



**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE**  

---

**FAKULTA BIOMEDICÍNSKÉHO INŽENÝRSTVÍ**  
**Katedra biomedicínské techniky**

**Nejistoty měření acidobazické titrace**  
**Measurement uncertainty of acid–base titration**

Bakalářská práce

Studijní program:	Biomedicínská a klinická technika
Studijní obor:	Biomedicínský technik
Autor práce:	Lucie Durdisová
Vedoucí práce:	Ing. Zuzana Fílová

Katedra biomedicínské techniky

Akademický rok: 2017/2018

## Z a d á n í   b a k a l á ř s k é   p r á c e

Student:           **Lucie Durdisová**  
Obor:               Biomedicínský technik  
Téma:               **Nejistota měření acidobazické titrace**  
Téma anglicky:    Measurement uncertainty of acid-base titration

### Z á s a d y   p r o   v y p r a c o v á n í :

Navrhněte a ověřte metodiku určování standardních nejistot měření pro metody acidobazické titrace vodných roztoků. Realizujte sérii experimentů a určete standardní nejistoty měření. Kvantifikujte a diskutujte jednotlivé složky nejistot měření. Na základě získaných zkušeností a experimentálních dat určete klíčová místa pro zlepšení přesnosti metody. Do stávajícího postupu acidobazické titrace zapracujte kroky, které povedou ke zlepšení přesnosti metody.

### Seznam odborné literatury:

- [1] ECKSCHLAGER, Karel, Chemometrie, ed. 1. vydání, Praha : Univerzita Karlova, 1991, 156 s.  
[2] Ludvík, V., Nejistoty měření, přesnost měření, správnost měření a otázky spojené se vzájemnou porovnatelností výsledků měření a s prohlášením o shodě s technickými specifikacemi, ed. 1, ÚNMZ, 2005, 69 s., Sborníky technické harmonizace

Zadání platné do:   20.09.2019  
Vedoucí:            Ing. Zuzana Fílová  
Konzultant:        Mgr. Iveta Horáčková

.....  
vedoucí katedry / pracoviště

.....  
děkan

V Kladně dne 19.02.2018

## **PROHLÁŠENÍ**

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci s názvem „Nejistoty měření acidobazické titrace“ vypracovala samostatně a použila k tomu úplný výčet citací použitých pramenů, které uvádím v seznamu přiloženém k bakalářské práci.

Nemám závažný důvod proti užití tohoto školního díla ve smyslu §60 Zákona č.121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon).

V Kladně 18. 5. 2018

.....

Lucie Durdisová

## **PODĚKOVÁNÍ**

Rád/a bych poděkovala své vedoucí bakalářské práce paní inženýrce Zuzaně Fílové za skvělé vedení, dohled a veškerou další pomoc, která byla tolik potřebná a důležitá při vypracovávání výsledné bakalářské práce.

## **ABSTRAKT**

### **Nejistoty měření acidobazické titrace**

Obsahem této práce je stanovení standardních nejistot acidobazické titrace a jejich ověření v praxi. Teoretická část se zabývá pojmem standardní nejistoty měření jako takovým, jejich typy a zastoupení při měření. Dále se zabývá správným postupem pro měření acidobazické titrace a podmínkami měření, které jsou důležité a ovlivňují výsledné měření, a tedy i nejistoty experimentu.

Praktická část je pak zaměřená na sérii experimentálních měření, jejich statistické vyhodnocení včetně výpočtu standardních nejistot měření a nalezení nejvhodnějších bodů pro zlepšení experimentu.

### **Klíčová slova**

Standardní nejistoty měření, titrace, acidobazická titrace,

## **ABSTRACT**

### **Measurement uncertainty of acid–base titration**

The aim of this thesis is the determination of uncertainties of the acid-base titration and its verification in practice. A theoretical part deals with uncertainties, their types, the ways of their determination and their influence on measurement. This part also describes right measurement procedure, of acid-base titration and its conditions, important for result of this procedure

The experiment part contains of series of measurements, their statistical processing, evaluation and following adjustment of procedure.

### **Keywords**

Uncertainty, titration, acid–base titration

# Obsah

<b>Obsah .....</b>	<b>7</b>
<b>Seznam symbolů a zkratek.....</b>	<b>8</b>
<b>1 Úvod .....</b>	<b>9</b>
1.1 Cíle práce.....	9
<b>2 Přehled současného stavu.....</b>	<b>11</b>
2.1 Titrace.....	11
2.2 Acidobazická titrace .....	12
2.2.1 Indikátory .....	12
2.3 Chyby měření .....	14
2.4 Nejistoty měření .....	14
2.5 Typy nejistot měření.....	15
2.6 Stanovení nejistot .....	16
2.6.1 Stanovení standardní nejistoty typu A.....	16
2.6.2 Stanovení standardní nejistoty typu B.....	16
2.6.3 Stanovení rozšířených nejistot.....	16
2.6.4 Stanovení relativní standardní nejistoty (RSD).....	17
2.7 Nejistoty v biochemii .....	17
<b>3 Praktická část.....</b>	<b>19</b>
3.1 Příprava roztoků .....	20
3.2 Postup měření.....	21
3.2.1 Pomůcky a chemikálie.....	22
3.3 Použité chemické nádoby.....	22
3.4 Kalibrace vah.....	23
3.4.1 Analytické váhy .....	23
3.4.2 Klasické váhy .....	23
3.5 Závislost roztažnosti roztoku na teplotě.....	23
3.6 Nejistota molární hmotnosti standardu .....	24
<b>4 Výsledky.....</b>	<b>25</b>
4.1 I. série měření ((COOH) <sub>2</sub> , NaOH, HCl, byreta 25 ml v rozsahu 0-10 ml)....	25
4.2 II. série měření ((COOH) <sub>2</sub> , KOH, HCl, byreta 25 ml v rozsahu 10-20 ml) ...	31
4.3 III. série měření ((COOH) <sub>2</sub> , KOH, HCl, byreta 10 ml v rozsahu 0–10 ml) ...	35
4.4 Presentace výsledků .....	40
<b>5 Diskuze.....</b>	<b>42</b>
<b>6 Závěr .....</b>	<b>44</b>
<b>Seznam zdrojů.....</b>	<b>45</b>
<b>Seznam tabulek .....</b>	<b>46</b>
<b>Příloha A: Postup měření.....</b>	<b>47</b>
<b>Příloha B: Obsah přiloženého CD.....</b>	<b>48</b>

## Seznam symbolů a zkratk

### *Seznam symbolů*

Symbol	Význam
HCl	Kyselina chlorovodíková
BOH	Obečný vzorec hydroxidu
NaOH	Hydroxid sodný
KOH	Hydroxid draselný
(COOH) <sub>2</sub>	Kyselina šťavelová
0,1M	Desetinomolární roztok, roztok o koncentraci $c = 0,1 \text{ mol/l}$
0,05M	Roztok o koncentraci $c = 0,05 \text{ mol/l}$
H <sub>2</sub> In	Fenolftalein v kyselém prostředí (bezbarvý)
In <sup>2-</sup>	Fenolftalein v zásaditém prostředí (růžovo-fialový)

### *Seznam zkratk*

Zkratka	Význam
RSD	Relativní standardní nejistota



# 1 Úvod

Jakékoliv měření, které provádíme, je vždy zatíženo určitou chybou. Původní koncepce chyb měření byla nahrazena teorií nejistot měření, významově se však jedná o pojmy, kde jeden vychází z druhého a jsou si tedy významově podobné. Nejistoty mohou být odstranitelné, způsobené například špatným pracovním postupem, nebo stálé, které se u měření vyskytují v určité míře vždy. Existuje několik typů nejistot měření, které mohou být způsobeny a ovlivněny hned několika faktory. Mezi tyto faktory můžeme zahrnout například použité metody a nástroje/přístroje, fyzikální jevy jako teplota a tlak a také samotný lidský faktor při provádění měření a popřípadě odečítání hodnot. Mělo by být obecným cílem provádět měření tak, abychom dospěli k co nejmenší nejistotě, a pokusili se odstranit všechny chyby, které odstranit jdou.

Celý pracovní postup v analytické chemii, který zahrnuje i všechny nezbytné pomocné operace je velmi náročný na určení nejistoty měření především proto, že nelze jednoduše stanovit jednotlivé kroky a jejich vliv na výsledné hodnotě nejistoty. Nelze tedy vždy určit jednotlivé standardní nejistoty a následně z nich vyplývající nejistotu celého pracovního postupu, celé chemické metody.

Titrace je chemický postup, kde je možno dobře specifikovat a kvantifikovat všechny faktory přispívající do nejistoty tohoto měření a určit standardní nejistoty jednotlivých kroků celého postupu. Mezi tyto faktory patří přesnost chemického nádobí a jeho správné doplnění po rysku – jedná se především o použité odměrné baňky, pipety a byrety, rozdílná teplota, na kterou je standardizované použité chemické nádobí, teplota místnosti, ve které se měří a teplota použitých roztoků, přesné navážení látek použitých pro přípravu roztoků a lidský faktor, který se uplatňuje ve všech fázích procesu titrace, jak v manuálních, tak i v početních.

V praktické části své práce budu stanovovat rozšířenou nejistotu měření acidobazické titrace vodných roztoků se subjektivní indikací bodu ekvivalence pomocí acidobazického indikátoru. Bude naplánována a provedena série experimentů, která pokryje celý proces acidobazické titrace. Ze získaných experimentálních dat budou určeny dílčí standardní nejistoty jednotlivých kroků a operací a standardní nejistota celková. Na základě získaných dat budou určena klíčová místa pro zlepšení celého procesu titrace a pro snížení výsledné hodnoty rozšířené nejistoty acidobazické titrace

## 1.1 Cíle práce

Cílem této práce je navrhnout a ověřit metodiku určování standardních nejistot měření pro metody acidobazické titrace vodných roztoků se subjektivní indikací bodu ekvivalence pomocí acidobazického indikátoru a tyto pak ověřit prakticky. Na základě výsledného statistického zpracování budou určena místa pro zlepšení výsledků acidobazické titrace.

Významnou součástí navržení metodiky bude na základě nastudování odborných zdrojů pro teoretický základ rozdělení celého postupu titrace na jednotlivé kroky a určení, které zdroje jednotlivých nejistot se v nich objevují. Toto rozfázování postupu je důležité pro určení klíčových míst pro zlepšení přesnosti metody.

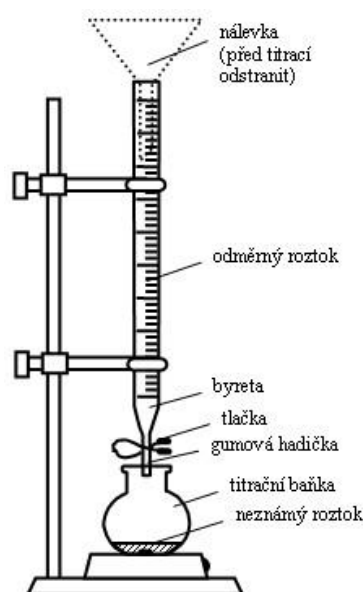
Dále bude probíhat realizace prvotní série měření, určení standardních nejistot jednotlivých bodů postupu a jejich následné zpracování, včetně určení výsledné standardní nejistoty celého postupu. Následně budou výsledky diskutovány a na základě získaných zkušeností budou určena klíčová místa pro zlepšení přesnosti metody. Poté bude navržen ověřovací experiment, ve kterém bude optimalizován postup v klíčových bodech, aby bylo docíleno co nejlepších výsledků, a co nejvíce se snížila nejistota měření tam, kde je to možné.

Následně bude opět celý proces diskutován a případně budou navrhnuty další změny. Výsledkem pak bude upravený postup titrace, včetně doporučení na použití chemického nádobí.

