

Utvikling av undervisningsopplegg; Overvåkning av estersyntese ved bruk av Vernier mini gasskromatograf

Eirik Gresaker Teigland



Masteroppgave
Lektorprogrammet
30 studiepoeng

Kjemisk institutt
Det matematisk-naturvitenskapelige fakultet

UNIVERSITETET I OSLO

05/23

Utvikling av undervisningsopplegg; Overvåkning av estersyntese ved bruk av Vernier mini gasskromatograf

Eirik Gresaker Teigland



Masteroppgave
Lektorprogrammet
30 studiepoeng

Kjemisk institutt
Det matematisk-naturvitenskapelige fakultet

UNIVERSITETET I OSLO

05/23

© Eirik Gresaker Teigland

2023

Utvikling av undervisningsopplegg; Overvåkning av estersyntese ved bruk av Vernier mini gasskromatograf

Eirik Gresaker Teigland

<http://www.duo.uio.no/>

Trykk: Reprosentralen, Universitetet i Oslo

IV

Sammendrag

Vernier har en mini gasskromatograf som er utviklet for bruk i undervisning. Mini gasskromatografen er solgt til en god del videregående skoler i Norge. Det finnes noen laboratorieforsøk på norsk som er utviklet for instrumentet, men det er et behov for flere undervisningsopplegg der instrumentet brukes. Målet med dette prosjektet var derfor å lage et undervisningsopplegg med bruk av Vernier mini gasskromatograf som kunne knyttes til flere kompetansemål i den nye læreplanen i kjemi 2. Det ble tatt utgangspunkt i et laboratorieforsøk fra Verniers forsøkssamling om overvåking av en estersyntese. Forsøket ble videreutviklet ved å redusere reaksjonstiden for å kutte ned på tidsbruk. Forsøket ble også gjort mer brukervennlig ved å gjøre produktdannelsen mer repeterbar og ved å øke antallet mulige utgangsstoffer. Det ble utviklet en prelab for å forberede elevene i forkanten av laboratorieøkten og en rapportmal til etterarbeidet. Forsøket ble testet ut på studenter i et kjemididaktikkemne på universitetet. Utprøvingen viste at alle studentene klarte å gjennomføre syntesen, og bruke mini gasskromatografen til å overvåke estersyntesen innenfor en tidsramme på 90 minutter. Studentene opplevde prelabben som nyttig ved at den var relevant og gjorde dem forberedt til forsøket. Studentene mente også at bruken av mini gasskromatografen gav en merverdi til forsøket. Videre arbeid er å justere forsøket slik at det også fungerer med den nye mini gasskromatograf modellen, Go Direct, som har en annen kolonne og detektor enn modellen brukt i denne utviklingen.

Forord

Jeg er endelig ferdig! Etter fem lange år på lektorstudiet er det på tide å si farvel til tidlige morgener og lange kvelder. På tide å dra videre inn i det voksne liv, som jeg har hørt inneholder tidligere morgener og lengre ... vent nå litt!

Ønsker først å fremst å takke kjemisk institutt for å arrangere vaffelonsdager (nesten) hver onsdag, dere har gjort reisene inn litt lysere!

Jeg ønsker å takke mine veiledere, Svein Tveit og Karoline Fægri, for deres dype kunnskap, engasjement i faget og tålmodighet da ting ikke gikk som det skulle. Jeg har spesielt mye å takke Svein for, da han stadig har vært tilgjengelig til å svare på spørsmål rundt instrumentet, bidra med tidligere kromatogrammer og for å ha funnet dette forsøket som oppgaven er basert på.

Takk til alle medstudenter, venner og familie. Dere har sammen sørget for at jeg aldri har kunne være ensom eller kjedet meg. Takk til Chris, min gode venn fra England som hjalp med å velge ut riktige farger for spørreundersøkelses tabellene for å være synlig for noen typer fargeblindhet. En ekstra takk til med-masterstudent Hoda Ali Kamil Hassan, som gjennom tykt og tynt har klart å hjelpe med faglig kunnskap, dårlig humor, underholdende samtaler og ikke minst for at du hjalp ved å holde arbeidspresset oppe gjennom hele semesteret. Hun har også bistått i diskusjoner rundt formuleringer og databehandling i oppgaven.

Til slutt vil jeg takke mine kjære foreldre. Jeg er evig takknemlig for at dere har hatt troen på meg i alle år, og kjempet da jeg ikke orket. Dere har gitt meg en barndom, oppvekst og opplevelser jeg aldri kommer til å glemme. Jeg kan nå stolt presentere at til tross for store utfordringer halvveis i skolegangen så har jeg til slutt kommet meg gjennom universitetet på normert tid. Deres støtte og kjærlighet hadde jeg ikke klart meg uten!

Innholdsfortegnelse

1	Introduksjon	1
1.1	Innledning	1
1.1.1	målet med oppgaven.....	1
1.2	Gasskromatografi.....	2
1.3	Vernier Mini GC plus	4
1.4	Kognitiv belastning.....	5
1.5	Læring fra laboratoriearbeid i kjemi.....	6
1.6	Læreplanen og norske lærebøkers tolkning	8
1.7	Observasjoner og spørreskjema	9
2	Metode.....	10
2.1	Kjemikalier og utstyr	10
2.2	Optimalisering av fremgangsmåten.....	11
2.2.1	Identifisering av optimaliseringspunkter.....	11
2.2.2	Optimalisering.....	12
2.3	Undersøke om det kan lages andre estere.....	13
2.4	Test av reproduserbarhet	15
2.5	Utvikling av prelab og rapportmal.....	16
2.5.1	Utvikling av et undervisningsopplegg rundt forsøket	16
2.6	Teste ut undervisningsopplegget med studenter.....	18
2.6.1	Pilotering	18
2.6.2	Utprøving med studenter	18
2.6.3	Personvern og forskningsetikk	19
3	Resultater.....	20
3.1	Optimalisering av fremgangsmåten.....	20
3.1.1	Introduksjon av røring.....	20
3.1.2	Introduksjon av forhåndsblanding.....	21
3.1.3	Endring av reaksjonstid.....	23
3.1.4	Endring av injeksjonsvolum.....	24
3.2	Undersøke om det kan lages andre estere.....	25
3.3	Test av reproduserbarhet	30
3.4	Utvikle et undervisningsopplegg rundt forsøket	31

3.5	Utprøving av undervisningsopplegget med studenter	32
3.5.1	Prelab.....	32
3.5.2	Deltakende observasjon.....	35
3.5.3	Rapport	36
4	Diskusjon.....	40
4.1	Optimalisering og videreutvikling av forsøket	40
4.1.1	Endring i forsøksbetingelser for syntesedelen	40
4.1.2	Undersøke om det kan lages nye estere	42
4.1.3	Endringer i forsøksbetingelsene for kromatograferingen.....	43
4.2	Utvikling og utprøving av et helhetlig undervisningsopplegg	44
4.2.1	Læringsutbytte og vektlegging i sin helhet	44
4.2.2	Erfaring fra prelab	45
4.2.3	Erfaring fra gjennomføring	46
4.2.4	Erfaring fra rapport.....	48
4.3	Hva er gevinsten ved å bruke GC	50
4.4	For videre utvikling	50
5	Konklusjon	52
	Litteratur.....	53
	Vedlegg	57

Figur 1:	Prinsippskisse for en gasskromatograf. Delene den består av er bæregass beholder, injeksjonsport, kolonne, kolonneovn, detektor og databehandler.....	2
Figur 2:	Fem forskjellige gjennomkjøringer av forsøket. Hver farge er en gjennomkjøring. På y akse er det relativt areal av produkt, og på x akse er reaksjonstid i minutter. Rådata kommer fra Tabell 8 i vedlegg.....	20
Figur 3:	Oversikt av fem gjennomkjøringer av forsøket med røring. Hver farge tilsvarer en gjennomkjøring av forsøket. På y akse er det relativt areal av produkt, og på x akse er reaksjonstid i minutter. Rådata kommer fra Tabell 9 i vedlegg.....	20
Figur 4:	Graf med oversikt over forholdstallet mellom relativt areal etanol og relativt areal eddiksyre. Hver av fargene tilsvarer et gjennomføring av forsøket, hvor rør 1 er på 20 minutter, rør 2 er 40 minutter og rør 3 er 60 minutter med reaksjonstid. Det ble gjennomført totalt 7 ganger. Rådata kommer fra Tabell 10 i vedlegg.....	21
Figur 5:	Sammenhengen til forholdstallene mellom etanol og eddiksyre, hvor reaktantene ble blandet på forhånd. Disse kommer fra fem forskjellige gjennomføringer av forsøket med forhåndsblending. Rådata kommer fra Tabell 12 i vedlegg.....	22

Figur 6: Forsøk med målinger hvert 10. minutt for å undersøke om 10 minutters intervaller er mulige. Alle reagensrørene fikk reagensene pipettert individuelt i hvert reagensrør, og forsøket ble kun gjennomført en gang. Verdiene kommer fra Tabell 14 i vedlegg.	23
Figur 7: Sammenlikning mellom kromatogrammene på 0,1 µL (gul graf) og 0,2 µL (blå graf). reaksjonsblandingen bestod av etanol, etylacetat og eddiksyre.	25
Figur 8: Kromatogram for blandingen av propan-1-ol, propylacetat og eddiksyre (blå graf), og blandingen av Butan-1-ol, butylacetat og eddiksyre (rød graf).	26
Figur 9: Kromatogram for separasjon av propylacetat blandingen. Parametrene er 30 grader ved 6 kPa.	27
Figur 10: Kromatogram for pentylacetat blanding. Denne blandingen hadde stått i 30 minutter.	28
Figur 11: Gjennomkjøring som brukte trykk og temperaturinnstillingene som fungerte bra på propylacetat, utprøvd på etylacetatblanding som hadde reagert 20 minutter.....	29
Figur 12: Injeksjon på instrument 1 av en blanding av aceton, etylacetat, propylacetat og heksan-3-on blanding. Denne injeksjonen er fra en gjennomføring julen 2018. Signalstyrkene og kromatogrammet er fra (Tveit, 2019).....	30
Figur 13: Injeksjon på instrument 1 av en blanding av aceton, etylacetat, propylacetat og heksan-3-on. Denne injeksjonen er fra en gjennomføring våren 2023.	30
Figur 14: Oversikt over forholdet mellom ny signalstyrke og gammel signalstyrke. Dette ble beregnet ved å ta gjennomsnittene fra de tre gjennomføringer fra år 2023, og dele dem på gjennomsnittene fra seks gjennomkjøringer fra år 2018.	31
Figur 15: Studentbesvarelse som viser utviklingen i reaksjonsblandingen over tid. Denne besvarelsen er gjort riktig, med reaksjonstiden på x-aksen og det relative arealet på y-aksen.	33
Figur 16: Studentbesvarelse som viser misforståelse for hva som skulle være på x- og y-akse. Her har studenten valgt relativt areal på x-aksen og retensjonstiden på y-aksen.....	34
Figur 17: Oversikt over svarene fra studentene som omhandlet prelabben. Studentene kunne svare på en skala fra 1 til 5, hvor 1 er uenig og 5 er enig. 3 er hverken enig eller uenig.....	35
Figur 18: Oversikt over studentenes svar på spørreskjemaet som omhandlet gjennomføringen av forsøket.	36
Figur 19: Eksempel på studentbesvarelse, som forteller lite om de forskjellige stoffblandingen og hva hver enkel signaltopp svarer til.....	37
Figur 20: Studentbesvarelse fra en rapport, hvor det ble plottet relativt areal mot retensjonstiden istedenfor reaksjonstiden.....	37
Figur 21: Studentbesvarelse fra en rapport, hvor relativt areal ble plottet korrekt mot reaksjonstiden.....	37
Figur 22: Oversikt over studentenes svar på spørreskjemaet som omhandlet etterarbeidet de gjennomførte.	38
Figur 23: Oversikt over studentenes svar for diverse spørsmål som omhandlet deres tidligere erfaring med estersynteser, og om de ønsket å gjennomføre dette forsøket med egne elever.	39
Figur 24: Kromatogram med tre gjennomkjøringer av etanol og eddiksyreblanding. Rør 1 er den røde grafen, rør 2 er den blå grafen og rør 3 er den grønne grafen. Reaksjonstiden for rør 1 er 10 minutter, rør 2 er 20 minutter og rør 3 er 30 minutter.....	65

