

Laboratorieoppgave 1:

Volumetrisk nøyaktighet og presisjon

Sverre Løyland og Karoline Fægri

1 Prelab

1.1 Mål og hensikt

- Vite hvordan fullpipette, målesylinder og målebeger brukes på korrekt vis for å oppnå høy presisjon.
- Kunne beregne nødvendig masse for tillaging av løsninger med en bestemt konsentrasjon.
- Kunne vurdere presisjon og nøyaktighet av data ved å tolke beregnet gjennomsnitt og standardavvik.

1.2 Statistikk

Nøyaktighet Nøyaktighet er et mål på hvor nærme målte verdier er den faktiske verdien, for eksempel om et pH-meter viser den faktiske pH-en i en løsning eller om den viser feil. Dersom gjennomsnittet til flere måleverdier er nærme den faktiske verdien sier man at resultatet er nøyaktig.

Gjennomsnittet \bar{x} til n målinger x_1, x_2, \dots, x_n er gitt ved

$$\begin{aligned}\bar{x} &= \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \\ &= \frac{1}{n} (x_1 + x_2 + \dots + x_n).\end{aligned}$$

Tegnet Σ uttales *sigma* er en stor, gresk *s* og står for sum. Det til høyre for Σ skal legges sammen. Under Σ står det en variabel (i dette tilfellet i) og hva den skal starte med å være (her starter den på 1). Så skal variabelen økes med 1 til og med den når det som står over Σ .

For eksempel ble en reaksjon utført fire ganger og massen av produktet i reaksjonen ble målt til $x_1 = 2,94 \text{ g}$, $x_2 = 3,10 \text{ g}$, $x_3 = 2,80 \text{ g}$ og $x_4 = 2,91 \text{ g}$. Da er $n = 4$ og gjennomsnittet er

$$\begin{aligned}\bar{x} &= \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \\ &= \frac{1}{4} (x_1 + x_2 + x_3 + x_4) \\ &= \frac{1}{4} (2,94 \text{ g} + 3,10 \text{ g} + 2,80 \text{ g} + 2,91 \text{ g}) \\ &= 2,9375 \text{ g} \\ &\approx 2,94 \text{ g}\end{aligned}$$

der det er rundet av til antall gjeldende siffer i siste linje.

Når målinger ikke er lik den faktiske verdien snakker man om feil, og man skiller mellom systematiske og tilfeldige feil.

Systematiske feil er når en feil gjentas for hver måling. Denne typen feil fører til unøyaktige målinger. For eksempel kan en ukalibrert vekt konsekvent vise 0,1 g for mye, og da blir også gjennomsnittet 0,1 g for mye.

Tilfeldige feil er når en måling svinger mellom flere verdier. For eksempel kan en vekt svinge mellom verdier fra 3,7 g til 3,8 g. Denne typen feil påvirker ikke nøyaktigheten og gjennomsnittet.

Presisjon Presisjon er et mål på spredningen til målte verdier. Størrelsene varians og standardavvik forteller hvor presise målinger er. Altså vil målinger med høy varians eller høyt standardavvik ha stor spredning og være upresise.

Variansen s^2 til n målinger x_1, x_2, \dots, x_n er gitt ved

$$\begin{aligned}s^2 &= \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \\ &= \frac{1}{n-1} [(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + \dots + (x_n - \bar{x})^2]\end{aligned}$$

der \bar{x} er gjennomsnittet. Standardavvik s er følgelig gitt ved $s = \sqrt{s^2}$.