## 2 Přehled současného stavu

### 2.1 Titrace

Titrace je proces, při kterém se stanovuje přesná koncentrace jedné látky na základě známé přesné koncentrace látky jiné. Při tomto procesu se z byrety přidává roztok o známé koncentraci do titrační baňky, ve které se nachází roztok o koncentraci neznámé. Za stálého míchání se oba roztoky mísí v titrační baňce. Bod ekvivalence nastává právě tehdy, když je látkové množství přidávané látky (titrantu) ekvivalentní látkovému množství látky měřené. Titrační aparatura používaná při tomto procesu je zobrazena na obrázku 2.1[6]



Obrázek 2.1 - Titrační aparatura [6]

Titrace patří mezi klasické metody analytické chemie. V současné době se používá např. ve farmacii nebo medicíně pro měření hladiny glukózy pro pacienty s diabetem. V potravinářském průmyslu se setkáme s využitím titrace například u stanovení množství nasycených a nenasycených mastných kyselin a dále u získávání složení různých výrobků, převážně koncentrací solí, cukru a vitamínů v potravinách. [1]

Existuje několik druhů titrace podle chemické reakce, která při nich probíhá. Nejrozšířenější a neznámější je pravděpodobně **neutralizační (acidobazická)** titrace, při které využíváme změny pH titrovaného roztoku. Dalším typem je **srážecí** titrace. Při té dochází ke vzniku sraženiny (málo rozpustné sloučeniny) a je založena na měření objemu, mezi nejznámější srážecí titrace patří argentometrická a merkurimetrická titrace. Při **oxidačně-redukční** titraci se využívá výměny elektronů mezi stanovovanou látkou a odměrným roztokem, a tedy změny oxidačních čísel obou látek, neboť právě k tomu dochází při oxidačně-redukčním ději. Jedná se například o manganometrii, bromatometrii či titanometrii. [8]

## 2.2 Acidobazická titrace

Neutralizační neboli acidobazická titrace patří mezi proteolytické reakce, při které je důležitá síla použité kyseliny a zásady. Při použití vodných roztoků se dá tento děj jednoduše napsat pomocí reakce oxoniových kationtů a hydroxidových aniontů, respektive se jedná o reakci vodíkového kationtu s daným aniontem. Vše je znázorněné v rovnicích (1) a (2). [1]



Cílem daného měření je stanovení bodu ekvivalence, čehož dosáhneme přidáním určitého množství odměrného roztoku ke stanovované látce. Následně můžeme ze spotřebovaných objemů vypočítat koncentraci neznámé látky. Acidobazická titrace se dá rozdělit podle přidávané látky (odměrného roztoku). Jeli odměrným roztokem alkalický hydroxid, jedná se o alkalimetrii. Nejčastěji se používají roztoky hydroxidu draselného a sodného. V případě, že do neznámé látky přidáváme kyselinu, mluvíme o acidimetrii, zde se nejčastěji jedná o roztoky silných kyselin jako jsou kyselina chlorovodíková, sírová či chloristá. [1]

Dále můžeme neutralizační titraci rozdělit podle síly použitých roztoků. Tím se mění samotné pH a jeho dosažená hodnota v bodě ekvivalence. Průběh titrace, a tedy změny pH v závislosti na objemu přidávaného roztoku nazýváme titrační křivkou. Prakticky rozlišujeme čtyři druhy neutralizační titrace v závislosti na použitých látkách a to: [9]

- titrace silné kyseliny se slabou zásadou
- titrace silné kyseliny se silnou zásadou
- titrace slabé kyseliny se slabou zásadou
- titrace slabé kyseliny se silnou zásadou

### 2.2.1 Indikátory

Acidobazické indikátory jsou většinou organické zásady nebo kyseliny, které mají rozdílnou barvu v disociované a nedisociované formě, což znamená, že u nich dochází se změnou pH ke změně zbarvení. [9]

Pro různé typy titrací se volí různé acidobazické indikátory tak, aby určení bodu ekvivalence bylo co nejpreciznější, neboť každý acidobazický indikátor má rozdílné hodnoty pH, při kterých dochází k jeho barevné změně. Proto je důležité zvolit správný indikátor, který vystihne bod ekvivalence, jinými slovy, pro něhož se hodnota ekvivalence nachází blízko hodnotě pH, při které mění barvu. Tento typ indikace bodu ekvivalence patří mezi subjektivní metody (každý z nás má jinak citlivé oči a vnímání barev). Pro člověka je změna zabarvení patrná zhruba v rozmezí přeměny 10 % - 90 % jedné formy v druhou. Daný rozsah je nezávislý na koncentraci indikátoru. Na obrázku 2.2 je vidět tabulka nejběžnějších indikátorů. [9]

název	rozsah přechodu, pH	pKa	barevný přechod	typ indikátoru *
<i>thymolová modř</i>	1,2 - 2,8	1,68	červená - žlutá	1
	8,0 - 9,6	8,9	žlutá - modrá	1
<i>methylová žlut'</i>	2,9 - 4,0		červená - žlutá	2
<i>methylová oranž</i>	3,1 - 4,4	3,46	červená - oranžová	2
<i>bromkresolová zeleň</i>	3,8 - 5,4	4,66	žlutá - modrá	1
<i>methylová červeň</i>	4,2 - 6,3	5	červená - žlutá	2
<i>bromfenolová červeň</i>	5,2 - 6,8	6,12	žlutá - fialová	1
<i>bromthymolová modř</i>	6,2 - 7,6	7,1	žlutá - modrá	1
<i>fenolová červeň</i>	6,8 - 8,4	7,81	žlutá - červená	1
<i>kresolová modř</i>	7,6 - 9,2		žlutá - fialová	1
<i>fenolftalein</i>	8,3 - 10,0		bezbarvá - červená	1
<i>thymolftalein</i>	9,3 - 10,5		bezbarvá - modrá	1
<i>alizarinová žlut' GG</i>	10,0 - 12,0		bezbarvá - žlutá	2

\* (1) kyselý typ:  $HIn + H_2O \leftrightarrow H_3O^+ + In^-$

(2) bazický typ:  $In + H_2O \leftrightarrow InH^+ + OH^-$

Obrázek 1.2 - Tabulka nejběžnějších indikátorů [9]

Stejně jako jiná měření je i acidobazická titrace vždy zatížena jistou chybou, kterou se snažíme co nejvíce eliminovat, snížit výslednou nejistotu celého měření a tím zúžit interval spolehlivosti výsledné hodnoty hledané veličiny. Pro stanovení celkové nejistoty měření je třeba se zaměřit na nejistoty jednotlivých fází titračního postupu a na nejistoty měření, které jsou určeny třídou přesnosti použitého chemického nádobí, čistotou chemikálií a třídou přesnosti použitého přístrojového vybavení (váhy, pH metr při potenciometrické titraci atd.). Tyto jednotlivé dílčí chyby pak přispívají k celkové nejistotě měření a podle jejich charakteru je můžeme nebo nemůžeme zmírnit či úplně odstranit. [2]

## 2.3 Chyby měření

Chyby měření lze rozdělit na tři typy, podle způsobu vzniku: [7]

- hrubé chyby (omyly)
- nahodilé chyby (náhodné)
- soustavné chyby (systematické)

K omylům dochází převážně z důvodu poruchy přístroje, nepozornosti či špatně zvolenou měřicí metodou. Tyto chyby nelze jednoduše korigovat, proto je pro jejich odstranění nutné opakovat měření. [7]

Nahodilé chyby sice vznikají z neznámé příčiny, ale jsou odstranitelné, a to převážně rozšířením počtu měření. Tyto chyby způsobují různou hodnotu při opakování experimentu a lze je tedy odstranit statisticky, navýšením počtu pokusů. Dalším možným krokem je upravení postupu měření. [7]

Systematické chyby jsou stejné při jakémkoliv počtu měření a jsou tedy na tomto počtu nezávislé. Přesto jsou u nich, na rozdíl od chyb náhodných, ve většině případů známy příčiny, a tak lze změnou příčiny zmírnit danou soustavnou chybu. Mezi hlavní příčiny patří vliv teploty, spotřeba přístroje či dalších vnějších fyzikálních jevů. [7]

Další dělení chyb je možné z pohledu matematického vyjádření. Jedná se o chybu **absolutní**, která je daná jako rozdíl naměřené hodnoty a přesné (pravé) hodnoty, a chybu **relativní**, ta se určuje jako podíl absolutní chyby a naměřené hodnoty a většinou se uvádí v procentech. Absolutní chybou vyhodnocujeme použitý měřicí přístroj, kdežto relativní chybou hodnotíme samotnou zvolenou metodu. [10]

Nakonec podle zdrojů chyb je lze rozdělit na chyby **objektivní**, které jsou způsobeny například zvolenou metodou či špatným přístrojem, špatným materiálem, a chyby **subjektivní**, které způsobuje obsluha daných přístrojů a jedná se tedy například o chyby odečítání hodnot na analogových přístrojích či odečítání hodnoty objemu v nádobě. [10]

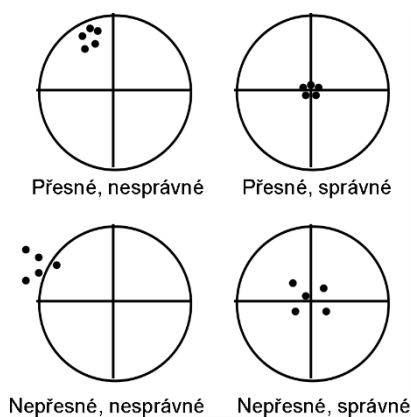
## 2.4 Nejistoty měření

Poprvé se pojem nejistota měření objevil v osmdesátých letech minulého století, kdy nahradil původní pojem chyba měření. Mezinárodní úřad pro váhy a míry byl tehdy spolu s dalšími národními metrologickými instituty pověřen k vytvoření mezinárodního standardu pro vyjadřování nejistot. Dalším krokem bylo v roce 1990 vydání dokumentu Západoevropského kalibračního sdružení WECC č. 19, který určoval pravidla pro přijímání norem. Dnes je pro metrologii v ČR důležitá směrnice *Guide to the expression of uncertainty in measurement*, vydaná v roce 1993 mezinárodními metrologickými orgány a přeložena do češtiny v roce 2012 jako *Sborník technické harmonizace – Návod pro vyjádření nejistot (GUM)*.

Nejistotou měření rozumíme určitý interval přesnosti, který udává, kde se s určitou pravděpodobností nalézá výsledná hledaná hodnota. Tento interval může být částečně ovlivněn zvolenou metodou, přístrojem či nástrojem. [10]

Výsledky, které hledáme by měly být co nejvíce přesné, a tedy co nejméně zatížené chybou, je však jistý rozdíl mezi přesností a správností. Při sérii několika měření můžeme mít výsledky přesné (ležící v určitém intervalu přesnosti – blízko sebe) avšak nesprávné, neboť se nacházejí mimo interval správnosti – daleko od hledané (očekávané) hodnoty. Nebo naopak může jít o hodnoty správné (nacházejí se kolem hledané hodnoty), ale nejde o přesné měření (hodnoty jsou daleko od sebe). [10]

Vztah mezi přesností a správností měření můžeme vidět na obrázku 2.3. [10]



Obrázek 2.3 - Vztah přesnosti a správnosti [10]

## 2.5 Typy nejistot měření

Nejistoty měření rozdělujeme na několik typů podle jejich vzniku a z toho vyplývající odstranitelnosti. Prvním typem jsou **nejistoty typu A**, které spadají do náhodných chyb. Tento typ nejistoty lze odstranit statistickým zpřesněním měření, tedy provedením opakované série měření, kdy hodnota této nejistoty pak klesá se zvyšujícím se počtem opakujících se měření. Další typ **nejistota typu B** patří mezi systematické nejistoty a označuje se jako chyba přístroje/prostředí/nástrojů. K její odstranění dochází například po změně těchto podmínek, počet měření na ní však nemá žádný vliv, z čehož je patrné, že se tento typ nejistoty neurčuje tak jednoduše a jeho odstranění není vždy snadné. Nejistoty tohoto typu lze získat z kalibrací, z referenčních údajů přístrojů či z předchozí série měření (zkušenost). [7]

Dále můžeme získat **rozšířenou nejistotu typu C** jako odmocninu součtu čtverců předchozích dvou nejistot, tu lze dále použít pro výpočet **rozšířené nejistoty měření U**, kterou získáme přenásobíme-li rozšířenou nejistotu koeficientem rozšíření, který se ve většině případů (při Gausově rozdělení měřené veličiny) rovná 2, pro rozšířenou nejistotu s pravděpodobností pokrytí 95 %. [7]

Pro výpočty je vhodné použít relativní standardní nejistotu (RSD), neboť je vhodnější pro prezentaci výsledků, protože zahrnuje i velikost výsledné veličiny k nejistotě příslušící. [7]

## 2.6 Stanovení nejistot

Metody pro stanovení jednotlivých typů nejistot se budou lišit právě podle zdrojů nejistot a z nich vyplývajících možností zmírnění nejistoty a zpřesnění výsledků.

### 2.6.1 Stanovení standardní nejistoty typu A

Vzorec pro výpočet standardní nejistoty typu A,

$$u_A = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (3)$$

kde  $u_A$  je hledaná nejistota,  $n$  počet měření,  $x_i$  hodnota měřené veličiny jednotlivých měření a  $\bar{x}$  je aritmetický průměr všech měření vypočítaný podle vzorce: [7]

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (4)$$

Tento výpočet standardní nejistoty typu A lze použít pro  $n > 10$  neboť pro méně hodnot je tato metoda méně spolehlivá. Ideálním počtem je deset opakování měření, protože při navyšování počtu nedochází k příliš zásadnímu zlepšení, tedy při zdvojnásobení počtu měření rozhodně nedojde ke dvojnásobnému zpřesnění výsledku. [11]

### 2.6.2 Stanovení standardní nejistoty typu B

Standardní nejistotu typu B je potřeba stanovit na základě jiných než statistických výsledků, jak bylo řečeno výše. Využívá se proto doporučení výrobců, příruček a vlastního úsudku a rozumu. Standardní nejistotu typu B může ovlivnit hned několik vlivů, kdy mezi nejčastější patří nepřesnosti měřících přístrojů a pomůcek, měřících metod, výpočtových vztahů, a hlavně podmínek měření, kdy je ve hře hned několik fyzikálních jevů v čele s teplotou, objemem a tlakem.