Figur 25: Sammenlikning mellom signalstyrkene for hvert instrument fra 2018 og i 2023. Det svarte intervallet viser standardavviket for hver av søylene. 81

Forkortelsesliste:

Brukt i teksten

Fullstendig betydning

GC

Gasskromatografi

Vernier Mini GC Plus / Mini GC'en

Vernier Mini gasskromatograf Plus

Etylacetat blanding

Blanding av etanol, eddiksyre og etylacetat

Propylacetat blanding

Blanding av propan-1-ol, eddiksyre og propylacetat

Butylacetat blanding

Blanding av butan-1-ol, eddiksyre og butylacetat

Pentylacetat blanding

Blanding av pentan-1-ol, eddiksyre og pentylacetat

1 Introduksjon

1.1 Innledning

Kjemien på videregående skole består av mange forskjellige reaksjoner og konsepter elevene må bli kjent med. Læreverkene som brukes inneholder flere titalls forsøk som er designet med håp om å gi elevene en god oversikt over lab teknikker, instrumenter, bearbeide data og se teori i praksis (Haraldsrud et al., 2022; Knutsen et al., 2022b; Steen et al., 2022b). Ett av instrumentene som er godt etablert i analytisk kjemi er gasskromatografer. Selv om gasskromatografi ble oppfunnet allerede i 1952 av A.T. James og A.J.P Martin (Bartle & Myers, 2002), er det stort sett på universitetet hvor studenter først får muligheten til å jobbe med gasskromatografi (GC). Dette kommer trolig av hvor dyre instrumentene er, og at ingen undervisningsopplegg er tilpasset videregående skole og kompetansemål i kjemi.

Gasskromatografi har i nyere tid blitt mer tilgjengelig i videregående undervisning, da Vernier Mini gasskromatograf (Vernier Mini GC) ble lansert. Læremiddelfirmaet Fybikon AS har siden 2013 solgt omtrentlig 60 eksemplarer av tre forskjellige Mini GC modeller (Fybikon AS, personlig kommunikasjon, 10. mai 2023). Dette betyr at det allerede nå er flere skoler i Norge som har dette instrumentet. Av de få undervisningsoppleggene som er tilpasset mini gasskromatografen for norsk skole, er det kun kvantitativ og kvalitativ analyse som står i fokus (Tveit, 2019). Det er ingen forsøk der gasskromatografen brukes som et verktøy til å jobbe med andre kompetansemål enn kompetansemålet knyttet til kromatografi.

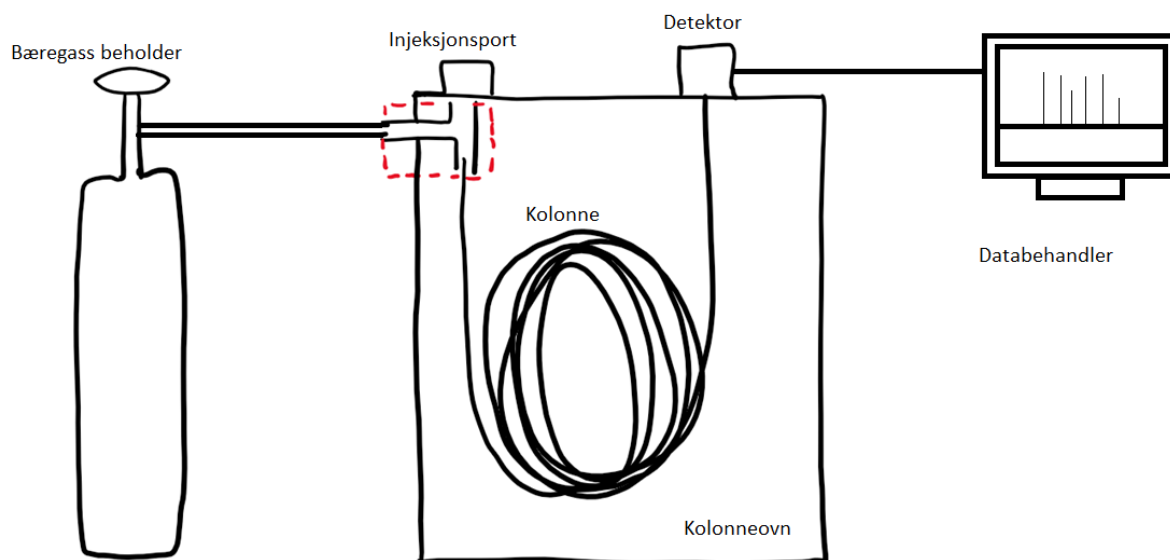
1.1.1 målet med oppgaven

I denne introduksjonen skal teori rundt gasskromatografi, Vernier mini GC Plus, som brukes i oppgaven, kognitiv belastning, læring på laboratoriet og lærebøkers tolkning av den norske læreplanen gjøres rede for. Målet med oppgaven er å ta et eksisterende forsøk fra forsøkssamlingen til Vernier og utvikle et undervisningsopplegg tilpasset til norsk skole (Nam et al., 2012). Forsøket er en overvåkning av en estersyntese ved regelmessige tidsintervaller med bruk av Vernier Mini GC. For å tilpasse det den norske skolen, er det nødvendig at undervisningsopplegget dekker kompetansemål fra fagfornyelsen (UDIR, 2021c). Det er også ønskelig at det passer inn i en 90 minutters økt som er en vanlig norsk tidsramme for undervisningstid og at forsøket er repeterbart. For å dekke kompetansemålene, vil det utvikles

en prelab og rapportmal som har som mål å gi elevene kunnskap og erfaringer som er relevante for faget. Forsøketiden vil bli redusert ved å teste ut forskjellige endringer i fremgangsmåten for å være tidsbesparende. Repeterbarheten skal økes ved å optimalisere fremgangsmåten, og fremgangsmåter med andre estere vil bli utviklet for å redusere sannsynligheten for å måtte bestille nye kjemikalier. For å sørge for at forsøket er reproducerbart, har det blitt gjennomført mye laboratoriearbeid fremfor fokus på å studere artikler. Produktet av denne oppgaven skal være et helhetlig undervisningsopplegg.

1.2 Gasskromatografi

GC er en teknikk for separasjon av stoffer som separeres ved hjelp av to forskjellige faser; en mobil fase og en stasjonær fase. For at stoffer skal kunne separeres ved bruk av GC, er det nødvendig at stoffene både er flyktige, og at de er termostabile (Lundanes et al., 2014, s. 17). En gasskromatograf er bygd opp av forskjellige deler: bæregass beholder, injeksjonsport, kolonne, kolonneovn, detektor og databehandler. En prinsippskisse er nedenfor i Figur 1.



Figur 1: Prinsippskisse for en gasskromatograf. Delene den består av er bæregass beholder, injeksjonsport, kolonne, kolonneovn, detektor og databehandler.

Den mobile fasen er hva som driver stoffene gjennom kolonnen og til detektoren, og den stasjonære fasen er hva som hindrer stoffene fra å gå samlet rett til detektoren. GC bruker gass som mobil fase. Denne gassen er ideelt sett en inert gass som hydrogengass, nitrogengass eller heliumgass for ikke å kunne reagere med hverken den stasjonære fasen eller stoffene i løsningen (Lundanes et al., 2014, s. 17). Den stasjonære fasen befinner seg i kolonnen til

instrumentet, og har ulik grad av polaritet. Den stasjonære fasen separerer på grunnlag av antall interaksjoner mellom blandingen som skal analyseres og den stasjonære fasen. Ventilen kan enten være split / splitfri, flerport eller på kolonne. Splitfri og på kolonne sørger begge for at alt av den injiserte blandingen går inn i kolonnen. Flerport gir mulighet til å få injisert et fast volum hver gang mer pålitelig. Split injektor gir mulighet for at overflødig løsning ikke går inn i kolonnen, og motvirker overbelastning av kolonnen. Den vanligste kolonnen er wall coated open tubular for GC (Lundanes et al., 2014, s. 26), som er åpne kolonner der den stasjonære fasen er en film som sitter på innsiden av kolonneveggen, men det finnes også pakkede kolonner hvor den stasjonære fasen er festet på overflaten av totalporøse silikapartikler som fyller hele kolonnen. Det finnes mange forskjellige detektorer, men for å nevne noen så finnes massespektrometer (Van Asten, 2002) og flammeionisasjonsdetektor (Harris & Lucy, 2020, s. 685). Løsningen injiseres i ventilen, og blir deretter fraktet gjennom kolonnen ved hjelp av bæregassen. Her separeres stoffene basert på hva den stasjonære fasen består av. Etter å ha passert kolonnen, går stoffene inn i detektoren, hvor stoffene lager et signal som blir sendt til en PC hvor dataen kan behandles (Harris & Lucy, 2020). Tiden det tar fra et stoff blir injisert til det blir detektert kalles retensjonstiden til stoffet.

GC har flere parametere som kan justeres for å optimalisere separasjon og kutte ned på analysetiden uten å bytte kolonne (og dermed stasjonær fase). Disse er: temperatur inkludert temperaturgradient og mobilfasehastighet. Temperaturen påvirker hvor lenge stoffene befinner seg i stasjonær og mobil fase, ved en lavere temperatur vil stoffene tilbringe lenger tid i den stasjonære fasen enn den ville gjort ved en høyere temperatur. Dette betyr at en høyere temperatur kutter ned på retensjonstiden, og dermed også analysetiden. Ulempen til høyere temperatur er at stoffer kan få en dårligere separasjon. To stoffer med nære kokepunkter vil begge tilbringe mer tid i mobile fasen, og ankomme detektoren omtrent likt. Temperaturgradient anvendes når det er store forskjeller mellom retensjonstidene til de forskjellige stoffene i løsningen, for å kunne kutte ned på analysetiden og få smalere topper. Et eksempel på dette er hvis man har to stoffer som har retensjonstid på 3 minutter og 4 minutter, og ett på 30 minutter, er det gunstig å øke temperaturen etter 4 minutter har gått for å fremskynde retensjonstiden til det tredje stoffet. Ulempen med dette er at instrumentet må kjøles ned igjen før det er klart for neste injeksjon. mobilfasehastigheten endrer på hvor lang tid det tar før stoffene i en løsning dyttes gjennom kolonnen. En høyere mobil fase hastighet gir stoffene en kortere retensjonstid.