For de samme verdiene i eksempelet for gjennomsnitt blir variansen

$$\begin{aligned}s^2 &= \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \\ &= \frac{1}{4-1} [(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + (x_3 - \bar{x})^2 + (x_4 - \bar{x})^2] \\ &= \frac{1}{4-1} [(2,94 \text{ g} - 2,94 \text{ g})^2 + (3,10 \text{ g} - 2,94 \text{ g})^2 + \\ &\quad (2,80 \text{ g} - 2,94 \text{ g})^2 + (2,91 \text{ g} - 2,94 \text{ g})^2] \\ &\approx 0,01536 \text{ g}^2\end{aligned}$$

Som man kan se blir dette fort mye regning, og det lønner seg å gjøre dette i et regneprogram eller programmere det.

Standardavviket blir $s = \sqrt{0,01536 \text{ g}^2} \approx 0,12 \text{ g}$. Vanligvis velger man å oppgi standardavvik med ett eller to signifikante siffer.

Mens nøyaktigheten påvirkes av systematiske feil er presisjonen upåvirket. Tilsvarende påvirker tilfeldige feil presisjonen mens nøyaktigheten er upåvirket.

Varians og standardavvik er helt analoge størrelser og forteller akkurat det samme. Man velger gjerne å oppgi presisjonen med standardavvik i stedet for varians fordi den har samme enhet som målingene. Varians brukes likevel i mange formler i statistikk fordi formlene blir mye enklere.

Relativ presisjon Det er ofte lite hensiktsmessig og sammenligne standardavvik for målinger med veldig forskjellig gjennomsnitt. Tenk deg at en kjemiker trenger 1000 g reaktant og 1 g katalysator til en reaksjon. Hvis standardavviket for begge oppmålingene er 1 g er variasjonen relativt større for katalysatoren enn reaktanten. Derfor bruker man noen ganger relativt standardavviket c_v gitt ved

$$c_v = \frac{s}{\bar{x}}$$

der s er standardavviket og \bar{x} er gjennomsnittet. Det relative standardavviket er ofte oppgitt i prosent.

1.3 Praktiske teknikker

1.3.1 Peleusballong

Peleusballongen har tre ventiler merket A , S og E som står henholdsvis for *air*, *suck* og *empty*. Når en ventil klemmes, åpnes den slik at luft kan strømme gjennom. Tenk gjennom hvordan luften kan strømme i ballongen når de forskjellige ventilene åpnes. Husk å sette ballongen *forsiktig* på pipetten så den ikke brekker.

Suge opp væske For å suge væske opp i pipetten må du først klemme ut luften i ballongen. Dette gjøres ved å åpne A og klemme ballongen. Nå kan væske suges opp i pipetten ved å åpne S forsiktig. Hvis ballongen fylles helt med luft, er det ikke noe sug lenger. Da må ballongen tømmes igjen ved å åpne A igjen og klemme ut luften.

Slippe ut væske For å slippe væske ut av pipetten åpnes ventil E . Dersom all væsken i pipetten skal slippes ut, er det ofte enklest å bare ta av ballongen.

Det er viktig at det ikke kommer væske opp i ballongen siden væsken kan renne ned senere og dermed endre volumet og/eller kontaminere (dvs. forurenses) væsken som pipetteres. Hvis du skulle få væske opp i ballongen, si fra til en veileder så den kan rengjøres. De vanligste måtene væske kommer opp i ballongen på er at man trykker for hardt på S -ventilen eller at man holder pipettespissen nede i bunnen av begeret man suger væske

opp fra. Da dekker bunnen fra hullet i pipetten inntil man løfter den og væsken skyter opp i ballongen.

1.3.2 Rengjøring av pipette

Før en pipette kan brukes, må den selvsagt være ren. For at pipetten skal være så ren som mulig, vaskes pipetten med løsningen som skal pipetteres. Dette gjøres ved å fylle pipetten til den er omtrent en tredel full. Pipetten holdes så på skrå over en vask og roteres slik at væsken dekker hele veggen i pipetten, også litt over merket. Det kan være lurt å ta av ballongen mens man gjør dette så man ikke får væske opp i den.

Når pipetten er ren, skal innsiden være dekket med en tynn væskefilm. Dersom det dannes dråper på veggen, er ikke pipetten ren.