Vzorec pro výpočet standardní nejistoty typu B,

$$u_B = \frac{\Delta}{k} \quad (5)$$

kde  $u_B$  je hledaná nejistota,  $\Delta$  interval, ve kterém se skutečná hodnota „musí téměř jistě“ nacházet a  $k$  je koeficient pro předpokládané rozdělení pravděpodobnosti měřené veličiny. [7]

### 2.6.3 Stanovení rozšířených nejistot

Vzorec pro výpočet celkové nejistoty typu C:

$$u_C = \sqrt{u_A^2 + u_B^2} \quad (6)$$

Vzorec pro výpočet rozšířené nejistoty měření U,

$$U = u_C \cdot k \quad (7)$$



kde  $k$  je koeficient rozšíření zmíněný výše, který se při předpokládaném normálním rozdělení pohybuje v hodnotách 1,96 (pro 95% pravděpodobnost) až 3 (pro 99,73% pravděpodobnost). [7]

#### 2.6.4 Stanovení relativní standardní nejistoty (RSD)

Vzorec pro výpočet relativní standardní nejistoty,

$$RSD = \frac{u}{V} \quad (8)$$

kde  $u$  je hodnota nejistoty dané veličiny a  $V$  je hodnota dané veličiny.

## 2.7 Nejistoty v biochemii

V analytické chemii ovlivňuje výsledky měření převážně zvolený postup měření, zvolené pomůcky, přesně odečtení hodnoty a zvolené chemikálie. Dalšími vlivy mohou být fyzikální veličiny jako teplota a tlak. [9]

Standardní nejistota celého chemického postupu je kombinovaným výsledkem standardních nejistot jednotlivých kroků procesu, které jsou ne vždy přesně určitelné. Pro určení výsledné nejistoty je potřeba specifikovat měřenou veličinu, pracovní rozsah měření a požadovanou nejistotu. Dále vybrat vhodnou metodu včetně určitého postupu, výpočtů a podmínek měření. Důležité je také validace vybrané metody, tj. prokázání její vhodnosti pro potřebný účel a prokázání celistvosti metody, tedy že metoda zahrnuje vše, co může významně ovlivnit výsledek. [12]

V klinických laboratořích dochází nejčastěji k těmto dílčím nejistotám: [13]

- dlouhodobá přesnost
- systematická odchylka a výtěžnost
- nejistota vychýlení a výtěžnosti
- nejistoty hodnot kalibrátorů
- nejistoty certifikovaných referenčních materiálů

Reprodukovatelnost (dlouhodobá přesnost) měření je základem odhadu nejistoty měření. Jedná se o hodnotu vycházející z dat vnitřní kontroly pro celou chemickou laboratoř. Její mírou je relativní směrodatná odchylka uváděná v procentech, tato hodnota není stejná pro všechny laboratoře a všechny metody. [13]

Systematická odchylka (vychýlení, bias) se určuje na základě experimentu, jedná se o rozdíl mezi průměrným výsledkem a referenční hodnotou. Kritické je vhodné zvolení referenčního materiálu, který musí mít určenou danou referenční hodnotu a příslušnou nejistotu s ní spojenou. Průměrný výsledek měření vychází z provedení série měření, kdy se jedna série skládá z minimálně deseti hodnot měřených vzorků. Hodnota výtěžnosti je poměrem stejných čísel a často se hodí pro vyjádření nejistoty lépe než hodnota systematické odchylky. [13]

Obě tyto hodnoty jsou samy zatíženy určitou nejistotou, kterou je třeba zahrnout. Hodnota nejistoty příslušné k referenční veličině je uváděna v certifikátu, nejistota

průměru je dána opakovatelností měření. Z těchto hodnot lze následně získat hodnotu nejistoty pro vychýlení metody příp. výtěžnosti. [14]

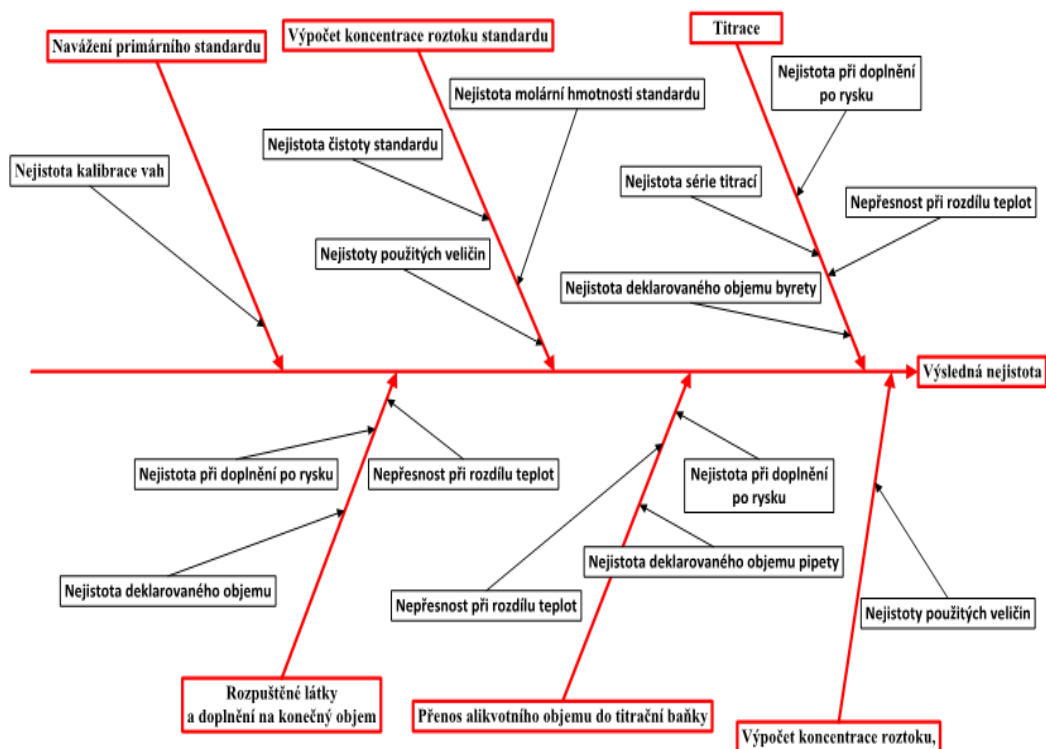
Právě v analytické chemii je velmi často kritické určit výslednou nejistotu postupu, zejména z důvodu problematického určení jednotlivých dílčích nejistot. Vzhledem k tomu, že určitá nejistota se vyskytuje v každém kroku chemického postupu, je důležité tyto kroky přesně určit a jednotlivé nejistoty přímo kvantifikovat. U typů postupů, kde toto není možné, nelze přesně určit výslednou nejistotu chemického procesu. [14]

Při acidobazické titraci, lze určit jednotlivé kroky postupu a z nich vyplývající dílčí nejistoty. Z těchto pak je možné jejich kombinací dopočítat hodnotu výsledné nejistoty měření procesu acidobazické titrace. Hodnotu konečné nejistoty je nejpraktičtější počítat pomocí výše zmíněné RSD, která v sobě zahrnuje i výslednou hodnotu veličiny, ke které je daná nejistota příslušná. Určením výsledné hodnoty hledané veličiny a její RSD lze opět zpětně dopočítat hodnotu hledané standardní nejistoty měření. [14]

### 3 Praktická část

V rámci mé praktické části byla provedena analýza postupu při acidobazické titrace pomocí Išikawa diagramu (obrázek 3.1), který zobrazuje jednotlivé kroky důležité z hlediska vzniku nejistot při procesu titrace.

Z tohoto diagramu vychází postup pro titraci popsany níže, který se zaměřuje na kritická místa celého procesu.

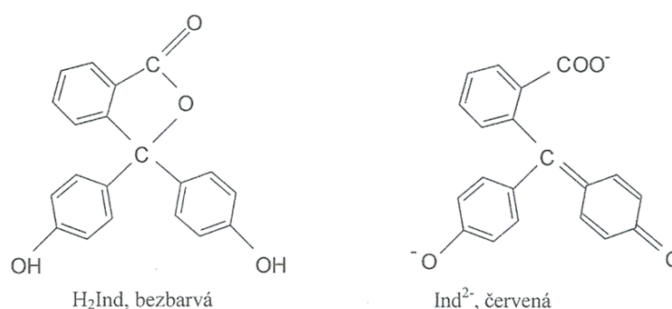


Obrázek 3.1 - Išikawa diagram výskytu nejistot v titraci

Pro praktickou část byla pro určení nejistot zvolena metoda acidometrické titrace, konkrétně alkalimetrie, kde odměrným roztokem hydroxidu byl titrován vzorek kyseliny chlorovodíkové o neznámé koncentraci. Jelikož hydroxid nesplňuje požadavky na základní látku (je hygroskopický a absorbuje ze vzduchu oxid uhličitý), byla provedena jeho standardizace roztokem kyseliny šťavelové o přesné koncentraci.

Jako indikátor byl použitý fenolftalein, systematickým vzorcem lze tuto látku zapsat jako 3,3-bis(4-hydroxyfenyl)-1(3H)-isobenzofuranon. Jedná se o pevnou látku pro naše účinky rozpuštěnou v ethanolu. [11]

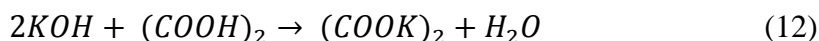
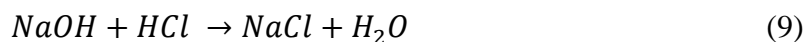
Roztok je v kyselém prostředí bezbarvý ve formě  $H_2In$  až do pH 8,5 a následně přechodem do zásaditého prostředí (pH>9) se obarvuje do růžovo-fialova ve formě  $In^{2-}$ . Obě formy jsou zobrazeny na obrázku 3.2. [11].



Obrázek 3.2 - Formy indikátoru fenolftaleinu [11]

### 3.1 Příprava roztoků

Byly připraveny roztoky hydroxidu sodného (NaOH) o koncentraci 0,1M a kyseliny šťavelové – sloužící jako standard o koncentraci 0,05M. Titrace probíhala podle následující rovnice:



Z rovnic (9) až (12) vyplývá, že při přihlédnutí k poměru molárního množství jednotlivých složek a zachování stejného objemu složek je potřeba připravit roztok kyseliny šťavelové právě s poloviční koncentrací než ostatní roztoky.

Pro výpočet přesných koncentrací roztoků byly použity následující rovnice:

$$c_{(COOH)_2} = \frac{m_{(COOH)_2} \cdot P_{(COOH)_2}}{V_{(COOH)_2} \cdot M_{(COOH)_2}} \quad (13)$$

$$c_{NaOH} = \frac{2 \cdot c_{(COOH)_2} \cdot V_{(COOH)_2}}{V_{NaOH}} \quad (14)$$

$$c_{KOH} = \frac{2 \cdot c_{(COOH)_2} \cdot V_{(COOH)_2}}{V_{KOH}} \quad (15)$$

$$c_{HCl} = \frac{c_{NaOH} \cdot V_{NaOH}}{V_{HCl}} \quad (16)$$

kde  $P_{(COOH)_2}$  je čistota kyseliny šťavelové.

Kombinací všech vzorců, můžeme dostat výsledný vzorec pro výpočet koncentrace kyseliny chlorovodíkové jako:

$$c_{HCl} = \frac{2 \cdot m_{(COOH)_2} \cdot P_{(COOH)_2} \cdot V_{(COOH)_2} \cdot V_{BOH}}{V_{HCl} \cdot M_{(COOH)_2} \cdot V_f \cdot V_{BOH}} \quad (17)$$

### 3.2 Postup měření

Při praktické části jsem postupovala v krocích podle následujícího návodu, z téměř každého bodu pak vyplývají jednotlivé složky nejistot, které bylo potřeba určit.

1) Navázení primárního standardu (COOH)<sub>2</sub>

- a. Podle vzorce vypočítejte navážku standardu

$$m_{(COOH)_2} = M_{(COOH)_2} \cdot c_{(COOH)_2} \cdot V_{(COOH)_2} \quad (18)$$

- b. Pomocí lodičky zvažte co nejpřesněji požadovanou navážku  
 c. Přeneste obsah lodičky do 250ml odměrné baňky  
 d. Zvažte prázdnou lodičku hodnoty odečtěte  
 e. Výsledek diferenčního vážení je konečná hmotnost

2) Rozpuštění (COOH)<sub>2</sub> a doplnění na objem 250 ml

- a. K navážce do odměrné baňky přidejte menší množství destilované vody  
 b. Po rozpuštění obsah doplňte po rysku, pro co nejpřesnější doplnění použijte kapátko

3) Výpočet koncentrace roztoku (COOH)<sub>2</sub>

4) Příprava roztoku BOH

- a. Podle vzorce vypočítejte potřebnou navážku BOH

$$m_{BOH} = M_{BOH} \cdot c_{BOH} \cdot V_{BOH} \quad (19)$$

- b. Pomocí váženky navažte přibližně přesně vypočítanou hodnotu a přeneste obsah váženky do 250ml odměrné baňky  
 c. Baňku doplňte destilovanou vodou po rysku

5) Přenos alikvotního objemu BOH do titrační nádoby

- a. Pomocí nedělené pipety přeneste 10 ml roztoku BOH do titrační baňky  
 b. K roztoku přidejte pár kapek fenolftaleinu

6) Titrace BOH standardním roztokem (COOH)<sub>2</sub>

- a. Do byrety doplňte roztok (COOH)<sub>2</sub>  
 b. Titrujte roztok BOH v titrační baňce do bodu ekvivalence (za současného míchání roztoku)

7) Výpočet koncentrace roztoku BOH

8) Přenos určeného objemu BOH do titrační nádoby

- a. Pomocí nedělené pipety přeneste 10 ml roztoku BOH do titrační baňky  
 b. K roztoku přidejte pár kapek fenolftaleinu

- 9) Titrace BOH kyselinou chlorovodíkovou
- Vypláchněte byretu pomocí destilované vody
  - Do vypláchnuté byrety doplňte roztok HCl
  - Titrujte roztok BOH v titrační baňce do bodu ekvivalence (za současného míchání roztoku)
- 10) Výpočet koncentrace kyseliny chlorovodíkové

### 3.2.1 Pomůcky a chemikálie

Pro pokus byly požity následující pomůcky:

- 250ml odměrná baňka, byreta 25 ml, byreta 10 ml, byreta 50 ml, nedělená pipeta 10 ml, váženka, lžička, skleněná tyčinka, baňky, nálevka, titrační baňka

Pro pokus byly použity následující chemikálie:

- Dihydrát kyseliny šťavelové, hydroxid sodný, fenolftalein, roztok kyseliny chlorovodíkové neznámé koncentrace

### 3.3 **Použité chemické nádoby**

Pro praktickou část bylo velice důležité určit chybu lidského faktoru při doplňování použitého chemického nádobí po rysku. Byla provedena vždy série několika měření, obvykle patnácti, s použitím destilované vody. Po každém doplnění po rysku byla konkrétní nádoba zvážena, popřípadě byl obsah převeden do kádinky a následně zvážen. Výsledky byly zaznamenány do tabulek a byla z nich pak vypočítaná hodnota jednotlivých standardních nejistot typu B. Tam, kde to rozsah dovolil, byly použity analytické váhy pro zvýšení přesnosti měření.