1.3 Vernier Mini GC plus

Vernier Mini GC Plus er en gasskromatograf fra Vernier som er beregnet for undervisning (*Vernier mini GC Plus - User manual*, 2018, s. 6). Den har en Seacoast Science MEMS chemi-capacitive detector som tillater bruk av luft som mobil fase og kan detektere blant annet alkoholer, aldehyder, ketoner, karboksylsyrer og estere. Kolonnen er en 11 meter lang kapillærkolonne som har en dimetyl polysiloxan som stasjonær fase, og benytter seg av på-kolonne injeksjon. På-kolonne injeksjon betyr at for ikke å overbelaste kolonnen kan den injiseres mellom 0,01 og 0,6 μL med løsning. Den er i stand til temperaturer mellom 30°C og 160°C med maksimal temperaturgradient på 10°C per minutt. Den kan ha trykk mellom 1 og 21 kPa over vanlig lufttrykk som tilsvarer mellom 0,54 til 11,3 mL/min i flow rate ved 45°C, formelen som brukes er

$$\text{Mobilfasehastighet } \left(\frac{\text{mL}}{\text{min}}\right) = 0,54 * x \text{ Trykk (kPa)}$$

(*Vernier mini GC Plus - User manual*, 2018). Den kan anvendes på de fleste organiske stoffer, men har begrensninger når det kommer til størrelse og kokepunkt på stoffene. Nedenfor i Tabell 1 er et utdrag fra en tabell i brukermanualen som viser typisk størrelse og godttatte kokepunkter av alkoholer, karboksylsyrer og estere som kan brukes i instrumentet (*Vernier mini GC Plus - User manual*, 2018, s. 10):

Tabell 1: Oversikt for hvilke størrelser av alkoholer, karboksylsyrer og estere som kan injiseres i Vernier Mini GC, og intervallet for kokepunktene. Utdraget er tatt fra brukermanualen. (*Vernier mini GC Plus - User manual*, 2018, s. 10)

Stofftype	Typiske stoffer (størrelse)	Intervall for godttatte kokepunkter (°C)
Alkoholer	$C_1 - C_6$	50 – 175
Karboksylsyrer	$C_1 - C_4$	100 – 150
Estere	$C_2 - C_{10}$	30 – 200

Vernier har også nylig lansert en ny modell av mini gasskromatografen sin som heter Go Direct Mini GC. Den har mange av de samme funksjonene som den eldre modellen, men detektoren og kolonnen er endret. Den nye modellen Seacoast Science carbon-nanotube chemiresistive detektor og en Restek MXT-502.2 kolonne med en difenyl/dimetyl

polysiloxane stasjonær fase. Endringen i detektoren og kolonnen tilsier at det vil være forskjell både i separasjon mellom stoffer og deteksjon for stoffene. Endringen i detektor skal medføre et bedre signal for upolare forbindelser (*Go Direct® Mini GCTM User Manual – Vernier, u.å.*).

1.4 Kognitiv belastning

I møte med læringssituasjoner, er det flere faktorer som påvirker læringsutbyttet hos elevene. En av de punktene som er viktig å være bevisst over er de kognitive belastningene som elever blir utsatt for. Intrinsic-, extraneous- og germane-load er kognitive belastninger som elever møter på i læringssituasjoner. Kognitive belastninger er viktige for læring, men det er viktig å ikke få kognitiv overbelastning. Sweller et al. (2019) omtaler de tre forskjellige belastningene som:

- Intrinsic (iboende) load er belastningen som kommer av kompleksiteten til temaet som skal læres i lys av kunnskapen til personen som blir presentert temaet.
- Extraneous (ytre) load er en belastning som kommer av grunner og temaer som ikke fremmer læring.
- Germane (strukturende) load er belastningen som kommer fra hjernens arbeid med å bearbeide ny informasjon til egen kunnskap. Det innebærer å få informasjonen fra arbeidsminnet inn i langtidsmminnet.

Disse tre legger grunnlaget for hva elevene må takle i praktisk undervisning og som lærere må tilrettelegge for i undervisningen. Den ytre belastningen må minimeres for å kunne gi rom til eleven for å fokusere på de iboende- og strukturende belastningene. Det er også viktig å være klar over at en reduksjon i ytre belastning kan redusere den totale belastningen på eleven i læringssituasjonen (Sweller et al., 2019). Ytre belastning kan også bli funnet i annen litteratur omtalt som «støy» i undervisningen (Ringnes & Hannisdal, 2014, s. 197). For å redusere støyet foreslår Ringnes & Hannisdal (2014) blant annet å sette klare mål for aktiviteten, la elevene forberede seg til aktiviteten, redusere informasjonen til elevene, og sette av tid til oppsummering og diskusjon av aktiviteten enten gruppevis eller i helklasse sammenheng.

1.5 Læring fra laboratoriearbeid i kjemi

Laboratoriearbeid har mange dimensjoner, men noen av evnene de ønsker å utvikle hos elevene er å tolke eksperimentelle data, formulere hypoteser og bruke laboratorieferdigheter til å gjennomføre eksperimenter (Kirschner & Meester, 1988, s. 88). Den praktiske undervisningen i seg selv er noe omdiskutert. Studiene Hofstein og Lunetta (1982) undersøkte viste tegn til at laboratoriearbeid kunne medføre positive holdninger til faget blant studenter (s. 210). Miller et al. (2004) har også funnet at studenters oppfatning av bruk av instrumenter i laboratorieundervisningen er generelt positivt (s. 1808). Dette mener de kommer fra både å kunne koble kjemien med den virkelige verdenen, samtidig som det lar dem utvikle viktige ferdigheter for senere i livet.

Når det kommer til læring derimot, er det studier som har funnet at praktisk arbeid alene gir et dårlig grunnlag for læring av teori. Dette gjelder spesielt rundt idéen om at elevene vil oppdage eller skjønne teorien ut i fra praktiske resultater alene (Abrahams & Millar, 2008). De fant også at det var en merkbar forskjell mellom hva elevene husket og hva læreren ønsket de skulle lære (Abrahams & Millar, 2008, s. 1963). Det var vanlig for elevene å huske hva de hadde gjort, fremfor hvilke idéer de var ment til å få ut av øvelsen. Gunstone har også funnet at det ofte er fare for at laboratorieøkten får et stort fokus på å gjennomføre forsøket, fremfor å tenke på konseptene de er ment til å fremme (Woolnough, 1991, s. 74). Han mener derfor at det er viktig at elevene jobber mer med de teoretiske konseptene, og mindre fokus på det eksperimentelle arbeidet på laboratoriet.

Selv om mange mener at laboratoriet kan brukes til å lære bort praktiske ferdigheter, vil Conway et al. (1963) argumentere for at det har vært en mangel på mulighet til å observere riktig teknikk fra fagpersoner. I nyere tid så er det derimot større muligheter for dette, gjerne ved hjelp av digitale videoer (Agustian & Seery, 2017). Stieff et al. (2018) bemerket en tydelig tidsbesparende effekt ved å ha prelab videoer som introduserer temaet, prosedyren og spesifikke teknikker for forsøket (s. 1263). Videoene har gjort det mulig for studenter å observere god lab teknikk (Koehler & Orvis, 2003, s. 607).

En prelab har som mål å forberede studenter på diverse aspekter om laboratorieundervisningen. I en samlingsartikkel fra Agustian & Seery (2017) fant de at prelabber generelt hadde en positiv påvirkning på laboratorieøkten. Fordelene var blant annet å øke effektiviteten på laboratoriet, at studenter føler seg bedre forberedt på konseptuelle

aspektene og at de kan føle seg mer selvsikre på laboratoriet (Agustian & Seery, 2017, s. 524). Disse funnene blir også støttet av blant annet Peteroy-Kelly (2010), som fant noen av de samme fordelene, og at over 80% av studentene følte at prelabben hjalp dem med å møte forberedt på laboratoriet (s. 10).

I studien Abrahams & Millar (2008) gjennomførte, ble det observert at det var stor mangel fra lærers initiativ til å bruke elevs resultater til å fremme diskusjon om innsamling, analyse og tolkning av empirisk data (s. 1953). Med fagfornyelsen har utforskning blitt ett av hovedpunktene for læreplanen (UDIR, 2021c), og det kan derfor være lurt å inkludere den typen diskusjoner med elever. Selv om forsøket ikke nødvendigvis er planlagt for utforskning, kan elevene fortsatt oppfordres til å kritisk vurdere innsamlede data og fremgangsmåte (UDIR, 2021a). Det er en fordel om læreren griper inn underveis i det praktiske arbeidet, for å gjøre elevene bevisst på hensikt og mål i enkelte steg i prosedyren. Dette er siden studenter kan gjennomføre forsøk uten å være klar over hensikten bak noen av stegene de gjør i prosedyren (Moreira, 1980, s. 447). Det er derfor viktig for lærere å fremme diskusjon med og blant elever ved å stille godt formulerte spørsmål om temaet underveis.

Laboratoriesikkerheten inkluderer blant annet fareidentifisering og risikovurdering, beredskap og avfallshåndtering (Walters et al., 2017, s. 162). Alle disse punktene er viktige for at elevene skal være trygge på laboratoriet. Det praktiske arbeidet i kjemi inkluderer ofte kjemikalier som enten er farlig for elevenes helse eller krever bestemt avfallshåndtering. For å forebygge både personskade og skade på miljø er det derfor viktig at elevene tar en aktiv del i å vurdere risikoen som de kommer til å møte i undervisningen (Walters et al., 2017, s. 170). En prelab er ofte brukt for nettopp denne hensikten, å gjøre elevene forberedt på stegene de må passe på for å øke sikkerheten på laboratoriet.

1.6 Læreplanen og norske lærebøkers tolkning

Læreplanen for kjemi 2 ble utarbeidet med fagfornyelsen i LK20, og har nå blitt implementert fullstendig i den norske skolen. Den inkluderer grunnleggende ferdigheter, kjerneelementer, kompetansemål og tverrfaglige temaer som elevene skal utvikle i løpet av året i kjemi 2.

De grunnleggende ferdighetene som er relevante for oppgaven er å kunne lese som innebærer blant annet å følge, forstå og vurdere forsøksbeskrivelse, og digitale ferdigheter som innebærer å bruke digitale ressurser til å samle inn og bearbeide data og lage visualiseringer fra eget arbeid (UDIR, 2021a).

Kjerneelementene som er relevante for oppgaven er *praksiser og tenkemåter i kjemi*, som omhandler blant annet hvordan naturvitenskapelige hypoteser brukes og hvordan disse er knyttet til eksperimenter og forsøk, og *Anvendt kjemi* som innebærer blant annet å bruke kjemiske prinsipper og teorier for kritisk å vurdere informasjon og vurderinger knyttet til helse, miljø og sikkerhet (UDIR, 2021b).

