřed nebo na konci číselného zápisu. Proto nuly mezi desetinnou čárkou a první nenulovou číslicí nejsou platné číslice, např. u zápisu  $10,15 \text{ cm} = 0,1015 \text{ m} = 0,0001015 \text{ km}$  má každé číslo 4 platné číslice.
- Nuly za nenulovými číslicemi ve výsledku vyjádřeném desetinným číslem naopak jsou platnými číslicemi, např.  $10,00 \text{ cm} = 0,1000 \text{ m}$ . Jestliže však číslo neobsahuje desetinnou čárku, potom nuly na konci výsledku mohou, ale nemusí, být platnými číslicemi. To záleží na přesnosti měření. Pro jednoznačnost proto užíváme zápis ve smíšeném tvaru.
- Naměřené výsledky obvykle dosazujeme do různých vztahů a výpočtem získáváme velikost odvozených veličin. Počet platných číslic u výsledků by obecně neměl být větší, než je počet platných číslic vstupních dat. Proto po provedení násobení či dělení má výsledek vždy tolik platných číslic, jako má číslo s nejmenším počtem platných číslic. Výsledek je tedy zapotřebí na správný počet platných míst zaokrouhlit. Správný postup demonstrují následující příklady zaokrouhlení různých čísel na tři platné číslice.

$$6764 \div 6760 \quad 321,5 \div 322 \quad 0,004588 \div 0,00459 \quad 100456 \div 100000 \quad 0,04997 \div 0,0500$$

- Výhody zápisu vstupních dat ve smíšeném tvaru při určení počtu platných číslic výsledku jsou zřejmé z následujícího příkladu.

Máme určit počet molů ze stavové rovnice pro ideální plyn,  $pV = nRT$ , jestliže

$$\begin{aligned} p &= 748 \text{ Torr} = 99,7 \cdot 10^3 \text{ Pa} \\ V &= 1254 \text{ cm}^3 = 1,254 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3 \\ t &= 25 \text{ }^\circ\text{C} \Rightarrow T = 298 \text{ K} \\ R &= 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{počet platných míst: } &3 \\ \text{počet platných míst: } &4 \\ \text{počet platných míst: } &3 \\ \text{počet platných míst: } &4 \end{aligned}$$

Přesný výpočet ze vztahu  $n = pV/RT$  vede k výsledku  $n = 5,04622 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$ . Po zaokrouhlení na 3 platná místa dostáváme  $n = 5,05 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$ .