Přesnost chemického nádobí je mimo jiné dána jeho třídou přesnosti. Třída A je používána nejčastěji, pokud pracujeme v analytické laboratoři, jedná se o přesnější nádoby. Třída B je méně přesná. Obě třídy určují maximální relativní chyby v závislosti na velikosti objemu příslušného chemického nádobí. [15]

Pro tento pokus bylo použito následujícího chemického nádobí:

- Odměrná baňka, 100 ml, třída přesnosti A
- Odměrná baňka, 250 ml, třída přesnosti A
- Pipeta, 10 ml, třída přesnosti A
  - o dělená
  - o nedělená
- Byreta 25 ml, třída přesnosti A, v rozsahu:
  - o 0-10 ml
  - o 10-20 ml
  - o 15-25 ml
- Byreta 50 ml, třída přesnosti A, v rozsahu:
  - o 0-10 ml
  - o 30-20 ml

- 50-40 ml
- Byreta 10 ml, třída přesnosti A, v rozsahu:
  - 0-10 ml
- Titrační baňky
- Kádinky
- Nálevka

### 3.4 Kalibrace vah

#### 3.4.1 Analytické váhy

Podle návodu jsou váhy do 60 g kalibrovány s přesností 0,01 mg a konečná hodnota pak odpovídá směrodatné odchylce po úpravě podle vzorce,

$$s = \frac{x}{k} \quad (20)$$

kde  $s$  je hledaná směrodatná odchylka,  $x$  je hodnota intervalu spolehlivosti daná výrobcem/určená v návodu,  $k$  je koeficient pro předpokládané rozdělení pravděpodobnosti měřené veličiny. [15]

Pro rovnoměrné rozdělení je koeficient  $k = \sqrt{3}$ .

Pro 95% spolehlivost udávaného údaje je koeficient  $k = 1,96$ .

Do 210 g jsou pak kalibrovány s přesností 0,1 mg. Po stejné úpravě pak opět dostaneme hodnotu odpovídající směrodatné odchylce. [15]

#### 3.4.2 Klasické váhy

Opět z návodu je patrné, že klasické váhy jsou pro všechny přípustné hmotnosti kalibrovány s přesností 0,01 g. Po úpravách popsanych v předchozích bodech dostaneme opět hodnotu odpovídající směrodatné odchylce. [15]

### 3.5 Závislost roztažnosti roztoku na teplotě

Jednou za složek nejistoty měření je složka ovlivněná rozdílnou teplotou, na kterou je kalibrováno chemické nádobí, teplotou v místnosti a teplotou použitého chemického roztoku. [15]

Vzhledem k zanedbatelné objemové změny vlastního chemického nádobí počítáme jen s objemovou roztažností použitého roztoku. Ze zkušenosti uvažujeme příslušnou změnu teploty během měření jako  $\pm 3$  °C. Výslednou hodnotu intervalu spolehlivosti odpovídající nedokonalému udržování teploty lze vypočítat podle vzorce,

$$i = \pm(t \cdot V \cdot \beta) \quad (21)$$

kde  $t$  je uvažovaná změna teploty,  $V$  celkový objem roztoku a  $\beta$  koeficient objemové roztažnosti vody ( $\beta = 0,21 \cdot 10^{-3} \text{ °C}^{-1}$ ). [15]

Z výsledného intervalu po úpravě podle vzorce (20) opět získáme hodnotu směrodatné odchylky. [15]

### 3.6 Nejistota molární hmotnosti standardu

Nejistota molární hmotnosti standardu  $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (sumární vzorec  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_6$ ) jde spočítat z nejistot hmotností jednotlivých atomů, podobně jako výpočet molární hmotnosti celé látky. Vzhledem k tomu, že výpočet celkové molární hmotnosti je součtem jednotlivých nezávislých hodnot, je výsledná nejistota získána jako odmocnina sumy čtverců jednotlivých nejistot. [15]

Tabulka 1 - Atomové a molekulové hmotnosti včetně nejistot

Prvek	Atomová hmotnost	Uváděná nejistota	Standardní nejistota			Molární hmotnost	Nejistota
C	12,01100	$\pm 0,00100$	0,00058		$\text{C}_2$	24,02200	0,00116
H	1,00794	$\pm 0,00007$	0,00004		$\text{H}_6$	6,04764	0,00024
O	15,99940	$\pm 0,00010$	0,00017		$\text{O}_6$	95,9964	0,00102



## 4 Výsledky

### 4.1 I. série měření ((COOH)<sub>2</sub>, NaOH, HCl, byreta 25 ml v rozsahu 0-10 ml)

#### 1) Navážení primárního standardu (COOH)<sub>2</sub>

- podle rovnice (18) jsem vypočítala navážku dihydrátu kyseliny šťavelové jako:

$$m_{(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 126,07 \cdot 0,05 \cdot 0,25 = 1,575875 \text{ g}$$

- odpovídající odečty byly:

váženka s dihydrátem 1,57608 g

prázdna váženka 001265 g

**m((COOH)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O) 1,56341 g**

#### a. Nejistota kalibrace vah podle vzorce (20)

$$u(m(\text{COOH})_2) = 0,005 \text{ mg}$$

#### 2) Rozpuštění (COOH)<sub>2</sub> a doplnění na objem 250 ml

##### a. Nejistota deklarovaného objemu baňky

- dána výrobcem pro 250ml baňku jako  $\pm 0,15 \text{ ml}$
- přepočteno na hodnotu směrodatné odchylky pro rovnoměrné rozdělení podle vzorce (20):

$$s = \frac{0,15}{\sqrt{3}} = 0,0866$$

$$s_1 = 0,0866 \text{ ml}$$

##### b. Nepřesnost při doplnění po rysku

- byla provedena série pokusů při doplňování 250ml baňky po rysku
- z údajů v tabulce 2 byla pak vypočítána hodnota směrodatné odchylky podle vzorce (3) jako

$$s_2 = 0,0487 \text{ ml}$$

##### c. Nepřesnost při rozdílu teplot

- interval spolehlivosti vlivu teploty byl určen pro 250ml baňku podle vzorce (21):
- $i = \pm(3 \cdot 250 \cdot 0,21 \cdot 10^{-3}) = \pm 0,158 \text{ ml}$
- směrodatná odchylka přepočtena podle vzorce (20):

$$s_3 = \frac{0,158}{1,96} = 0,08 \text{ ml}$$

- výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek

$$V_f = 250 \text{ ml}$$

$$u(V_f) = 0,1276 \text{ ml}$$

Tabulka 2 - Naměřené hodnoty pro 250ml odměrnou baňku

Číslo měření	Navážená hodnota [g]	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	249,52	-0,09	0,0081
2	249,50	-0,07	0,0049
3	249,42	0,01	0,0001
4	249,43	0,00	0,0000
5	249,45	-0,02	0,0004
6	249,40	0,03	0,0009
7	249,40	0,03	0,0009
8	249,45	-0,02	0,0004
9	249,47	-0,04	0,0016
10	249,39	0,04	0,0016
11	249,35	0,08	0,0064
12	249,48	-0,05	0,0025
13	249,41	0,02	0,0004
14	249,36	0,07	0,0049
15	249,42	0,01	0,0001
průměr	249,43	součet	0,0332

### 3) Výpočet koncentrace roztoku (COOH)<sub>2</sub>

#### a. Nejistota čistoty (COOH)<sub>2</sub>

- čistota dihydrátu kyseliny šťavelové je dána výrobcem jako  $99,4 \pm 0,6 \%$  tedy  $0,994 \pm 0,006$ , při rovnoměrném rozložení pak bude výsledná směrodatná odchylka rovna

$$s_1 = 0,0035$$

#### b. Nejistoty použitých veličin

- hodnoty jednotlivých veličin a jejich nejistot jsou uvedeny v tabulce 3 spolu s RSD

Tabulka 3 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace (COOH)<sub>2</sub> z I. série

	Hodnota (V)	Nejistota (u)	Nejistota jako RSD (u/V)
$m_{(\text{COOH})_2}$	1,56341	0,000005	$3,2 \cdot 10^{-6}$
$P_{(\text{COOH})_2}$	0,99400	0,003500	$3,5 \cdot 10^{-3}$
$V_f$	250,00000	0,127600	$5,1 \cdot 10^{-4}$
$M_{(\text{COOH})_2}$	126,07000	0,001563	$1,2 \cdot 10^{-5}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (13):

$$c_{(\text{COOH})_2} = \frac{1,56341 \cdot 0,994}{0,25 \cdot 126,07} = \mathbf{0,04931 \text{ mol/l}}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých

$$\text{RSD} = 3,537 \cdot 10^{-3}$$

- výpočet nejistoty koncentrace kyseliny šťavelové

$$u((\text{COOH})_2) = \mathbf{1,744 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l}}$$

#### 4) Příprava roztoku NaOH

- podle rovnice (16) jsem vypočítala navážku hydroxidu sodného jako:

$$m_{NaOH} = 40,00 \cdot 0,1 \cdot 0,25 = 1 \text{ g}$$

- skutečná navážka činila

$$m_{NaOH} = 1,00000 \text{ g}$$

#### 5) Přenos alikvotního objemu NaOH do titrační nádoby

##### a. Nejistota deklarovaného objemu pipety

- dána výrobcem pro 10ml nedělenou pipetu jako  $\pm 0,03 \text{ ml}$
- přepočteno na hodnotu směrodatné odchylky pro rovnoměrné rozdělení

$$s_1 = 0,0173 \text{ ml}$$

##### b. Nepřesnost doplnění pipety po rysku

- byla provedena série pokusů při doplňování 10ml nedělené pipety po rysku
- z údajů v tabulce 4 byla pak vypočítána hodnota směrodatné odchylky podle vzorce (3) jako

$$s_2 = 0,0323 \text{ ml}$$

Tabulka 4 - Naměřené hodnoty pro nedělenou 10ml pipetu

Číslo měření	Navážená hodnota [g]	Odečtená hodnota jednotlivých navážek [g]	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	9,97	9,97	-0,012	0,000144
2	20,00	10,03	-0,072	0,005184
3	29,97	9,97	-0,012	0,000144
4	39,99	10,02	-0,062	0,003844
5	49,94	9,95	0,008	0,000064
6	59,90	9,96	-0,002	0,000004
7	69,86	9,96	-0,002	0,000004
8	79,80	9,94	0,018	0,000324
9	89,72	9,92	0,038	0,001444
10	99,65	9,93	0,028	0,000784
11	109,61	9,96	-0,002	0,000004
12	119,57	9,96	-0,002	0,000004
13	129,51	9,94	0,018	0,000324
14	139,46	9,95	0,008	0,000064
15	149,37	9,91	0,048	0,002304
	průměr	9,958	součet	0,01464

##### c. Nepřesnost při rozdílu teplot

- směrodatná odchylka vlivu teploty byla určena pro 10ml podle vzorce (20) a (21):

$$s_3 = 0,003 \text{ ml}$$

- výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek

$$V_{\text{NaOH}} = 10,00 \text{ ml}$$

$$u(V_{\text{NaOH}}) = 0,0375 \text{ ml}$$

6) Titrace NaOH standardním roztokem  $(\text{COOH})_2$

a. Nejistota deklarovaného objemu byrety

- dána výrobcem pro byretu jako  $\pm 0,05 \text{ ml}$
  - přepočteno na hodnotu směrodatné odchylky pro rovnoměrné rozdělení
- $$s_1 = 0,0289 \text{ ml}$$

b. Nepřesnost doplnění byrety po rysku

- byla provedena série pokusů při doplňování byrety po rysku
  - z údajů v tabulce 5 pro rozsah 0-10 ml byla pak vypočítána hodnota směrodatné odchylky podle vzorce (3) jako
- $$s_2 = 0,0509 \text{ ml}$$