Kompetansemålene denne oppgaven tar for seg er «*Gjøre rede for reaksjonstypene addisjon, eliminasjon, substitusjon, hydrolyse og kondensasjon...*», «*Gjøre rede for prinsipper for kromatografi og bruke kromatografi for å separere og analysere organiske stoffblandinger.*» «*Gjennomføre synteser og gjøre rede for faktorer som påvirker utbytte og renhet i synteser*» (UDIR, 2021c)

I kjemi 2 er lærebøkene som er mest utbredt i Norge *Aqua 2*, *Kjemi 2* og *Kjemien Stemmer 2* (Haraldsrud et al., 2022; Knutsen et al., 2022a; Steen et al., 2022a). Disse bøkene har til felles et mål om å hjelpe elever i norsk skole gjennom kompetansemålene for faget kjemi 2. For å dekke de tre kompetansemålene ovenfor har de inkludert forklaringer på teori, og praktiske øvelser for å gi en god introduksjon til både reaksjonstyper i organisk kjemi, og kromatografi. Denne oppgaven tar kun for seg disse tre læreverkene i kjemi 2, og ikke kjemi 1 læreverkene. Selv om læreverkene i kjemi 2 referer til kjemi 1 bøkene for estere, er ikke estere eller kondensasjonsreaksjoner eksplisitt dekket i læreplanen for kjemi 1.

Både *Aqua 2* og *Kjemi 2* har et likt omfang rundt informasjonen om gasskromatografi (Haraldsrud et al., 2022, s. 216–218; Steen et al., 2022a, s. 215–218). De inkluderer generell informasjon om kolonnelengder og temperaturer, hva stoffene separeres basert på og vanlige krav for bæregass. *Kjemien Stemmer 2* dekker instrumenteringen til en gasskromatograf og

stoffene som er egnet for separasjon. Estere, som blir dannet gjennom kondensasjonsreaksjoner, blir nevnt i alle tre læreverkene i ulik grad. Det blir påpekt at reaksjonstypen er en likevekt hvor små molekyler (ofte vann) avspaltes når to molekyler går sammen og danner et større molekyl. *Kjemien Stemmer 2* nevner i tillegg de fruktige luktene estere ofte er assosiert med (Knutsen et al., 2022a, s. 194–195).

Aqua 2 har både tynnsjiktskromatografi og papirkromatografi inkludert i sine forsøk, *Kjemi 2* har ingen form for kromatografi i sine praktiske øvelser og *Kjemien Stemmer 2* både et forsøk med gasskromatografi og flere forsøk med tynnsjiktskromatografi.

Kjemi 2 sitt forsøk som er en estersyntese av etylacetat, hvor hensikten er å se hvilken påvirkning bruk av katalysator har for reaksjonen ved å ha ett rør med svovelsyre, og ett uten. Den andre delen av forsøket innebærer en estersyntese mellom butan-1-ol og iseddik, isoamylalkohol og iseddik, og etanol og heksansyre. Disse tre esterene blir brukt til å sammenlikne lukter, og skrive de forskjellige kjemiske likningene for prosessene som skjer (Haraldsrud et al., 2022, s. 237–238).

Studieboken til *Aqua 2* inneholder en estersyntese gjennomført på mikroskala. Reaksjonen er mellom benzosyre og etanol der det dannes etylbenzoat. Forsøket fokuserer på beregninger av utbytte, bruk av katalysator, og arbeid på liten skala (Steen et al., 2022b, s. 151–152).

Kjemien stemmer 2 studiebooken har et forsøk som bruker Vernier Mini GC til å identifisere stoffer i en ukjent blanding ved å sammenlikne retensjonstidene til standardene, i sammenlikning med retensjonstidene til den ukjente blandingen. Stoffene som brukes i forsøket er aceton, butanon og heksan-3-on (Knutsen et al., 2022b, s. 118–119).

1.7 Observasjoner og spørreskjema

Et spørreskjema blir ofte brukt for innhenting av data (Berg et al., 2023). De kan inneholde spørsmål som har en Likert-skala fra 1 til 5, hvor 1 er svært uenig, 2 er uenig, 3 er både og / vet ikke, 4 er enig og 5 er svært enig (Malt & Grønmo, 2023). Spørsmål som tillater fritekst svar kan også brukes for å innhente mer nyansert data.

2 Metode

I denne delen vil det presenteres hvilke kjemikalier som ble brukt for forsøkene, samt instrumentene sine innkjøpsdatoer og eventuelle reparasjonsdatoer. Videre legges fremgangsmåten frem for hvordan optimaliseringspunktene ble funnet ved gjennomføring av det originale forsøket og metoden for hvordan disse optimaliseringspunktene ble arbeidet videre med. Deretter introduseres metodikken for undersøkelse av andre estere som propylacetat, butylacetat og pentylacetat. Etter dette skal undersøkelsen for forsøkets reproduserbarhet fortelles. Utviklingen av prelab og etterarbeid blir deretter beskrevet, og hvordan undervisningsopplegget ble utprøvd på studenter.

2.1 Kjemikalier og utstyr

Kjemikaliene brukt i forsøket var eddiksyre (GPR RECTAPUR 100%), etanol (AnalaR NORMAPUR 100%), propan-1-ol (AnalaR NORMAPUR), butylacetat (AnalaR NORMAPUR), pentan-1-ol og aceton (GPR Rectapur) fra VWR (Fontenay-sous-Bois, Frankrike), etylacetat fra Sigma-Aldrich (Mexico), butan-1-ol fra Sigma Aldrich (USA), propylacetat fra Merck (Darmstadt, Tyskland), Dowex 50 x 2 ionebytte resin fra Acros Organics (NJ, USA).

Utstyret brukt til forsøket var 1 µL glassprøytene fra Hamilton (Reno, NV, USA), reagensrørene var fra Pyrex (England), målesylinder, varmeplate med røring TMA (0-330°C, 0-1600 RPM) og termometer (0-200°C) fra Assistent (Sondheim, Tyskland), begerglassene på 250 mL var fra Simax (Tsjekkoslovakia), parafilm fra American National Can (Greenwich, CT, USA).

Gasskromatografene

Vernier mini GC plus fra Vernier (Beaverton, OR, USA). Det var totalt fire forskjellige Vernier mini GC plus, som blir omtalt som instrument 1 eller GC 1 (kjøpt inn i 2013, måtte skifte detektor og kolonne i 2016), instrument 2 eller GC 2 (kjøpt inn 2015), instrument 3 eller GC 3 (kjøpt inn 2016, hovedsakelig brukt under all utprøvning) og instrument 4 eller GC 4 (kjøpt inn 2016).

2.2 Optimalisering av fremgangsmåten

2.2.1 Identifisering av optimaliseringspunkter

Forsøket som er i fokus er som tidligere nevnt en overvåkning av en estersyntese som er forsøk #18 funnet i Verniers forsøkssamling under navnet «Synthesize Ethyl Acetate by Fischer Esterification» (Nam et al., 2012). Forsøket handler om å syntetisere etylacetat fra etanol og eddiksyre. Dannelsen av etylacetat overvåkes ved at reaksjonsblandingen analyseres med gaskromatografi ved ulike tidspunkt i reaksjonsforløpet.

Forsøket ble gjennomført totalt fem ganger etter forsøksbeskrivelsen, for å identifisere utfordringer i fremgangsmåten. Noen av problemene som gjorde at det ble nødvendig å se på optimalisering var at forsøket tok for lang tid til å passe inn i en 90 minutters økt, produktbildingen var lite repeterbar, separasjonen hadde forbedringspotensialer og forholdet på det relative arealet mellom de to reaktantene i forsøket varierte kraftig mellom de tre rørene innenfor samme gjennomkjøring.

Til tre reagensrør ble det tilsatt 1 mL etanol, 1 mL eddiksyre med en plastsprøyte og en spatelstikk med Dowex ionebbytterresin. Rørene ble merket 1, 2 og 3. Rørene ble tettet med en kork, og satt i et vannbad som holdt 65-70°C. Etter 20 minutter ble rør 1 tatt ut av vannbadet og satt i et isbad i 2 minutter for å stoppe reaksjonen, før 0,2 µL av løsningen ble injisert i mini GC'en. Dette ble repetert med rør 2 etter 40 minutter, og rør 3 etter 60 minutter. Mens reaksjonen pågikk ble 0,1 µL av standardene injisert i Mini GC'en. Til slutt ble arealet under toppene i de ulike kromatogrammene beregnet med logger pro 3, og de relative arealene ble sammenliknet mellom rør 1, 2 og 3.

Trykk og temperaturprogrammet som originalt beskrevet i forsøket til Mini GC'en er vist i Tabell 2 nedenfor:

Tabell 2: Trykk- og temperaturprogrammet som ble brukt i det originale forsøket.

Start temperatur	35°C
Holde tid	1 min
Temperaturgradient	5°C/min
Slutt temperatur	45°C
Holde tid	5 min
Total lengde	8.0 min
Trykk	3.5 kPa

2.2.2 Optimalisering

Etter gjennomkjøringene av det originale forsøket var første prioritet å sørge for at produktet ble produsert, da dette var lite pålitelig i gjennomkjøringene som ble gjort. Forsøket nevnte ingen form for røring i reagensrørene under reaksjonen, noe som virket som en logisk start på å øke produkdannelsen. For å undersøke dette, ble det gjennomført fem gjennomkjøringer av forsøket med tilsetning av magnetrører i hvert reagensrør. For å se om det var en forskjell, ble de relative arealene til produktet dokumentert og sortert etter reaksjonstiden 20 minutter, 40 minutter og 60 minutter.

Etter produkdannelsen ble utviklet, ble det undersøkt om det var mulig å ha et mer jevnt forhold mellom de to reaktantene i blandingen. Siden overføringen av de to reaktantene ble gjort med plastdråpeteller, var det rom for store variasjoner med volumet som ble overført til hvert rør. For å forsøke å gjøre forholdet mellom reaktantene mer jevne i samme gjennomføring, ble det tenkt at å måle ut 3 mL av hver av reaktantene i en målesylinder, for så å blande de to stoffene på forhånd, ville det være samme løsning som utgangspunkt i de tre rørene, og dermed ha et mer jevnt forhold mellom reaktantene. Dette ble utprøvd fem ganger, og sammenlikningen ble gjort til slutt ved å ta forholdet mellom det relative arealet til de to reaktantene, og sammenlikne endringen forholdstallet mellom de tre rørene i samme

gjennomkjøring av forsøket. Til slutt ble forholdstallene plottet inn i en graf, og sammenliknet med det originale forsøkets forholdstall.