1.3.3 Pipettering

- Sug væsken opp i pipetten til litt over merket.
- Løft pipetten ut av løsningen, og tørk spissen med lofritt papir så det ikke henger noe væske på utsiden.
- Hold et beger på skrå og la pipettespissen hvile mot veggen mens du taper væsken ned inntil bunnen av menisken når merket. Dette sørger for at det ikke henger en dråpe på spissen. Hvis du går forbi merket, må du starte på nytt.
- Når du er klar til å slippe væsken ned i et beger holder du begeret på skrå og lar pipettespissen hvile mot veggen, og så kan man ta av ballongen så all væsken renner ut. Etter at all væsken tilsynelatende er levert, fortsette å holde pipetten mot veggen og tell til 15.

På pipetten står det vanligvis $Ex + 15s$. Det betyr at pipetten er designet for å levere, *ikke inneholde*, det angitte volumet og at det tar 15 s å levere volumet.

1.3.4 Målesylinder og målebeger

Hell væske i begeret til bunnen av menisken er nær merket for ønsket volum. Fyll opp resten eller ta ut overflødig væske med en pasteurpipette til bunnen av menisken er ved merket.

1.3.5 Tillaging av løsninger

- Plasser et veieskip på vekten og tarer (dvs. nullstille vekten).
- Fyll veieskipet med en spatel til ønsket masse og overfør kjemikaliet til en målekolbe.
- Fyll litt løsemiddel i målekolben med en trakt og rist forsiktig til alt er løst, men pass på at minst mulig kommer på veggen over merket.

- Fyll opp til merket med resten av løsemiddelet. Igjen kan det være lurt å bruke en pasteurpipette når du nærmer deg merket, men i dette tilfellet kan du ikke ta ut løsning hvis du går over.

Dersom du veier ut for mye av stoffet må du ikke ta det tilbake i beholderen, ettersom dette kan kontaminere resten av stoffet i beholderen. Bare kast det overflødige stoffet.

I de fleste tilfeller er det ikke så viktig hvor mye stoff du har, bare at du vet nøyaktig hvor mye du har. I litteraturen står det derfor ofte *nøyaktig omtrent* som betyr vei ut omtrent så mye stoff som er oppgitt, men noter deg akkurat hvor mye det var.

1.4 Oppgaver

- Beregn antall gram NaCl som må løses i vann for å lage en 250,0 mL 3,000 M NaCl-løsning.
- Hvorfor er det nødvendig å vite temperaturen til løsningen når man utfører en kalibrering?
- Hvorfor må hvert forsøk gjentas flere ganger?
- Tabell 2 viser observert masse i en 10 mL-pipette fylt med vann. Fyll ut de tomme, skraverter cellene i tabellen. Du trenger å bruke Tabell 1.
- Hva er det reelle volumet oppgitt med usikkerhet i d)?
- Tabell 3 viser observert masse i en 10 mL-pipette fylt med 1,000 M NaCl-løsning. Fyll ut de tomme, skraverter cellene i tabellen for tettheten til saltløsningen.
- Hvordan stemmer verdien i f) med verdien i Tabell 1.
- Hvordan forventer du at presisjonen til en pipette, målesylinder og målebeger er i forhold til hverandre, og hvordan kan du finne og sammenligne disse presisjonene?

Er dette en god kilde? Det er en matematisk modell (greit nok), men journalen virker tvilsom. F.eks. står det nacl (ikke NaCl) i tittelen...

Tabell 1: Tetthet til vann og NaCl-løsninger ved utvalgte temperaturer [?].