Tabulka 5 - Naměřené hodnoty pro byretu 25 ml v rozsahu 0-10 ml

Číslo měření	Navážená hodnota [g]	Odečtená hodnota jednotlivých navážek [g]	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	9,7892	9,7892	0,11762	0,0138344640
2	19,7128	9,9236	-0,01678	0,0002815680
3	29,6020	9,8892	0,01762	0,0003104640
4	39,5197	9,9177	-0,01088	0,0001183740
5	49,4355	9,9158	-0,00898	0,0000806404
6	59,4059	9,9704	-0,06358	0,0040424160
7	69,2867	9,8808	0,02602	0,0006770400
8	79,2495	9,9628	-0,05598	0,0031337600
9	89,1390	9,8895	0,01732	0,0002999820
10	99,0682	9,9292	-0,02238	0,0005008640
	průměr	9,90682	součet	0,02328

c. Nepřesnost při rozdílu teplot

- směrodatná odchylka vlivu teploty byla určena pro byretu jako
- $$s_3 = 0,008 \text{ ml}$$

d. Nejistota série titrací

- byla provedena série experimentů, při kterých byla zjištěna hodnota objemu kyseliny šťavelové a její směrodatná odchylka jako

$$V_{(\text{COOH})_2} = \mathbf{9,82 \text{ ml}}$$

$$s_4 = 0,05701 \text{ ml}$$

- výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek

$$u(V_{(\text{COOH})_2}) = \mathbf{0,0821 \text{ ml}}$$

7) Výpočet koncentrace roztoku NaOH

a. Nejistoty použitých veličin

- hodnoty jednotlivých veličin a jejich nejistot jsou uvedeny v tabulce 6 spolu s RSD

Tabulka 6 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace NaOH z 1. série

	Hodnota (V)	Nejistota (u)	Nejistota jako RSD (u/V)
$c_{(\text{COOH})_2}$	0,04931	0,0001744	$3,50 \cdot 10^{-3}$
$V_{(\text{COOH})_2}$	9,82000	0,0821000	$8,40 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{NaOH}}$	10,00000	0,0375000	$3,75 \cdot 10^{-3}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (11):

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{2 \cdot 0,04955 \cdot 9,82}{10} = \mathbf{0,09732 \text{ mol/l}}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých RSD

$$\text{RSD} = 0,0157$$

- výpočet nejistoty koncentrace roztoku NaOH

$$u(c_{\text{NaOH}}) = \mathbf{1,5231 \cdot 10^{-3} \text{ mol/l}}$$

8) Přenos určeného objemu NaOH do titrační nádoby

- hodnoty jsou stejné jako v bodě 5

$$u(V_{\text{NaOH}}) = \mathbf{0,0375 \text{ ml}}$$

9) Titrace NaOH kyselinou chlorovodíkovou

- hodnoty jsou stejné jako v bodě 6

- provedla jsem sérii titrací s výsledným objemem a směrodatnou odchylkou

$$V_{\text{HCl}} = \mathbf{8,28 \text{ ml}}$$

$$s = 0,05701 \text{ ml}$$

- výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek

$$u(V_{\text{HCl}}) = \mathbf{0,0821 \text{ ml}}$$

10) Výpočet koncentrace kyseliny chlorovodíkové

a. Nejistoty použitých veličin

- hodnoty jednotlivých veličin a jejich nejistot jsou uvedeny v tabulce 7 a 8 spolu s RSD

Tabulka 7 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace HCl z I. série

	Hodnota (V)	Nejistota (u)	Nejistota jako RSD (u/V)
$c_{\text{NaOH}}$	0,09732	0,00015	$1,6 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{NaOH}}$	10,00000	0,03800	$3,8 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{HCl}}$	8,28000	0,08200	$9,9 \cdot 10^{-3}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (16):

$$c_{\text{HCl}} = \frac{0,09732 \cdot 10}{8,28} = \mathbf{0,11754 \text{ mol/l}}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých RSD

$$\text{RSD} = 0,01522$$

- výpočet nejistoty koncentrace kyseliny chlorovodíkové

$$\mathbf{u(c_{\text{HCl}}) = 1,8 \cdot 10^{-3} \text{ mol/l}}$$

Tabulka 8 - Hodnoty všech veličin potřebných pro výpočet koncentrace HCl z I. série

	Popis veličiny	Hodnota	Nejistota jako RSD
$m_{(\text{COOH})_2}$	Hmotnost standardu	1,56341 g	$3,2 \cdot 10^{-6}$
$P_{(\text{COOH})_2}$	Čistota standardu	0,994	$3,5 \cdot 10^{-3}$
$V_f$	Zásobní objem NaOH	250 ml	$5,1 \cdot 10^{-4}$
$V_{(\text{COOH})_2}$	Spotřeba $(\text{COOH})_2$ při titraci	9,82 ml	$8,4 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{NaOH}}$	Objem NaOH při titraci $(\text{COOH})_2$	10,0 ml	$3,8 \cdot 10^{-3}$
$M_{(\text{COOH})_2}$	Molární hmotnost $(\text{COOH})_2$	126,07 g/mol	$1,2 \cdot 10^{-5}$
$V_{\text{NaOH}}$	Objem NaOH při titraci HCl	10,0 ml	$3,8 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{HCl}}$	Spotřeba HCl při titraci	8,28 ml	$9,9 \cdot 10^{-3}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (17):

$$c_{\text{HCl}} = \frac{2 \cdot 1,56341 \cdot 0,994 \cdot 0,00982 \cdot 0,01}{0,00828 \cdot 126,07 \cdot 0,25 \cdot 0,01} = \mathbf{0,11696 \text{ mol/l}}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých RSD

$$\text{RSD} = 0,014464$$

- výpočet nejistoty koncentrace kyseliny chlorovodíkové

$$u(c_{\text{HCl}}) = \text{RSD} \cdot c_{\text{HCl}}$$

$$u(c_{\text{HCl}}) = 0,014464 \cdot 0,11696 = 1,6917094 \cdot 10^{-3}$$

$$\mathbf{u(c_{\text{HCl}}) = 1,7 \cdot 10^{-3} \text{ mol/l}}$$

- rozšířená nejistota podle vzorce (10):

$$\mathbf{U = 0,0033 \text{ mol/l}}$$

## 4.2 II. série měření ((COOH)<sub>2</sub>, KOH, HCl, byreta 25 ml v rozsahu 10-20 ml)

### 1) Navážení primárního standardu (COOH)<sub>2</sub>

- podle rovnice (18) jsem vypočítala navážku dihydrátu kyseliny šťavelové jako:

$$m_{(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 126,07 \cdot 0,05 \cdot 0,25 = 1,575875 \text{ g}$$

- odpovídající odečty byly:

váženka s dihydrátem 1,575875 g

prázdna váženka 0012415 g

**m(COOH)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O 1,56346 g**

#### a. Nejistota kalibrace vah

$$\mathbf{u(m_{(\text{COOH})_2}) = 0,005 \text{ mg}}$$

### 2) Rozpuštění (COOH)<sub>2</sub> a doplnění na objem 250 ml

#### a. Nejistota deklarovaného objemu baňky

- dána výrobcem pro 250ml baňku jako  $\pm 0,15 \text{ ml}$
- přepočteno na hodnotu směrodatné odchylky pro rovnoměrné rozdělení

$$s_1 = 0,0866 \text{ ml}$$

#### b. Nepřesnost při doplnění po rysku

- byla provedena série pokusů při doplňování 250ml baňky po rysku
- z údajů v tabulce 2 byla pak vypočítána hodnota směrodatné odchylky podle vzorce (3) jako

$$s_2 = 0,0487 \text{ ml}$$

#### c. Nepřesnost při rozdílu teplot

- směrodatná odchylka vlivu teploty byla určena pro 250ml baňku jako

$$s_3 = 0,08 \text{ ml}$$

- výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek

$$\mathbf{V_f = 250 \text{ ml}}$$

$$\mathbf{u(V_f) = 0,1276 \text{ ml}}$$

### 3) Výpočet koncentrace roztoku (COOH)<sub>2</sub>

#### a. Nejistota čistoty (COOH)<sub>2</sub>

- čistota dihydrátu kyseliny šťavelové je dána výrobcem jako  $99,4 \pm 0,6 \%$  tedy  $0,994 \pm 0,006$ , při rovnoměrném rozložení pak bude výsledná směrodatná odchylka rovna

$$s_1 = 0,0035$$

#### b. Nejistoty použitých veličin

- hodnoty jednotlivých veličin a jejich nejistot jsou uvedeny v tabulce 8 spolu s RSD

Tabulka 9 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace (COOH)<sub>2</sub> z II. série

	Hodnota (V)	Nejistota (u)	Nejistota jako RSD (u/V)
$m_{(\text{COOH})_2}$	1,56346	0,000005	$3,2 \cdot 10^{-6}$
$P_{(\text{COOH})_2}$	0,99400	0,003500	$3,5 \cdot 10^{-3}$
$V_f$	250,00000	0,127600	$5,1 \cdot 10^{-4}$
$M_{(\text{COOH})_2}$	126,07000	0,001563	$1,2 \cdot 10^{-5}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (13):

$$c_{(\text{COOH})_2} = \frac{1,56346 \cdot 0,994}{0,25 \cdot 126,07} = \mathbf{0,04931 \text{ mol/l}}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých RSD

$$\text{RSD} = 3,537 \cdot 10^{-3}$$

- výpočet nejistoty koncentrace kyseliny šťavelové

$$u((\text{COOH})_2) = \mathbf{1,744 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l}}$$

#### 4) Příprava roztoku KOH

- podle rovnice (19) jsem vypočítala navážku hydroxidu sodného jako:

$$m_{\text{KOH}} = 56,11 \cdot 0,1 \cdot 0,25 = 1,40275 \text{ g}$$

- skutečná navážka činila

$$m_{\text{KOH}} = 1,40 \text{ g}$$

#### 5) Přenos alikvotního objemu KOH do titrační nádoby

- Nejistota deklarovaného objemu pipety

- dána výrobcem pro 10ml nedělenou pipetu jako  $\pm 0,03 \text{ ml}$

- přepočteno na hodnotu směrodatné odchylky pro rovnoměrné rozdělení

$$s_1 = 0,0173 \text{ ml}$$

- Nepřesnost doplnění pipety po rysku

- byla provedena série pokusů při doplňování 10ml nedělené pipety po rysku

- z údajů v tabulce 4 byla pak vypočítána hodnota směrodatné odchylky podle vzorce (3) jako

$$s_2 = 0,0323 \text{ ml}$$

- Nepřesnost při rozdílu teplot

- směrodatná odchylka vlivu teploty byla určena pro 10ml nedělenou pipetu výrobcem jako

$$s_3 = 0,008 \text{ ml}$$

- výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek

$$\mathbf{V_{\text{KOH}} = 10,00 \text{ ml}}$$

$$\mathbf{u(V_{\text{KOH}}) = 0,0375 \text{ ml}}$$

#### 6) Titrace KOH standardním roztokem (COOH)<sub>2</sub>

- Nejistota deklarovaného objemu byřety

- dána výrobcem pro byřetu jako  $\pm 0,05 \text{ ml}$

- přepočteno na hodnotu směrodatné odchylky pro rovnoměrné rozdělení

$$s_1 = 0,0289 \text{ ml}$$



b. Nepřesnost doplnění byrety po rysku

- byla provedena série pokusů při doplňování byrety po rysku
- z údajů v tabulce 10 pro rozsah 10-20 ml byla pak vypočítána hodnota směrodatné odchylky podle vzorce (3) jako  
 $s_2 = 0,0186 \text{ ml}$

Tabulka 10 - Naměřené hodnoty pro byretu 25 ml v rozsahu 10–20 ml

Číslo měření	Navážená hodnota [g]	Odečtená hodnota jednotlivých navážek [g]	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	9,9758	9,9758	0,01663	0,0002765570
2	19,9798	10,0040	-0,01157	0,0001338650
3	29,9702	9,9904	0,00203	0,0000041209
4	39,9519	9,9817	0,01073	0,0001151330
5	49,9422	9,9903	0,00213	0,0000045369
6	59,9247	9,9825	0,00993	0,0000986049
7	69,8857	9,9610	0,03143	0,0009878450
8	79,9096	10,0239	-0,03147	0,0009903610
9	89,9115	10,0019	-0,00947	0,0000896809
10	99,9243	10,0128	-0,02037	0,0004149370
	průměr	9,99243	součet	0,003116

c. Nepřesnost při rozdílu teplot

- směrodatná odchylka vlivu teploty byla určena pro byretu jako  
 $s_3 = 0,008 \text{ ml}$

d. Nejistota série titrací

- byla provedena série experimentů, při kterých byla zjištěna hodnota objemu kyseliny šťavelové a její směrodatná odchylka jako

$$V_{(\text{COOH})_2} = 8,54 \text{ ml}$$

$$s_4 = 0,06519 \text{ ml}$$

- výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek

$$u(V_{(\text{COOH})_2}) = 0,07413 \text{ ml}$$

7) Výpočet koncentrace roztoku KOH

a. Nejistoty použitých veličin

- hodnoty jednotlivých veličin a jejich nejistot jsou uvedeny v tabulce 11 spolu s RSD

Tabulka 11 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace KOH z II. série