Videre ble det å se på utfordringen om tid, siden i kjemiprogramfag gjennomføres gjerne laboratorieundervisning i en dobbeltime, med typisk varighet rundt 90 minutter. Den opprinnelige reaksjonen hadde i seg selv en varighet på 60 minutter. Dette gjorde at det ble nødvendig å se etter muligheten for å senke reaksjonstiden til forsøket. For å prøve ut dette, ble det gjort klart fem reagensrør merket 1 til 5, og ett rør ble tatt ut hvert 10 minutt, satt i isbadet, og injisert i gasskromatografen. Dette gav en total reaksjonstid på 50 minutter, som også kunne si noe om reaksjonen endret seg etter 30 minutters merket. Det relative arealet til produktet ble funnet for hvert rør, og en graf ble laget hvor det relative arealet ble plottet mot reaksjonstiden. Etter det ble verifisert at produktdannelsen var detekterbar allerede etter 10 minutter og økte jevnt hvert 10. minutt, ble det gjennomført fem gjennomkjøringer med tre rør. Hver gjennomkjøring hadde rør merket 1, 2 og 3, hvor rør 1 ble tatt ut etter 10 minutter, rør 2 etter 20 minutter og rør 3 etter 30 minutter. Produktdannelsen ble også overvåket her, og hvert run ble et eget plott i en graf. Til slutt ble grafen sammenliknet med produktdannelsen til fem gjennomkjøringer som kun hadde røring og reaktanter blandet på forhånd som endringer fra den originale fremgangsmåten.

Siste optimaliseringen som ble utprøvd var endring av injeksjonsvolum. Hensikten var å forsøke å forbedre kromatogrammene, da noen av stoffene gav ikke-symmetriske signaler. For å undersøke dette ble det injisert 0,2 μL og 0,1 μL fra fem forskjellige løsninger, og toppene ble sammenliknet. Selv om 0,1 μL ble brukt permanent etter denne utprøvingen, var dette som følge av en misoppfatning om at toppene ble smalere uten å ha negative effekter.

2.3 Undersøke om det kan lages andre estere

For å utvide mulighetene for skoler til å bruke kjemikalier de allerede har tilgjengelig, ble estersyntesen også vurdert med andre syrer og alkoholer enn de som ble brukt i originalforsøket. For de nye kombinasjonene ble det først og fremst vektlagt at utgangsstoffene var trygge og praktiske å jobbe med, og at utgangsstoffer og produkt ble tilfredsstillende separert ved gasskromatografien. Lukten spilte også en rolle, siden elever ofte blir fortalt at estere har søtlige eller fruktige lukter. Etylacetat har veldig gjennomtrengende lukt som ikke var fruktig, noe elevene kunne finne skuffende eller forvirrende.

Eddiksyre var den best egnede syren, da maursyre er giftig, og både propan-1-ol og butansyre har en utrolig distinkt og vond lukt. Derfor ble fokuset rettet mot endring i alkoholen, hvor propan-1-ol, butan-1-ol og pentan-1-ol og deres respektive estere hadde samme eller lavere risiko enn eddiksyre, etanol og etylacetat. Gasskromatografen fungerer bare for estere med opptil ti karboner i kjeden, som er hvorfor større alkoholer og syrer ikke ble vurdert. De tre kombinasjonene av syre og alkohol ville derfor innfri kravene, å være trygt for elevene å jobbe med og mulige å injisere i gasskromatografen. Løsningen med propan-1-ol, eddiksyre og propylacetat hadde en grei separasjon med standardbetingelsene fra det originale forsøket, men det ble forsøkt å gjøre separasjonen enda bedre gjennom endring av GC parameterne.

Parametere som ble justert under optimalisering var trykk, temperatur og holdetid. Optimaliseringen var også oppdelt til å først optimalisere for propan-1-ol, eddiksyre og propylacetat, da dette hadde mer liknende egenskaper som etanol, eddiksyre og etylacetat fra det originale forsøket. For å undersøke om trykket hadde en påvirkning på separasjonen, ble det testet ut mellom 3,5 og 7 kPa ved å kjøre programmet ved: (3,5), 4, 5, 6 og 7 kPa. Deretter ble temperaturen skrudd ned fra 35°C til 30°C, og programmet ble kjørt med de samme trykkverdiene som nevnt over. Temperaturgradienten ble også fjernet da analysen var ferdig allerede før temperaturøkningen ble satt i gang. Den samme fremgangsmåten ble forsøkt for både butan-1-ol, eddiksyre og butylacetat, og pentan-1-ol, eddiksyre og pentylacetat. Butanol blandingen ble kuttet etter to forsøk, med avsluttende parametere 30°C og 3,5 kPa grunnet ingen tegn til separasjon, og av tidsmessige årsaker.

For å teste blandingen med pentan-1-ol, eddiksyre og pentylacetat ble det brukt pentylacetat fra et reagensrør som hadde reagert i 20 minutter, siden det ikke var noe pentylacetat fra leverandører tilgjengelig på laboratoriet.

Pentylacetat krevde en større tilpasning, da retensjonstiden til blandingen var mye lengre enn 10 minutter ved det programmet som ble funnet å fungere bra for propylacetat blandingen. For å kutte ned på retensjonstiden ble både start temperaturen økt, og temperaturgradient ble reintrodusert for å få analysen til å ta kortere tid enn 10 minutter. 10 minutter ble valgt som maksimums analysetid, da det er 10 minutter mellom hver injeksjon for å analysere blandingene. Ved å ha en analysetid på under 10 minutter, er det mulig å være klar for neste injeksjon når blandingen skal injiseres.

Etter at optimaliseringene ble gjennomført og de nye esterene ble utforsket, ble fremgangsmåten oversatt til norsk, og omskrevet til å inkludere alle endringene som ble funnet til å være gunstige.

2.4 Test av reproduserbarhet

Under en utprøving av en medstudent sitt forsøk ble det funnet at to av instrumentene kunne være lite egnet for bruk grunnet dårlige signalstyrker. Siden det var planlagt å bruke alle fire under utprøvingen på bachelorstudenter, ble det derfor nødvendig å undersøke om alle fire instrumentene faktisk kunne brukes. Dette medførte at det ble kjørt en test for å se om de fire instrumentene som var tilgjengelige var egnet for å gjennomføre forsøket. Dette ble gjort ved å injisere 20 minutters reaksjonsblanding parallelt tre ganger for hver av de tre forsøkene nevnt tidligere. 20 minutter ble valgt for å ha et mellompunkt for alle tre stoffene i blandingen for å undersøke om de alle var detekterbare og målbare. Da signalene til instrument 1 og instrument 4 var veldig lave, ble det gjennomført en flush av alle fire instrumentene, i håp om at det skulle rense systemet både for kolonnen og detektoren. Dette innebar å sette instrumentene på et program hvor temperaturen var på 120°C og et trykk på 20 kPa i en time. Det ble også injisert 0,5 µL aceton på starten av dette programmet. Etter flushen ble det injisert de samme syre, alkohol og ester løsningene på alle fire instrumentene og sammenliknet signalstyrken.

Grunnet de lave signalene på de to tidligere nevnte instrumentene, ble spørsmålet om detektorene hadde blitt dårligere over årene. For å undersøke dette, ble et forsøk som hadde blitt gjennomført på alle fire instrumentene for fire år siden, gjentatt. Forsøket var separasjon av en blanding som inneholdt aceton, etylacetat, propylacetat og heksan-3-on. Blandingens ble laget med 0,86 g aceton, 0,98 g etylacetat, 0,98 g propylacetat og 0,45 g heksan-3-on. Deretter ble 0,35 µL av blandingen injisert i gasskromatografen og analysert med programmet som er vist i Tabell 3 nedenfor.

Tabell 3: Oversikt over GC parameterene brukt i forsøket til separasjon av blanding, som ble gjennomført og sammenliknet med fire år gammel data.

Start temperatur	35°C
Hold	2 min
Ramp	10°C/min
Slutt temperatur	65°C
Hold	1 min
Trykk	7 kPa

Det ble gjort tre injeksjoner på hver av instrumentene. Instrument 1 og 4 ble testet en dag, da disse hadde blitt bemerket som svakere i signalstyrke enn de andre instrumentene, som var kritisk for studentutprøvingen som skulle skje samme dag. Instrument 2 og 3 ble gjennomført fire dager senere. Til slutt ble signalstyrken for fire år siden sammenliknet med signalstyrken i dag.

2.5 Utvikling av prelab og rapportmal

I denne delen blir utviklingen av prelab og rapportmal av undervisningsopplegget beskrevet. Aspektene som ble ansett som viktigst i forsøket var overvåkning av reaksjonen, esterreaksjonen i seg selv og gasskromatografi.

2.5.1 Utvikling av et undervisningsopplegg rundt forsøket

Oppgavene som ble valgt ut til prelabben hadde som hensikt å forberede elevene på hva de skulle gjennomføre på labben, både praktisk og for databehandling. “Les gjennom fremgangsmåten for forsøket” var en selvfølge som måtte bli nevnt, slik at de skal stille forberedt på gjennomførelsen. Formålet med å skrive ned H-setningene og P-setningene er å gjøre elevene både kjent med stoffene de skal jobbe med å vite hva de skal gjøre hvis noe skulle gå galt, og for at elevene skulle vedlikeholde kompetansemålet fra kjemi 1 om å kunne finne informasjon fra sikkerhetsdatabladet. Ved å be om å skrive opp reaksjonslikningen og

identifisere reaksjonstypen burde elevene være klar over hvilken reaksjon de jobber med, og kjennetegnet til reaksjonstypen. Spørsmålet vedrørende gasskromatografen og stoffene som kan anvendes på den er både for å gjøre elevene klar over noen av kriteriene for bruk av GC og for å unngå at noe av resinen skulle komme med i sprøyten under injeksjonen, da dette kan akkumuleres i kolonnen og ødelegge instrumentet. Siste forberedelsen elever gjør i prelabben er å lage grafer fra et kromatogram, som er representativt med hva de får på labben og kan være lurt for å kunne ta opp misforståelser hvilke data som skal brukes.

Rapporten har som hensikt å få elevene til å tenke over resultatene de observerte på labben, samtidig som den gjerne kan hjelpe dem med å sette ord på hva de fikk i resultatene. De to første oppgavene er lagt til for å nettopp få elevene til å legge til rådataen de fikk på labben. Neste oppgaven er for å få de til å trekke linjer mellom retensjonstidene de fikk på standardene som ble injisert, og de tre toppene de får i reaksjonsblandingen. Spørsmålet om lukten refererer tilbake til forsøksbeskrivelsen, hvor elevene blir bedt om å lukte på løsningene de har laget, og notere ned hvordan lukten endret seg over tid. Oppgaven om å tegne grafer som viser endringen for det relative arealet til stoffene er for å oppfordre behandling av rådata om til resultater som kan tolkes. Oppgaven er viktig også for den digitale ferdigheten under grunnleggende ferdigheter i læreplanen (UDIR, 2021a). Videre blir elevene også bedt om å sette ord på endringene de observerer. Rapportdelen har også et vedlegg som viser et kromatogram som kommer fra en annen reaksjonsblanding som også inneholder eddiksyre. En tabell som viser programmet for gasskromatografen er også vedlagt, og elevene blir bedt om å vurdere hva som kan være grunnen til forskjellen i retensjonstiden for eddiksyre i deres kromatogram, og vedlegget. Meningen med dette er å kunne identifisere at økende trykk og temperatur kutter ned på retensjonstiden til stoffene. Siden eddiksyre er det eneste stoffet som er likt mellom løsningen i elevenes forsøk og kromatogrammet som er vedlagt, er eddiksyren stoffet som ble valgt for sammenlikningen. Når det etterspørres om å vurdere renheten til produktet deres, og videre hvordan man kan rense produktet, er dette hovedsakelig knyttet til kompetansemålet som omhandler renhet og utbytte. Dette gjelder også nest siste oppgaven i rapporten, som ber om diskusjon rundt påstanden om reaksjonen har nådd likevekt ved 30 minutter. Her er det ønsket at elevene bruker grafene de har laget til å argumentere for eller mot påstanden, basert på hva de observerer og forventer videre. Siste oppgaven er en krevende oppgave som ber elevene om å skrive om hvorfor det relative arealet brukes for beregninger i oppgaven, istedenfor det vanlige arealet. Dette er ment å bli nevnt

underveis på labben, gjerne under oppsummeringen for å gjøre elevene oppmerksomme på hvordan det er vanskelig å ha et helt konstant injeksjonsvolum.