$t/^{\circ}\text{C}$	$\rho_{\text{vann}}/\text{g mL}^{-1}$	$\rho_{1,00\text{ M NaCl}}/\text{g mL}^{-1}$	$\rho_{3,00\text{ M NaCl}}/\text{g mL}^{-1}$
15	0,991 29	1,0396	1,1163
16	0,998 97	1,0394	1,1159
17	0,998 89	1,0391	1,1155
18	0,998 62	1,0388	1,1151
19	0,998 43	1,0385	1,1147
20	0,998 23	1,0382	1,1144
21	0,998 02	1,0379	1,1140
22	0,997 80	1,0376	1,1136
23	0,997 56	1,0373	1,1132
24	0,997 33	1,0370	1,1128
25	0,997 08	1,0367	1,1124

Tabell 2: Observert masse av vann i 10 mL-pipette.

Replikat	$t/^{\circ}\text{C}$	$\rho_{\text{vann}}/$	m/g	$V/$
1	22		10,003	
2	22		9,980	
3	23		9,988	
4	23		9,991	
5	22		9,985	
gjennomsnitt				
standardavvik				
relativt standardavvik				

Tabell 3: Observert masse av 1,000 M NaCl-løsning i 10 mL-pipette.

Replikat	$t/^{\circ}\text{C}$	m/g	$\rho_{1,000\text{ M NaCl}}/$
1	21	10,501	
2	22	10,446	
3	22	10,482	
4	22	10,449	
5	23	10,497	
gjennomsnitt			
standardavvik			
relativt standardavvik			

2 Labøvelse

2.1 Mål og hensikt

- Bestemme det eksakte volumet til en fullpipette, en målesylinder og et målebeger, og få praktisk erfaring for korrekt bruk av volumetrisk utstyr som er viktig for senere labøvelser.
- Lage en løsning med en bestemt konsentrasjon.
- Vurdere presisjon og nøyaktighet av data ved å tolke beregnet gjennomsnitt og standardavvik.

2.2 Eksperimentelt

2.2.1 Utstyr

Tabell 4: Utstyr

vekt	(felles)
pipette	25 mL
målesylinder	25 mL
målebeger	25 mL
termometer	
veieskip	
peleusballong	
hansker	
natriumklorid	
ionebyttet vann	

I Tabell 4 er nødvendig utstyr oppgitt. Noter hvilken vekt du benytter og toleransen dens. Du burde bruke samme vekt til alle målingene dine for at de skal være konsekvente.

2.2.2 Kalibrering

Denne delen skal gjentas fem ganger hver for pipetten, målesylinderen og målebegeret.

Noter temperaturen til vannet du bruker.

Kalibrering av pipette Vei et rent begerglass. Pipetter vann over i begerglasset og vei på nytt.

Kalibrering av målesylinder og målebeger Vei en ren målesylinder/målebeger. Fyll vann til merket og vei på nytt.

2.2.3 Tetthet til saltløsning

Lag en 3,000 M NaCl-løsning i en 250,0 mL målekolbe. Se oppgave a) i prelabben for hvor mye salt du trenger.

Vei et rent begerglass. Bruk den kalibrerte pipetten og pipetter 25 mL av saltløsningen over i begerglasset og vei på nytt. Gjenta dette fem ganger.

3 Rapport

Øverst på rapporten skal det stå:

- Dato for gjennomføring av labøvelsen.
- Navn og plassnummer på laboratoriet.
- Navn på labpartner.
- Gruppenummer.
- Gruppelærer.

Rapporten skal inneholde:

Hensikt Forklar *kort* hensikten og målet med øvelsen med dine egne ord.

Eksperimentelt Forklar *kort* den eksperimentelle delen med egne ord.

Resultater Oppsummer målingene dine i tabeller.

Beregn gjennomsnitt, standardavvik og relativt standardavvik for pipetten, målesylindren og målebegeret.

Diskusjon

- Vurder resultatene dine.
- Sammenlign nøyaktigheten og presisjonen til det forskjellige utstyret. Hva finner du?
- Stemmer resultatene overens med forventningene?
- Skjedde det endringer eller feil under forsøket som kan ha påvirket resultatet?