	Hodnota (V)	Nejistota (u)	Nejistota jako RSD (u/V)
$c_{(\text{COOH})_2}$	0,04931	0,0001744	$3,50 \cdot 10^{-3}$
$V_{(\text{COOH})_2}$	8,54000	0,0741300	$8,68 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{KOH}}$	10,00000	0,0375000	$3,75 \cdot 10^{-3}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (14):

$$c_{\text{KOH}} = \frac{2 \cdot 0,04931 \cdot 8,54}{10} = \mathbf{0,08422 \text{ mol/l}}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých RSD

$$\text{RSD} = 0,0101$$

- výpočet nejistoty koncentrace roztoku NaOH

$$u(c_{\text{KOH}}) = \mathbf{0,8491 \cdot 10^{-3} \text{ mol/l}}$$

8) Přenos určeného objemu KOH do titrační nádoby

- hodnoty jsou stejné jako v bodě 5

$$u(V_{\text{KOH}}) = \mathbf{0,0375 \text{ ml}}$$

9) Titrace KOH kyselinou chlorovodíkovou

- hodnoty jsou stejné jako v bodě 6

- provedla jsem sérii titrací s výsledným objemem a směrodatnou odchylkou

$$V_{\text{HCl}} = \mathbf{8,53 \text{ ml}}$$

$$s = 0,05701 \text{ ml}$$

- výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek

$$u(V_{\text{HCl}}) = \mathbf{0,067 \text{ ml}}$$

10) Výpočet koncentrace kyseliny chlorovodíkové

- a. Nejistoty použitých veličin

- hodnoty jednotlivých veličin a jejich nejistot jsou uvedeny v tabulce 12 a 13 spolu s RSD

Tabulka 12 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace HCl z II. série

	Hodnota (V)	Nejistota (u)	Nejistota jako RSD (u/V)
$c_{\text{KOH}}$	0,08422	0,000085	$1,0 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{KOH}}$	10,00000	0,038000	$3,8 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{HCl}}$	8,53000	0,067000	$7,9 \cdot 10^{-3}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (16):

$$c_{\text{HCl}} = \frac{0,08422 \cdot 10}{8,53} = \mathbf{0,09873 \text{ mol/l}}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých RSD

$$\text{RSD} = 0,00877$$

- výpočet nejistoty koncentrace kyseliny chlorovodíkové

$$u(c_{\text{HCl}}) = \mathbf{0,87 \cdot 10^{-3} \text{ mol/l}}$$

Tabulka 13 - Hodnoty všech veličin potřebných pro výpočet koncentrace HCl z II. série

	Popis veličiny	Hodnota	Nejistota jako RSD
$m_{(\text{COOH})_2}$	Hmotnost standardu	1,56346 g	$3,2 \cdot 10^{-6}$
$P_{(\text{COOH})_2}$	Čistota standardu	0,994	$3,5 \cdot 10^{-3}$
$V_f$	Zásobní objem KOH	250 ml	$5,1 \cdot 10^{-4}$
$V_{(\text{COOH})_2}$	Spotřeba $(\text{COOH})_2$ při titraci	8,54 ml	$8,7 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{KOH}}$	Objem KOH při titraci $(\text{COOH})_2$	10,0 ml	$3,8 \cdot 10^{-3}$
$M_{(\text{COOH})_2}$	Molární hmotnost $(\text{COOH})_2$	126,07 g/mol	$1,2 \cdot 10^{-5}$
$V_{\text{KOH}}$	Objem KOH při titraci HCl	10,0 ml	$3,8 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{HCl}}$	Spotřeba HCl při titraci	8,53 ml	$7,9 \cdot 10^{-3}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (17):

$$c_{\text{HCl}} = \frac{2 \cdot 1,56346 \cdot 0,994 \cdot 0,00982 \cdot 0,01}{0,00828 \cdot 126,07 \cdot 0,25 \cdot 0,01} = \mathbf{0,098733 \text{ mol/l}}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých RSD  
RSD = 0,01333
- výpočet nejistoty koncentrace kyseliny chlorovodíkové  
 $u(c_{\text{HCl}}) = \mathbf{1,3 \cdot 10^{-3} \text{ mol/l}}$
- rozšířená nejistota podle vzorce (7):  
 $U = \mathbf{0,0026 \text{ mol/l}}$

### 4.3 III. série měření ( $(\text{COOH})_2$ , KOH, HCl, byreta 10 ml v rozsahu 0–10 ml)

#### 1) Navážení primárního standardu $(\text{COOH})_2$

- podle rovnice (18) jsem vypočítala navážku dihydrátu kyseliny šťavelové jako:

$$m_{(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 126,07 \cdot 0,05 \cdot 0,25 = 1,575875 \text{ g}$$

- odpovídající odečty byly:

váženka s dihydrátem 1,575875 g

prázdňá váženka 0012415 g

$m_{(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}$  **1,56346 g**

- a. Nejistota kalibrace vah

$$u(m_{(\text{COOH})_2}) = \mathbf{0,005 \text{ mg}}$$

#### 2) Rozpuštění $(\text{COOH})_2$ a doplnění na objem 250 ml

- a. Nejistota deklarovaného objemu baňky

- dána výrobcem pro 250ml baňku jako  $\pm 0,15 \text{ ml}$

- přepočteno na hodnotu směrodatné odchylky pro rovnoměrné rozdělení

$$s_1 = 0,0866 \text{ ml}$$

- b. Nepřesnost při doplnění po rysku

- byla provedena série pokusů při doplňování 250ml baňky po rysku

- z údajů v tabulce 2 byla pak vypočítána hodnota směrodatné odchylky podle vzorce (3) jako

$$s_2 = 0,0487 \text{ ml}$$

c. Nepřesnost při rozdílu teplot

- směrodatná odchylka vlivu teploty byla určena pro 250ml baňku jako

$$s_3 = 0,08 \text{ ml}$$

- výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek

$$\mathbf{V_f = 250 \text{ ml}}$$

$$\mathbf{u(V_f) = 0,1276 \text{ ml}}$$

3) Výpočet koncentrace roztoku (COOH)<sub>2</sub>

a. Nejistota čistoty (COOH)<sub>2</sub>

- čistota dihydrátu kyseliny šťavelové je dána výrobcem jako 99,4 ± 0,6 % tedy 0,994±0,006, při rovnoměrném rozložení pak bude výsledná směrodatná odchylka rovna

$$s_1 = 0,0035$$

b. Nejistoty použitých veličin

- hodnoty jednotlivých veličin a jejich nejistot jsou uvedeny v tabulce 14 spolu s RSD

Tabulka 14 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace (COOH)<sub>2</sub> z III. série

	Hodnota (V)	Nejistota (u)	Nejistota jako RSD (u/V)
$m_{(\text{COOH})_2}$	1,56346	0,000005	$3,2 \cdot 10^{-6}$
$P_{(\text{COOH})_2}$	0,99400	0,003500	$3,5 \cdot 10^{-3}$
$V_f$	250,00000	0,127600	$5,1 \cdot 10^{-4}$
$M_{(\text{COOH})_2}$	126,07000	0,001563	$1,2 \cdot 10^{-5}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (13):

$$c_{(\text{COOH})_2} = \frac{1,56346 \cdot 0,994}{0,25 \cdot 126,07} = \mathbf{0,04931 \text{ mol/l}}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých RSD

$$\text{RSD} = 3,537 \cdot 10^{-3}$$

- výpočet nejistoty koncentrace kyseliny šťavelové

$$\mathbf{u((\text{COOH})_2) = 1,744 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l}}$$

4) Příprava roztoku KOH

- podle rovnice (19) jsem vypočítala navážku hydroxidu sodného jako:

$$m_{\text{KOH}} = 56,11 \cdot 0,1 \cdot 0,25 = 1,40275 \text{ g}$$

- skutečná navážka činila

$$m_{\text{KOH}} = 1,40 \text{ g}$$

5) Přenos alikvotního objemu KOH do titrační nádoby

a. Nejistota deklarovaného objemu pipety

- dána výrobcem pro 10ml nedělenou pipetu jako ± 0,03 ml

- přepočteno na hodnotu směrodatné odchylky pro rovnoměrné rozdělení

$$s_1 = 0,0173 \text{ ml}$$

- b. Nepřesnost doplnění pipety po rysku
- byla provedena série pokusů při doplňování 10ml nedělené pipety po rysku
  - z údajů v tabulce 4 byla pak vypočítána hodnota směrodatné odchylky podle vzorce (3) jako  
 $s_2 = 0,0323 \text{ ml}$
- c. Nepřesnost při rozdílu teplot
- směrodatná odchylka vlivu teploty byla určena pro 10ml nedělenou pipetu jako  
 $s_3 = 0,008 \text{ ml}$
  - výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek  
 **$V_{\text{KOH}} = 10,00 \text{ ml}$**   
 **$u(V_{\text{KOH}}) = 0,0375 \text{ ml}$**
- 6) Titrace KOH standardním roztokem  $(\text{COOH})_2$
- a. Nejistota deklarovaného objemu byrety
- dána výrobcem pro byretu jako  $\pm 0,05 \text{ ml}$
  - přepočteno na hodnotu směrodatné odchylky pro rovnoměrné rozdělení  
 $s_1 = 0,0289 \text{ ml}$
- b. Nepřesnost doplnění byrety po rysku
- byla provedena série pokusů při doplňování byrety po rysku
  - z údajů v tabulce 15 pro rozsah 0–10 ml byla pak vypočítána hodnota směrodatné odchylky podle vzorce (3) jako  
 $s_2 = 0,0176 \text{ ml}$

Tabulka 15 - Naměřené hodnoty pro byretu 10 ml v rozsahu 0–10 ml

Číslo měření	Navážená hodnota [g]	Odečtená hodnota jednotlivých navážek [g]	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	9,9540	9,9540	-0,0169	0,00028600
2	19,8778	9,9238	0,0133	0,00017700
3	29,8164	9,9386	-0,0015	0,00000225
4	39,7355	9,9191	0,0180	0,00032400
5	49,6526	9,9171	0,0200	0,00040000
6	59,5640	9,9114	0,0257	0,00066000
7	69,5134	9,9494	-0,0123	0,00015100
8	79,4587	9,9453	-0,0082	0,00006720
9	89,4142	9,9555	-0,0184	0,00033900
10	99,3710	9,9568	-0,0197	0,00038800
	průměr	9,9371	součet	0,002794

- c. Nepřesnost při rozdílu teplot
- směrodatná odchylka vlivu teploty byla určena pro byretu jako  
 $s_3 = 0,008 \text{ ml}$

d. Nejistota série titrací

- byla provedena série experimentů, při kterých byla zjištěna hodnota objemu kyseliny šťavelové a její směrodatná odchylka jako

$$V_{(\text{COOH})_2} = 8,548 \text{ ml}$$

$$s_4 = 0,031145 \text{ ml}$$

- výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek

$$u(V_{(\text{COOH})_2}) = 0,04668 \text{ ml}$$

7) Výpočet koncentrace roztoku KOH

a. Nejistoty použitých veličin

- hodnoty jednotlivých veličin a jejich nejistot jsou uvedeny v tabulce 16 spolu s RSD

Tabulka 16 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace KOH z III. série

	Hodnota (V)	Nejistota (u)	Nejistota jako RSD (u/V)
$c_{(\text{COOH})_2}$	0,04931	0,0001744	$3,50 \cdot 10^{-3}$
$V_{(\text{COOH})_2}$	8,54800	0,0466800	$5,46 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{KOH}}$	10,00000	0,0375000	$3,75 \cdot 10^{-3}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (15):

$$c_{\text{KOH}} = \frac{2 \cdot 0,04931 \cdot 8,548}{10} = 0,0843 \text{ mol/l}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých RSD

$$\text{RSD} = 0,00677$$

- výpočet nejistoty koncentrace roztoku NaOH

$$u(c_{\text{KOH}}) = 0,5706 \cdot 10^{-3} \text{ mol/l}$$

8) Přenos určeného objemu KOH do titrační nádoby

- hodnoty jsou stejné jako v bodě 5

$$u(V_{\text{KOH}}) = 0,0375 \text{ ml}$$

9) Titrace KOH kyselinou chlorovodíkovou

- hodnoty jsou stejné jako v bodě 6

- provedla jsem sérii titrací s výsledným objemem a směrodatnou odchylkou

$$V_{\text{HCl}} = 8,426 \text{ ml}$$

$$s = 0,02191 \text{ ml}$$

- výsledná hodnota nejistoty byla zjištěna jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých složek

$$u(V_{\text{HCl}}) = 0,0411 \text{ ml}$$

10) Výpočet koncentrace kyseliny chlorovodíkové

a. Nejistoty použitých veličin

- hodnoty jednotlivých veličin a jejich nejistot jsou uvedeny v tabulce 17 a 18 spolu s RSD

Tabulka 17 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace HCl z III. série

	Hodnota (V)	Nejistota (u)	Nejistota jako RSD (u/V)
$c_{\text{KOH}}$	0,0843	0,00057	$6,8 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{KOH}}$	10,0000	0,03800	$3,8 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{HCl}}$	8,4260	0,04100	$4,9 \cdot 10^{-3}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (16):

$$c_{\text{HCl}} = \frac{0,0843 \cdot 10}{8,426} = \mathbf{0,10005 \text{ mol/l}}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých RSD

$$\text{RSD} = 0,00915$$

- výpočet nejistoty koncentrace kyseliny chlorovodíkové

$$u(c_{\text{HCl}}) = \mathbf{0,92 \cdot 10^{-3} \text{ mol/l}}$$

Tabulka 18 - Hodnoty všech veličin potřebných pro výpočet koncentrace HCl z III. série