2.6 Teste ut undervisningsopplegget med studenter

Det var tre hensikter bak valget om å inkludere studentutprøving. Prelabben måtte testes for å se om det gjorde studenter godt nok forberedt til labben. forsøksbeskrivelsen måtte utprøves for å undersøke om beskrivelsene var gode nok til at elever kunne følge dem. Rapporten var viktig å undersøke for å se om de gav god nok pekepinn på om studentene hadde oppnådd læringsmålene satt i forsøket. Det ble først gjennomført en pilot på en med-masterstudent, og deretter en utprøving på en større gruppe bachelorstudenter. Et spørreskjema ble utviklet, med en blanding mellom Likert-skala spørsmål og fritekst spørsmål, ble gitt til bachelorstudentene, og senere analysert for å se hva studentene opplevde rundt hver av de tre delene.

2.6.1 Pilotering

Etter at forsøket hadde blitt optimalisert for repeterbarhet og tidsbruk ble fokuset å teste hvordan undervisningsopplegget fungerte i praksis. Første utprøvingen var på en medstudent som allerede hadde litt kjennskap til forsøket, for å undersøke to hovedpunkter. «Var spørsmålene i både prelab og rapporten relevante og kunne besvares?» og «Var fremgangsmåten tydelig nok til å kunne følges?» (Braut, 2023).

For å finne ut av disse punktet ble studenten bedt om å svare på begge oppgavesettene, og gjennomføre forsøket. Under gjennomføringen var jeg til stede som deltakende observatør, og svarte på spørsmål om nødvendig.

Etter piloteringen ble det gjort endringer for å forebygge misforståelser både i forsøksbeskrivelsen og rapporten.

2.6.2 Utprøving med studenter

Planen var å ha seks grupper med to studenter på hver gruppe, fordelt på to økter. Siden to av instrumentene ble funnet til å være lite egnet til forsøket grunnet lav signalstyrke, måtte det endres til fire grupper med tre studenter per gruppe. Etter forsøket ble elevene bedt om å

levere rapporten, og senere svare på et spørreskjema. Det var frivillig for studentene å delta i forskningen, uten noen form for negative konsekvenser ved å si nei. De kunne også trekke seg når som helst, uten å måtte oppgi begrunnelse på hvorfor. Studentene ble gitt et samtykkeskjema som gav tillatelse til å bruke dataen fra undervisningen og at de kunne svare på et spørreskjema. Spørreskjemaet var planlagt å brukes for å supplere med innsikt fra studentenes opplevelse av undervisningsopplegget utover hva prelabben, observasjonen av timen og rapporten gav. Hovedpunktene som skulle undersøkes var som tidligere nevnt om prelabben gjorde dem godt nok forberedt, om labbeskrivelsen var tilstrekkelig og om rapporten dekket læringsmålene. Spørreskjemaet var bygd opp av påstander, hvor de ble bedt om å rangere mellom 1 og 5, hvor 1 var uenig, 3 var hverken enig eller uenig og 5 var enig. Formålet med dette var å samle kvantitative data, noe Likert skala ofte er brukt for, til å vurdere studentenes generelle oppfatning av de tre delene av undervisningsopplegget.

2.6.3 Personvern og forskningsetikk

For å sørge for at innsamling av data ble gjort både lovlig og etisk, ble det sendt inn en søknad til Sikt (Tidligere NSD). Sikt har en avtale med UiO for å hjelpe med å vurdere om forskningen ivaretar deltakernes personvern (*Om Sikt – Kunnskapssektorens tjenesteleverandør / Sikt*, u.å.). All innsamlet data ble behandlet uten anonymisering, men har blitt anonymisert for all data presentert i denne oppgaven og skal ikke være mulig å spore tilbake til personene som har levert inn prelabber, rapporter, observasjoner fra undervisning eller besvarelser på spørreundersøkelse. Studentene ble utdelt et samtykkeskjema som er vedlagt som Vedlegg 1 under vedlegg. De ble også informert på forhånd at det var helt frivillig å delta, og at de kunne ta tilbake samtykke når enn de måtte ønske uten begrunnelse.

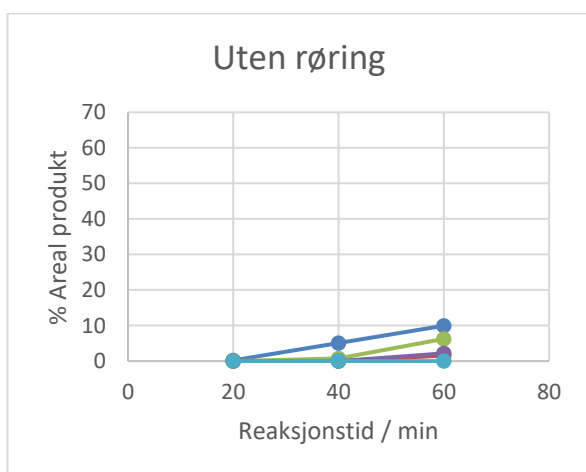
3 Resultater

I denne delen blir først alle resultatene fra optimaliseringen av fremgangsmåten presentert, deretter kommer de nye reaktantblandingene, etter dette blir funnene fra reproduserbarhet utprøvingen vist. Forsøkene som ble gjort for å gjøre forbedringer, og utviklingen av undervisningsopplegget blir presentert. Til slutt legges frem utprøvingen på studentene.

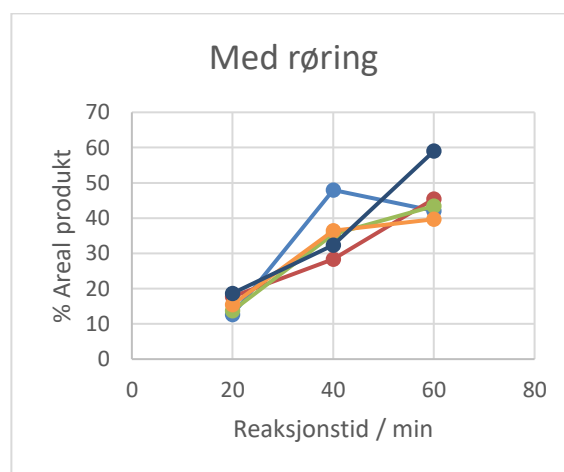
3.1 Optimalisering av fremgangsmåten

3.1.1 Introduksjon av røring

I den opprinnelige forsøksbeskrivelsen var det ikke lagt opp til at reaksjonsblandingen skulle ha omrøring mens reaksjonen foregikk. De første fem gjennomføringene ble utført slik det var beskrevet. Dette gav svært lavt utbytte. For å gjøre dannelsen av produkt mer konsistent fra rør til rør, ble reaksjonsblandingen satt på en magnetrører mens reaksjonen foregikk. Etter introduksjonen av røring ble det observert produkt i alle rør. Figur 2 viser det prosentvise areal av produktet (etylacetat) uten røring, og Figur 3 viser det prosentvise areal av produktet med røring. Begge rørene viser ved 20, 40 og 60 minutter.



Figur 2: Fem forskjellige gjennomføringer av forsøket. Hver farge er en gjennomføring. På y-aksen er det relativt areal av produkt, og på x-aksen er reaksjonstid i minutter. Rådata kommer fra Tabell 8 i vedlegg.

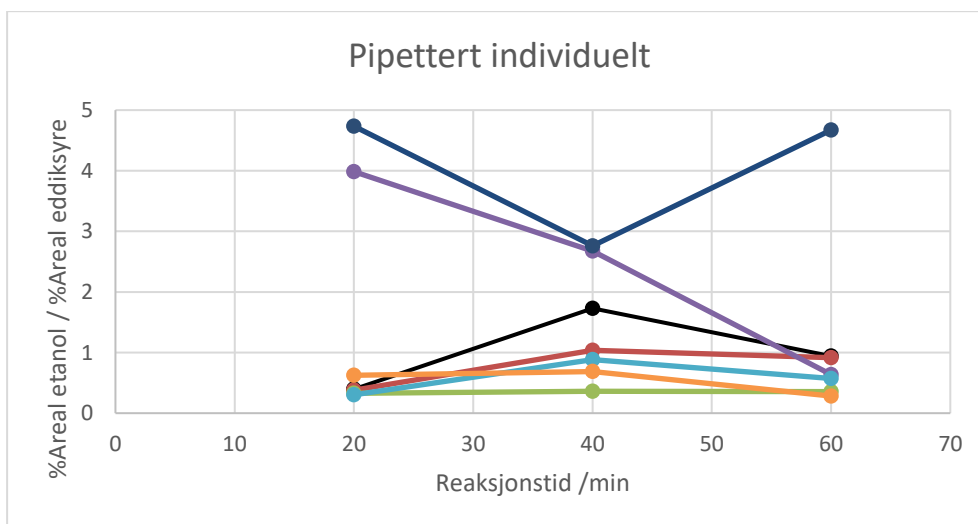


Figur 3: Oversikt av fem gjennomføringer av forsøket med røring. Hver farge tilsvarer en gjennomføring av forsøket. På y-aksen er det relativt areal av produkt, og på x-aksen er reaksjonstid i minutter. Rådata kommer fra Tabell 9 i vedlegg.

I Figur 2 ser vi at det var ingen produktdannelse i noen av rørene etter 20 minutter, og noen av rørene hadde ikke produkt etter 40 eller 60 minutters reaksjonstid. Dette er ikke tilfellet for Figur 3 med røring, hvor alle rør har produktdannelse

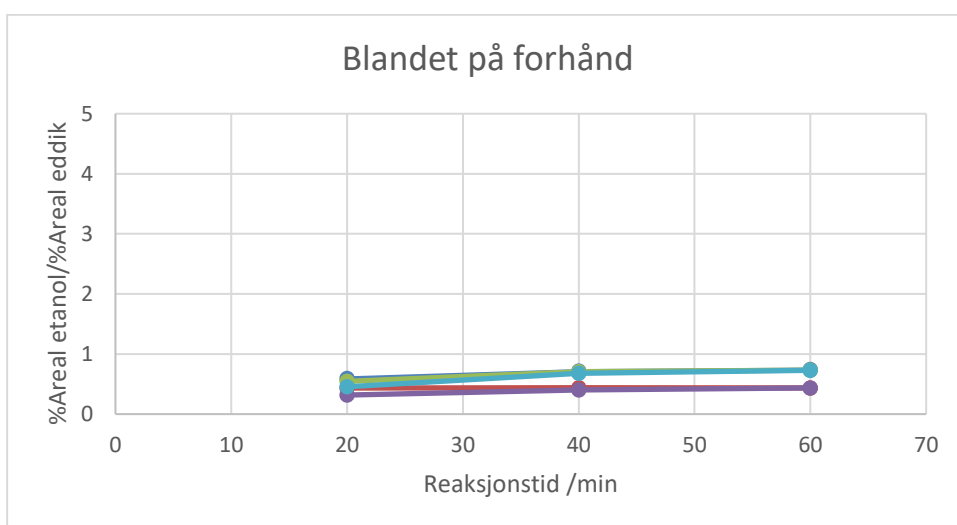
3.1.2 Introduksjon av forhåndsblending

I den opprinnelige forsøksbeskrivelsen ble utgangsstoffene tilsatt til hvert rør uten blanding. Dette kan ha medført til stor variasjon i resultatene for ulike rør med samme reaksjonsblanding, som vist i Figur 4 nedenfor. Hver av linjene tilsvarer en gjennomkjøring av forsøket. Figur 4 viser forholdstallet mellom relativt areal til etanol delt på relativt areal til eddik på y-aksen. På x-aksen er reaksjonstiden i minutter. Her kan det observeres at det er stor variasjon i forholdet mellom relativt areal av etanol og relativt areal av eddik. Den svarte linjen er mest tydelig for problemet, der det er størst areal for eddiksyre i rør 1 (forholdet er under 1), størst areal for etanol i rør 2 (forholdet er over 1), og like stort areal for hver i rør 3 (forholdet er 1). Dette kan være problematisk når en av spørsmålene i rapportmalen innebærer å tegne grafer som viser relative areal for hver av stoffene i blandingen. Siden forholdet i reaksjonen skjer 1:1 mellom etanol og eddiksyre, så bør forholdet mellom arealene være relativt likt hele veien.



Figur 4: Graf med oversikt over forholdstallet mellom relativt areal etanol og relativt areal eddiksyre. Hver av fargene tilsvarer et gjennomføring av forsøket, hvor rør 1 er på 20 minutter, rør 2 er 40 minutter og rør 3 er 60 minutter med reaksjonstid. Det ble gjennomført totalt 7 ganger. Rådata kommer fra Tabell 10 i vedlegg.

For å få mindre variasjon på forholdet mellom reaktantene mellom rør i samme gjennomkjøring av forsøket ble reaktantene blandet sammen ved å måle ut 3 mL av hver av reaktantene i en målesylinder, for deretter å bli overført til et lite begerglass. Her ble de to stoffene blandet sammen ved røring, og ca. 2 mL av blandingen ble overført til hvert rør. Figur 5 nedenfor viser forholdet mellom de relative arealene til etanol og eddik fra fem gjennomføringer. Av figuren ser vi at ved å blande på forhånd ble det en bedre sammenheng på tvers av de tre rørene innad i en gjennomføring av forsøket. Her bør det nevnes at til tross for at flere av verdiene ovenfor i Figur 4 er like, er det likevel en mye lavere differanse mellom de blandet på forhånd.



Figur 5: Sammenhengen til forholdstallene mellom etanol og eddiksyrer, hvor reaktantene ble blandet på forhånd. Disse kommer fra fem forskjellige gjennomføringer av forsøket med forhåndsblending. Rådata kommer fra Tabell 12 i vedlegg.

Ved å sette opp gjennomsnittsverdier, standardavvik og relative standardavvik kan sammenliknes i Tabell 4 **Error! Reference source not found.** nedenfor. Her kan det observeres at gjennomsnittsverdiene ved 20, 40 og 60 minutter reaksjonstid er omtrentlig like for begge metodene, men standardavvikene er over ti ganger så stort for gjennomføringene uten forhåndsblending. De høye relative standardavvikene for metoden uten forhåndsblending viser at den store forskjellen i standardavvik ikke skyldes at gjennomsnittsverdiene for gjennomkjøringene med forhåndsblending er lavere enn gjennomsnittene for gjennomkjøringene uten forhåndsblending. Dette betyr at det er mye større varians mellom verdiene uten forhåndsblending, enn de med forhåndsblending. For blandingene som ble forhåndsblandet kan man da forvente større reproducerbarhet på tvers av forsøk, og mindre spredning i resultater. Ved å få jevnere forhold på tvers av rør kan dette gjøre at de relative arealene avtar jevnt blant de to reaktantene, som kan gjøre med oppgaven om produkt og

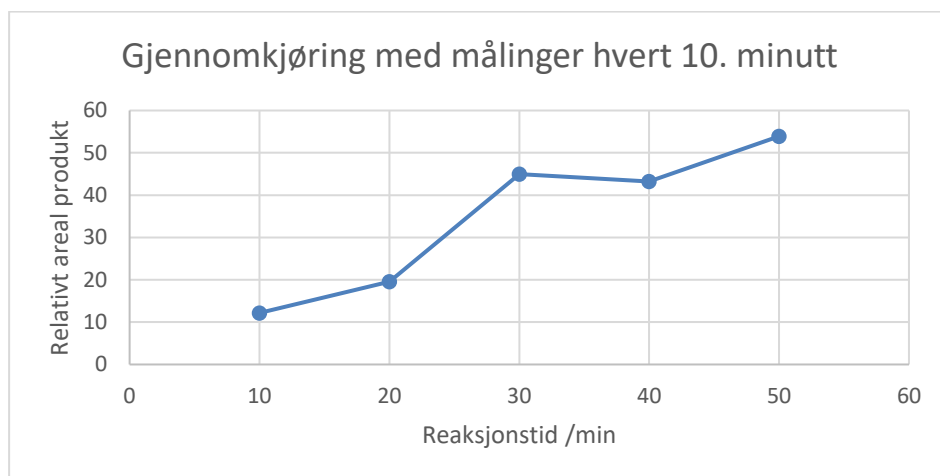
reaktantenes endring over tid tydeligere for elevene. Hensikten er å kunne observere både en økning i produkt, og nedgang i reaktanter.

Tabell 4: Oversikt for gjennomsnittsverdier, standardavvik og relative standardavvik for forholdstallet mellom etanol og eddiksyre etter 20 minutter, 40 minutter og 60 minutter. Høyre halvdel ble funnet fra syv gjennomkjøringer uten forhåndsblending. Venstre halvdel er fra fem gjennomkjøringer med forhåndsblending. Forholdstallene kommer fra Tabell 11 og Tabell 13 i vedleggene.

Ikke forhåndsblandet	Gjennomsnitt	STD	%STD	Forhåndsblandet	Gjennomsnitt	STD	%STD
20 min	1,536	1,943	127	20 min	0,4701	0,1074	23
40 min	1,448	0,963	66	40 min	0,5885	0,1547	26
60 min	1,197	1,553	130	60 min	0,6149	0,1632	27

3.1.3 Endring av reaksjonstid

I det originale forsøket ble det gjort analyser med gaskromatografen etter 20, 40 og 60 minutter reaksjonstid. Etter at det ble innført røring skjedde produktdannelse mye raskere, og det ble undersøkt om det var mulig å redusere reaksjonstiden. Resultatet av første gjennomføring, der det ble undersøkt hvert tiende minutt, er vist i Figur 6 nedenfor.



Figur 6: Forsøk med målinger hvert 10. minutt for å undersøke om 10 minutters intervaller er mulige. Alle reagensrørene fikk reagensene pipettert individuelt i hvert reagensrør, og forsøket ble kun gjennomført en gang. Verdiene kommer fra Tabell 14 i vedlegg.

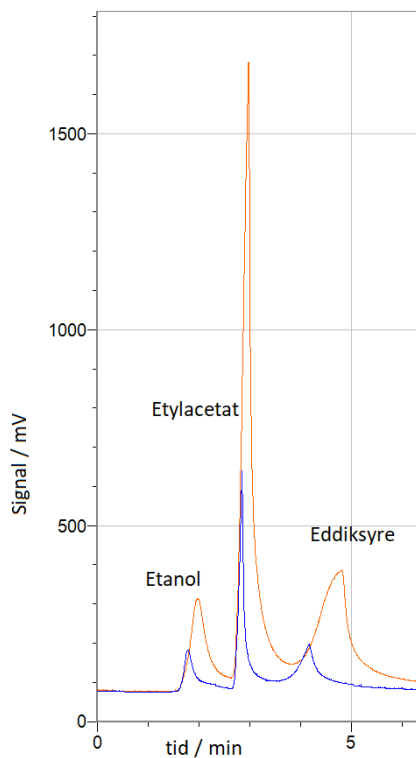
Etter å ha sett figuren, var det tydelig at produktbildningen var i gang allerede etter 10 minutter, og viste at å måle ved 10, 20 og 30 minutter var en mulighet. Det overraskende var nedgangen mellom 30 minutter og 40 minutter, noe som ikke ble gått mer i dybden grunnet tidsmessige årsaker. Dette ble grundigere underbygd av fem gjennomkjøringer på tre rør med 10 minutters intervaller, hvor det igjen ble observert en tydelig produktdannelse tidlig, og et økende produkt i nesten alle rør etter 10 minutter. Gjennomsnitt av de relative arealene for produktet, standardavvikene og relative standardavvik er lagt ved i Tabell 5 nedenfor.

Tabell 5: Gjennomsnittlig relative areal av produkt etter 10 minutter, 20 minutter og 30 minutters reaksjonstid. Verdiene kommer fra fem forskjellige gjennomføringer av forsøket med nedkuttet reaksjonstid. Verdiene kommer fra Tabell 15 i vedlegg.

%areal Produkt	Gjennomsnitt	STD	%STD
10 min	34,18	3,68	11
20 min	51,96	1,28	2
30 min	62,68	1,90	3

3.1.4 Endring av injeksjonsvolum

I den originale forsøksbeskrivelsen ble et injeksjonsvolum på 0,2 µL brukt i analysen. Da eddiksyren fikk en hai-finne liknende tailing ble de utforsket om det var mulig å få smalere topper, ved å minke injeksjonsvolumet til 0,1 µL. Dette ble gjennomført fem ganger og de resulterende kromatogrammene ble sammenliknet. Figur 7 nedenfor viser et representativt kromatogram fra en sammenlikning av injeksjonsvolum på 0,1 µL i gult og 0,2 µL i blått.



Figur 7: Sammenlikning mellom kromatogrammene på 0,1 µL (gul graf) og 0,2 µL (blå graf). reaksjonsblandingen bestod av etanol, etylacetat og eddiksyre.