	Popis veličiny	Hodnota	Nejistota jako RSD
$m_{(\text{COOH})_2}$	Hmotnost standardu	1,56346 g	$3,2 \cdot 10^{-6}$
$P_{(\text{COOH})_2}$	Čistota standardu	0,994	$3,5 \cdot 10^{-3}$
$V_f$	Zásobní objem KOH	250 ml	$5,1 \cdot 10^{-4}$
$V_{(\text{COOH})_2}$	Spotřeba $(\text{COOH})_2$ při titraci	8,548 ml	$5,5 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{KOH}}$	Objem KOH při titraci $(\text{COOH})_2$	10,0 ml	$3,8 \cdot 10^{-3}$
$M_{(\text{COOH})_2}$	Molární hmotnost $(\text{COOH})_2$	126,07 g/mol	$1,2 \cdot 10^{-5}$
$V_{\text{KOH}}$	Objem KOH při titraci HCl	10,0 ml	$3,8 \cdot 10^{-3}$
$V_{\text{HCl}}$	Spotřeba HCl při titraci	8,426 ml	$4,9 \cdot 10^{-3}$

- výpočet hodnoty koncentrace podle vzorce (17):

$$c_{\text{HCl}} = \frac{2 \cdot 1,56341 \cdot 0,994 \cdot 0,00982 \cdot 0,01}{0,00828 \cdot 126,07 \cdot 0,25 \cdot 0,01} = \mathbf{0,100045 \text{ mol/l}}$$

- výpočet celkové RSD jako odmocnina součtu čtverců jednotlivých RSD

$$\text{RSD} = 0,00971$$

- výpočet nejistoty koncentrace kyseliny chlorovodíkové

$$u(c_{\text{HCl}}) = \mathbf{0,97 \cdot 10^{-3} \text{ mol/l}}$$

- rozšířená nejistota podle vzorce (7):

$$U = \mathbf{0,0019 \text{ mol/l}}$$

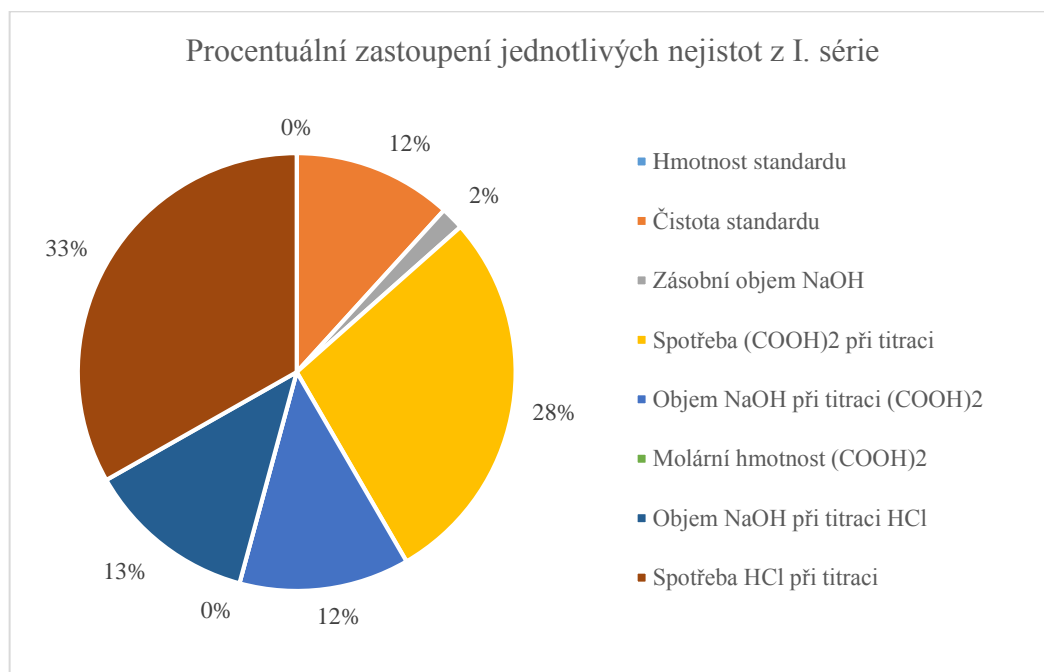
#### 4.4 Prezentace výsledků

V tabulce 19 jsou shrnuty výsledné koncentrace ze všech tří sérií spolu s rozšířenými nejistotami, všemi o koeficient 2 a hodnotami příslušných RSD.

Tabulka 19 - Souhrn výsledků jednotlivých sérií

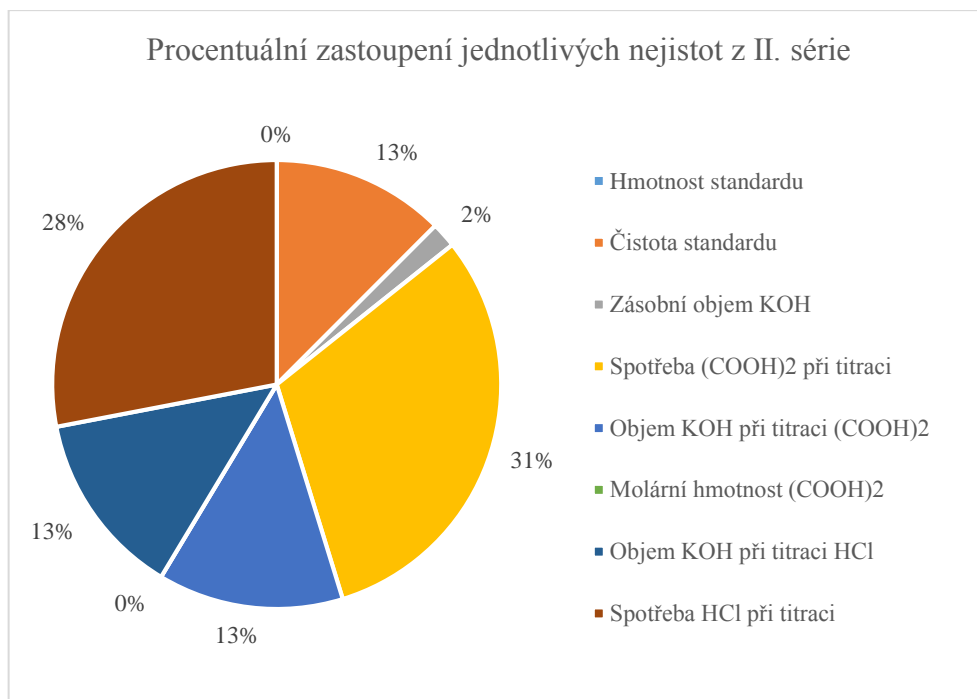
Série	Výsledná koncentrace s nejistotou [mol/l]	Nejistota jako RSD
I.	(0,1170±0,0033)	0,01446
II.	(0,0987±0,0026)	0,01333
III.	(0,1001±0,0019)	0,00971

V následujících grafech je zobrazeno procentuální zastoupení jednotlivých nejistot jako RSD na celkové RSD nejistotě u všech sérií

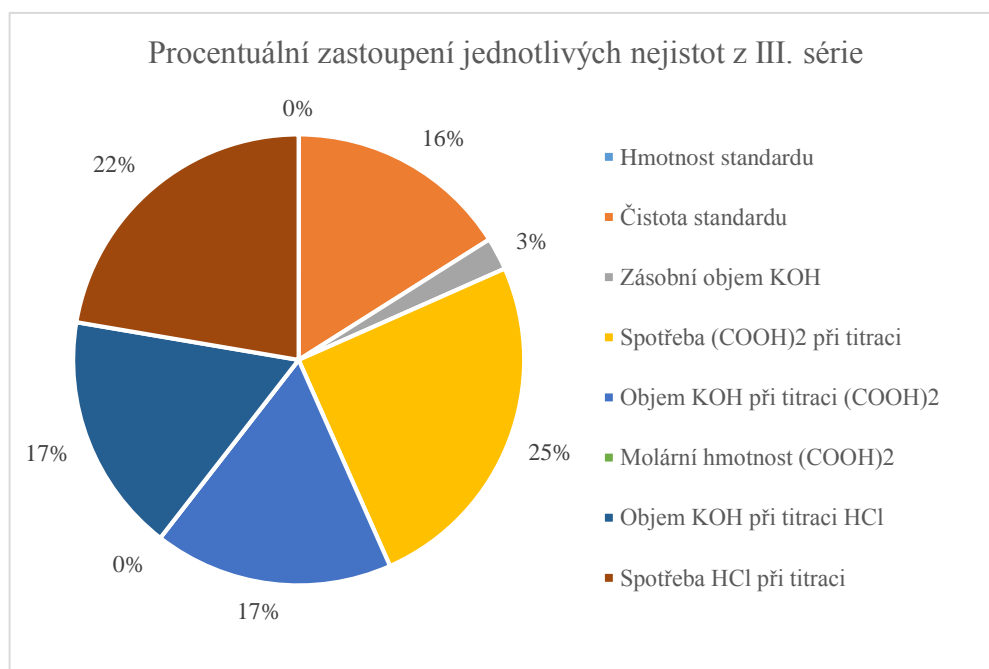


Graf 1 - Procentuální zastoupení jednotlivých nejistot z I. série





Graf 2 - Procentuální zastoupení jednotlivých nejistot z II. série



Graf 3 - Procentuální zastoupení jednotlivých nejistot z III. série

## 5 Diskuze

Po prostudování odborné literatury jsem navrhla experiment, který obsahoval tři série měření a zabýval se určením nejistoty měření acidobazické titrace. Výsledné hodnoty koncentrace kyseliny chlorovodíkové spolu s příslušnými nejistotami jsou uvedeny v tabulce 19.

V první sérii, kdy byla měřena koncentrace kyseliny chlorovodíkové pomocí roztoku hydroxidu sodného standardizovaného roztokem kyseliny šťavelové za použití 25ml byrety, vyšla hodnota konečné koncentrace  $(0,1170 \pm 0,0033)$  mol/l. V tabulce 8 jsou zobrazeny všechny veličiny potřebné pro finální výpočet včetně jejich hodnot a nejistot uvedených jako RSD.

Nejistota vytvořená molární hmotností standardu byla vypočtena z přesných hmotností jednotlivých atomů i s jejich zjištěnými nejistotami. Tato výsledně spočítaná nejistota  $(0,001563 \text{ g})$  způsobená molární hmotností kyseliny šťavelové je prakticky neměnná a výsledek pokusu příliš neovlivní

Nejmenší procentuální zastoupení na celkové nejistotě měření má nejistota vzniklá vážením přesné navážky při přípravě standardního roztoku kyseliny šťavelové. Hodnota RSD  $3,2 \cdot 10^{-6}$  odpovídá přibližně 0,01 %. Druhá nejmenší hodnota  $(5,1 \cdot 10^{-4})$  zastupující přibližně 1,71 % odpovídá nejistotě, kterou do celého výsledku zanáší všechny operace s 250ml odměrnou baňkou (přesnost baňky daná výrobcem, nejistota doplnění po rysku, rozdílná teplota roztoku, baňky a místnosti), kterou jsem použila pro přípravu zásobních roztoků. Vliv této nejistoty by bylo možné snížit použitím odměrné baňky o nižším objemu. Experimentálně bylo ověřeno, že použití odměrné baňky o objemu 100 ml došlo ke snížení směrodatné odchylky doplňovaného objemu  $(0,038384 \text{ ml})$  pro odměrnou baňku o objemu 100 ml oproti odměrné baňce o objemu 250 ml, kde je směrodatná odchylka  $0,048697 \text{ ml}$ ), což odpovídá snížení o 21 %. Vzhledem k nízkému zastoupení v celkové nejistotě ale není nutné k tomuto kroku přistupovat, neboť celkovou nejistotu to příliš neovlivní.

Další v pořadí je hodnota nejistoty způsobena čistotou standardní látky pro standardizaci odměrného roztoku dihydrátu kyseliny šťavelové. Hodnota  $3,5 \cdot 10^{-3}$  odpovídající přibližně 11,7 % celkové nejistoty, byla získána z údajů výrobce jako  $99,4 \pm 0,6 \%$ .

Dalším přínosem do hodnoty výsledné nejistoty titrace jsou nejistoty spojené s přenosem alikvotního podílu příslušného roztoku do titrační baňky. Bylo experimentálně ověřeno, že práce s dělenou skleněnou pipetou vykazuje téměř dvojnásobnou směrodatnou odchylku než práce s pipetou nedělenou. Proto je nutné pracovat výhradně s pipetou nedělenou. (směrodatná odchylka pro dělenou pipetu  $0,065951 \text{ ml}$  oproti pipetě nedělené, kde je směrodatná odchylka  $0,032338 \text{ ml}$ ). Přenos alikvotního podílu se v průběhu práce opakuje dvakrát, každý do celkové nejistoty přispívá hodnotou  $3,2 \cdot 10^{-2}$ , což je 12,6 % celkové nejistoty měření.

Je zřejmé, že největší podíl na výsledné nejistotě měření mají RSD určené při samotné titraci, tedy nejistoty spojené s prací s byretou. Přispívají hodnotami  $8,4 \cdot 10^{-3}$  pro spotřebu  $(\text{COOH})_2$ , což odpovídá přibližně 28,2 % celkové nejistoty měření a hodnotou  $9,9 \cdot 10^{-3}$  pro spotřebu HCl, přibližně 33,2 %.

Z uvedených experimentálních výsledků jednoznačně vyplývá, že samotný proces titrace (práce spojená s manipulací s byretou) je pro velikost výsledné celkové nejistoty klíčový.

Proto jsem se při úpravě pracovního postupu zaměřila na kroky spojené s prací s byretou. Z provedených měření vychází směrodatná odchylka pro rozsah 10-20 ml na rozdíl od použitého 0-10 ml téměř třikrát menší (0,018606 ml oproti použité 0,050859 ml), bylo tedy předpokládáno, že změna rozsahu byrety by zmenšila celkový podíl nejistoty z tohoto rozsahu vyplývajícího. Tento předpoklad jsem ověřila ve druhé sérii měření, kdy jsem použila 25 ml byretu právě v přesnějším rozsahu 10-20 ml-

Výsledná hodnota koncentrace z druhé série je  $(0,0987 \pm 0,0026)$  mol/l. V tabulce 13 jsou zaznamenány všechny použité veličiny spolu s příslušnými veličinami.

Můžeme opět vidět, že největší podíl na celkové nejistotě mají opět hodnoty RSD spočítané z objemů spotřeby při titracích a to 28 % pro objem HCl a 31 % pro objem  $(\text{COOH})_2$ . Došlo tedy k určitému mírnému zlepšení oproti první sérii (pro HCl z  $9,9 \cdot 10^{-3}$  na  $7,86 \cdot 10^{-3}$  a pro  $(\text{COOH})_2$  z  $8,4 \cdot 10^{-3}$  na  $8,7 \cdot 10^{-3}$ ), což je možné vidět při porovnání grafu 1 a grafu 2. Výsledná nejistota jako RSD se snížila o 8 % (z 0,01446 na 0,01333) a rozšířená nejistota o 22 % (z původních 0,0033 mol/l na 0,0026 mol/l).

Ve třetí sérii měření byla použita 10 ml byreta. Výsledná hodnota koncentrace kyseliny chlorovodíkové byla  $(0,1001 \pm 0,0019)$  mol/l. V tabulce 18 jsou vidět všechny použité veličiny s jejich nejistotami potřebné k výpočtu výsledné koncentrace v této sérii. Z tabulky je patrné, že přestože největší zastoupení mají opět spotřeby při titracích, jejich procentuální hodnoty značně klesly (22 % pro objem HCl a 25 % pro objem  $(\text{COOH})_2$ ), jak můžeme vidět v grafu 3.

Výsledná nejistota jako RSD se snížila o 33 % (z 0,01446 na 0,00971) a rozšířená nejistota o 42 % (z původních 0,0033 mol/l na 0,0019 mol/l).

U výsledků získaných postupnými výpočty došlo k chybě způsobené zaokrouhlováním dílčích výsledků jednotlivých kroků a jejich nejistot, jinak bychom měli dospět ke stejným výsledkům, neboť výsledný vzorec je spojením jednotlivých vzorců v každém kroku. Jednalo se v první sérii o relativní chybu přibližně 6 %, v druhé sérii 33 % a v poslední třetí sérii o relativní chybu opět přibližně 6 %.

Na základě provedených měření doporučuji pro proces acidobazické titrace použití následujícího odměrného chemického nádobí: 250ml odměrné baňky a 10ml nedělenou pipetu.

## 6 Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo navrhnout ověření metodiky pro určování standardní nejistoty měření pro metodu acidobazické titrace vodných roztoků, konkrétně pro metodu alkalimetrie, kde odměrným roztokem hydroxidu byl titrován vzorek kyseliny chlorovodíkové o neznámé koncentraci. Byly naplánovány a realizovány tři série experimentů. Na základě získaných zkušeností z pracovního postupu a diskutovaných výsledků z prvotních sériích byly naplánovány další experimenty pro úpravu a zpřesnění původního postupu.

V přehledu současného stavu byla rozebrána všechna potřebná témata, jako samotný proces titrace, potřebné chemikálie, chemické nádobí a problematiku ohledně použití příslušných indikátorů. Následně byly rozebrány chyby měření, jejich historický vznik, jejich typy a způsoby (částečného) odstranění. Na toto téma navazovaly nejistoty měření, opět byly zmíněny jejich typy podle výskytu a původu vzniku a ke každému typu bylo uvedeno možné odstranění/snížení hodnoty nejistoty, pokud to daný typ povoloval.

V experimentální části byla navržena první série experimentů, která zahrnovala deset titrací kyseliny chlorovodíkové odměrným roztokem hydroxidu sodného, který byl standardizován roztokem kyseliny šťavelové. Z odměrného chemického nádobí byly použity 250ml odměrné baňky, 10ml nedělená pipeta a 25ml byreta. Výsledná koncentrace roztoku kyseliny chlorovodíkové vyšla v první sérii ( $0,117 \pm 0,011$ ) mol/l.

Po diskuzi výsledků byla navržena druhá série deseti titrací kyseliny chlorovodíkové za použití roztoku hydroxidu draselného standardizovaného roztokem kyseliny šťavelové. Bylo použito stejné nádobí jako v první sérii, pouze byl zvolen přesnější rozsah byrety. Výsledná hodnota koncentrace kyseliny chlorovodíkové vyšla ( $0,0987 \pm 0,0026$ ) mol/l.

Proto byla navržena třetí série deseti titrací kyseliny chlorovodíkové za použití stejných chemikálií jako v druhé sérii. Místo 25ml byrety byla použita byreta 10ml v plném rozsahu. Výsledná hodnota koncentrace kyseliny chlorovodíkové vyšla ( $0,1001 \pm 0,0019$ ). Došlo ke snížení výsledné rozšířené nejistoty o 42 % (z původních 0,0033 mol/l na 0,0019 mol/l). Výsledná nejistota jako RSD se snížila o 33 % (z 0,01446 na 0,00971).

Na základě výsledků ze třetí série byl vytvořen upravený postup pro měření acidobazické titrace, který je uveden v příloze A. Je v něm zdůrazněna volba vhodného odměrného nádobí. K nejmenším hodnotám výsledných nejistot by mělo vést použití následujícího nádobí: 10ml nedělená pipeta a 10ml byreta.

Případné další zlepšení by mohlo být v použití 100ml odměrné baňky namísto 250ml. Na použití menšího objemu zásobních roztoků však musí být brán zřetel při plánování celého postupu, aby připravených 100 ml postačovalo pro celý experiment.

## Seznam zdrojů

- [1] R. Levie, Aqueous Acid-Base Equilibria and Titrations. New York: Oxford University Press, 1999
- [2] M. Pueyo, J. Obiols and E. Vilalta, *Analyt. Communication*, 1996, 33, 205 [cit. 2.11.2017], <http://pubs.rsc.org/en/Content/ArticleLanding/1996/AC/AC9963300205#!divCitation>
- [3] V. J. Barwick, S. L. R. Ellison, *Analyst*, 1999, 124 [cit. 2. 11. 2017], <http://pubs.rsc.org/en/content/articlehtml/1999/an/a901845j>
- [4] ECKSCHLAGER, K., *Chemometrie*, ed.1.vydání, Praha: Univerzita Karlova, 1991, 156 s.
- [5] LibreTexts, Acid-Base titration, Chemistry, 2016 [https://chem.libretexts.org/Demonstrations\\_and\\_Experiments/Lab\\_Techniques/Titration/AcidBase\\_Titration](https://chem.libretexts.org/Demonstrations_and_Experiments/Lab_Techniques/Titration/AcidBase_Titration)
- [6] VONDRÁK, Dalibor a Jaroslav VULTERIN. *Analytická chemie*. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1985. 262 s.
- [7] HRUŠKA, K. – Bradík, J.: Stanovení nejistot parametrů při měření parametrů jakosti. Brno 2001. Vysoké učení technické v Brně
- [8] METTLER TOLEDO, “Fundamentals of Titration”, 1998
- [9] CHROMÝ, Vratislav. *Bioanalytika: analytická chemie v laboratorní medicíně*. 1. Vydání, Brno: Masarykova univerzita, 2002, 267 s.
- [10] DOŠKÁŘOVÁ, Š.: *Odhad nejistot chemických a mikrobiologických měření: metodická příručka*. Praha: Eurachem-ČR, 2003
- [11] National Center for Biotechnology Information. PubChem Compound Database; CID=4764, [citováno 3. 1. 2018] <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/4764> 8
- [12] SUCHÁNEK, M. - *Návaznost chemických měření. Používání referenčních materiálů v chemické analýze*. Kvalimetrie 14., EURACHEM-ČR, Praha 2004
- [13] STÖCKL, D., VAN UYTFANGHE, K., CABALEIRO, D. R., THIENPONT, L. M. - Calculation of Measurement Uncertainty in Clinical Chemistry. *Clin. Chem.*, 2005, 51, 1, p. 276–277
- [14] PLZÁK, Z., KORUNA, I., FRIEDECKÝ, B., KRATOCHVÍLA, J. - *Metrologická terminologie v analytické laboratoři*. In Budina, M. (Ed.), CD ROM publikace. Vydal SEKK ve spolupráci s Eurachem-ČR v roce 2003 (dostupné na webové adrese <http://www.sekk.cz>)
- [15] LUDVÍK, V., *Nejistoty měření, přesnost měření, správnost měření a otázky spojené se vzájemnou porovnatelností výsledků měření a s prohlášením o shodě s technickými specifikacemi*, ed. 1, ÚNMZ, 2005, 69 s., Sborníky technické harmonizace

## Seznam tabulek

[1] Tabulka 1 - Atomové a molekulové hmotnosti včetně nejistot .....	24
[2] Tabulka 2 - Naměřené hodnoty pro 250ml odměrnou baňku .....	26
[3] Tabulka 3 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace (COOH) <sub>2</sub> z I. série .....	26
[4] Tabulka 4 - Naměřené hodnoty pro nedělenou 10ml pipetu .....	27
[5] Tabulka 5 - Naměřené hodnoty pro byretu 25 ml v rozsahu 0-10 ml .....	28
[6] Tabulka 6 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace NaOH z I. série .....	29
[7] Tabulka 7 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace HCl z I. série .....	30
[8] Tabulka 8 - Hodnoty všech veličin potřebných pro výpočet koncentrace HCl z I. série .....	30
[9] Tabulka 9 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace (COOH) <sub>2</sub> z II. série .....	32
[10] Tabulka 10 - Naměřené hodnoty pro byretu 25 ml v rozsahu 10–20 ml .....	33
[11] Tabulka 11 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace KOH z II. série .....	34
[12] Tabulka 12 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace HCl z II. série .....	34
[13] Tabulka 13 - Hodnoty všech veličin potřebných pro výpočet koncentrace HCl z II. série ..	35
[14] Tabulka 14 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace (COOH) <sub>2</sub> z III. série .....	36
[15] Tabulka 15 - Naměřené hodnoty pro byretu 10 ml v rozsahu 0–10 ml .....	37
[16] Tabulka 16 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace KOH z III. série .....	38
[17] Tabulka 17 - Hodnoty veličin pro výpočet koncentrace HCl z III. série .....	39
[18] Tabulka 18 - Hodnoty všech veličin potřebných pro výpočet koncentrace HCl z III. série .	39
[19] Tabulka 19 - Souhrn výsledků jednotlivých sérií .....	40

## Příloha A: Postup měření

### Postup:

- 1) Přenos alikvotního objemu NaOH do titrační nádoby
  - a. Pomocí nedělené 10ml pipety přesně odměřte 10 ml roztoku NaOH
  - b. Přeneste roztok do titrační baňky
  - c. K roztoku přidejte pár kapek fenolftaleinu
- 2) Titrace NaOH standardním roztokem  $(\text{COOH})_2$ 
  - a. Do 10 ml byrety doplňte roztok  $(\text{COOH})_2$
  - b. Titrujte roztok NaOH v titrační baňce do bodu ekvivalence (pomalu přikapáváme roztok  $(\text{COOH})_2$  z byrety za současného míchání roztoku v titrační baňce)
- 3) Výpočet koncentrace roztoku NaOH
- 4) Přenos určeného objemu NaOH do titrační nádoby
  - a. Pomocí nedělené 10ml pipety přesně odměřte 10 ml roztoku NaOH
  - b. Přeneste roztok do titrační baňky
  - a. K roztoku přidejte pár kapek fenolftaleinu
- 5) Titrace NaOH kyselinou chlorovodíkovou
  - a. Vypláchněte byretu pomocí destilované vody zevnitř i vně
  - b. Do vypláchnuté byrety doplňte roztok HCl
  - c. Titrujte roztok NaOH v titrační baňce do bodu ekvivalence (pomalu přikapáváme roztok HCl z byrety za současného míchání roztoku v titrační baňce)
- 6) Výpočet koncentrace kyseliny chlorovodíkové

### Pomůcky:

- 250ml odměrná baňka, byreta 10 ml, nedělená pipeta 10 ml, lodička, lžička, titrační baňka, skleněná tyčinka, baňky, zátky, nálevka, kapátko

### Chemikálie

- 0,05M roztok  $(\text{COOH})_2$ , 0,1M roztok NaOH, roztok HCl neznámé koncentrace

## **Příloha B: Obsah přiloženého CD**

- Abstrakt CZ
- Abstrakt EN
- Bakalářská práce
- Klíčová slova CZ
- Klíčová slova EN
- Zadání