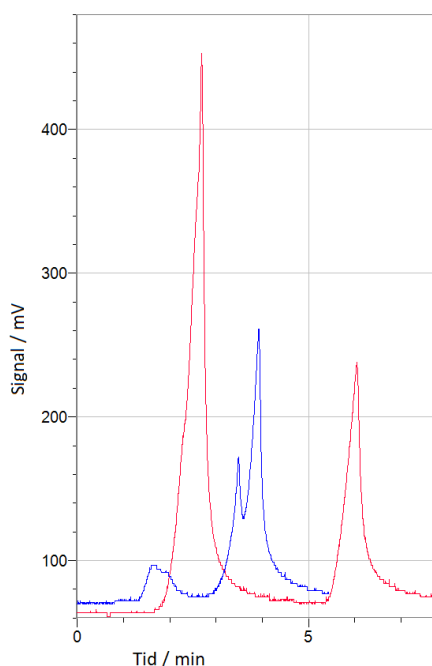
Redusert injeksjonsvolum gav smalere topper i kromatogrammene, som ønsket. Signalstyrken avtok som følge av lavere injeksjonsvolum, men det var ingen problemer med å detektere stoffene i løsningen. Det viste seg at et injeksjonsvolum på 0,1 µL også påvirket retensjonstiden. Etter disse fem gjennomføringene det ble funnet at 0,1 µL gav smalere topper og kortere retensjonstider. Gjennomsnittlig ble det spart 40 sekunder på analys tiden ved å kutte ned på injeksjonsvolumet, da eddiksyrens retensjonstid avtok ved lavere injeksjonsvolum.

3.2 Undersøke om det kan lages andre estere

Det ble undersøkt om det var mulig å erstatte etanol med propan-1-ol, butan-1-ol eller pentan-1-ol for å gi brukeren av forsøket mer fleksibilitet og valgfrihet med tanke på utgangsstoffer. Da det er flere nye stoffblandinger i denne oppgaven, vil de fra nå av kunne referes til som: Propylacetat blanding; en blanding som består av propan-1-ol, eddiksyre og propylacetat. Butylacetat blanding; en blanding som består av butan-1-ol, eddiksyre og butylacetat. Pentylacetat blanding; en blanding som består av pentan-1-ol, eddiksyre og

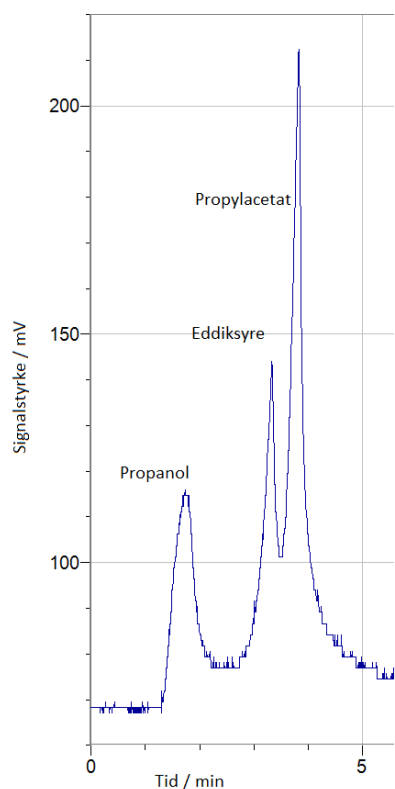
pentylacetat. Propylacetat blandingen og pentylacetat blandingen gav tilfredsstillende resultater, men butylacetat blandingen ble vurdert ikke egnet for dette forsøket.

Propylacetat blandingen og butylacetat blandingen ble prøvd ut først, hvor kromatogrammene for disse vises nedenfor i Figur 8. Det blå kromatogrammet er propylacetat blandingen, og det røde kromatogrammet er butylacetat blandingen



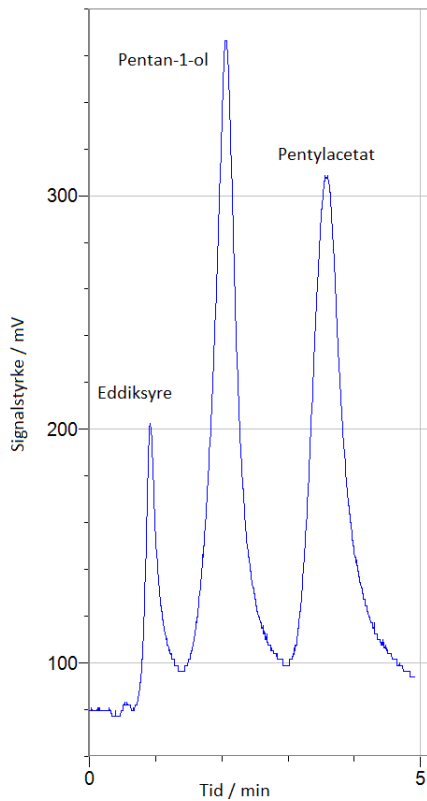
Figur 8: Kromatogram for blandingen av propan-1-ol, propylacetat og eddiksyre (blå graf), og blandingen av Butan-1-ol, butylacetat og eddiksyre (rød graf).

Hverken propylacetat blandingen eller butylacetat blandingen gav tilfredsstillende separasjon, så endringer ble gjort i GC programmet for å få en bedre separasjon. Det lyktes ikke å finne et analyseprogram som gav tilfredsstillende separasjon av reaktanter og produkt for syntese av butylacetat. For propylacetat blandingen derimot ble det separert godt nok etter å ha endret trykk og temperaturprogrammet, som vist i Figur 9 nedenfor.



Figur 9: Kromatogram for separasjon av propylacetat blandingen. Parametrene er 30 grader ved 6 kPa.

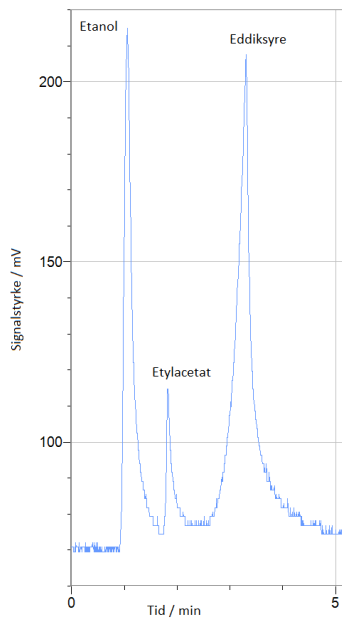
For bruken av pentylacetat blandingen var det større behov for tilpasning, da retensjonstiden til pentylacetat var over 10 minutter ved parametrene som var ideelle for propylacetat blandingen. Ved å endre temperaturen til 70°C uten temperaturgradient, og trykket opp til 10 kPa var både separasjonen god, og analysetiden tok i underkant av 5 minutter, som vist i Figur 10 nedenfor.



Figur 10: Kromatogram for pentylacetat blanding. Denne blandingen hadde stått i 30 minutter.

Retensjonsrekkefølgen her følger også økende sammenheng mellom kokepunktene fra lavest til høyest og retensjonstiden.

Ved å endre på temperatur- og trykkprogrammet for minigasskromatografen ble det kommet frem til at følgende programmer gav separasjon mellom alle reaktanter og produkt i reaksjonen mellom propan-1-ol og eddiksyre og mellom pentan-1-ol og eddiksyre. Programmet for propan-1-ol og eddiksyre fungerte også for etanol og eddiksyre og var tilfredsstillende både tidsmessig og separasjonsmessig som vist nedenfor i Figur 11.



Figur 11: Gjennomkjøring som brukte trykk og temperaturinnstillingene som fungerte bra på propylacetat, utprøvd på etylacetatblanding som hadde reagert 20 minutter

De endelige trykk og temperaturprogrammene som ble funnet for separasjon av propylacetatblandingen og etylacetat blandingen i Tabell 6 og for pentylacetat blandingen i Tabell 7 nedenfor.

Tabell 6: Oversikt over parametere som gav tilstrekkelig separasjon for en løsning som bestod av propan-1-ol, eddiksyre og propylacetat

Start temperatur	30°C
Hold	8 min
Ramp	5°C/min
Slutt temperatur	30°C
Hold	0 min
Trykk	6 kPa

Tabell 7: Oversikt over parametere som gav tilstrekkelig separasjon for en løsning som bestod av pentan-1-ol, eddiksyre og pentylacetat

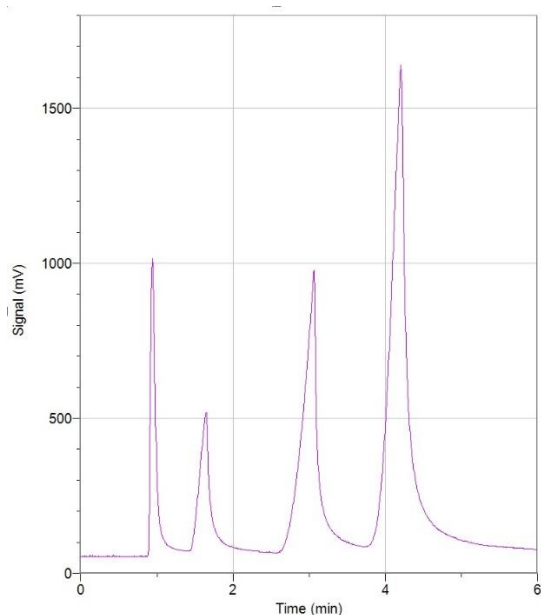
Start temperatur	70°C
Hold	8 min
Ramp	5°C/min
Slutt temperatur	70°C
Hold	0 min
Trykk	10 kPa

3.3 Test av reproduserbarhet

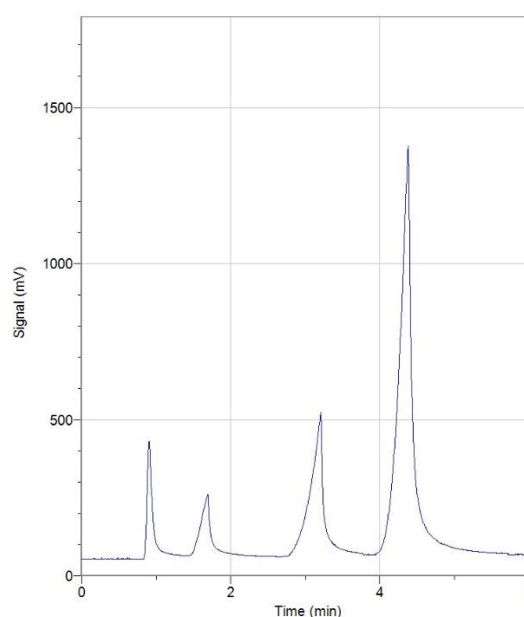
I forkant av at forsøket skulle testes ut med studenter ble det i et annet prosjekt avdekket at de fire tilgjengelige gasskromatografene hadde svært ulik detektorrespons.

Siden signalstyrkene ble funnet til å være veldig lave på to av fire instrumenter, og ikke egnet for forsøket, ble det et spørsmål om dette var en trend på tvers av alle instrumentene. For å finne ut av hvilken grad det hadde skjedd en degradering av detektoren, ble det gjort et forsøk som hadde blitt gjennomført fire år tidligere. Alle kromatogrammene som ble analysert for signalstyrker fra 2018 kommer fra (Tveit, 2019). Ved å gjenta forsøket og sammenlikne signalstyrkene med verdiene fra fire år siden, ville det være mulig å si noe om variasjonen på tvers av instrumenter er å forvente, eller om det betyr at detektorene bør byttes.

Instrument 1 og 4 ble funnet til å ha stor forskjell i signalstyrker over de fire årene, som kan observeres i Figur 12 og Figur 13 nedenfor. Her ser vi at toppene for aceton og etylacetat er sterkest påvirket, hvor signalene har hatt en nedgang på over 50% for instrument 1.



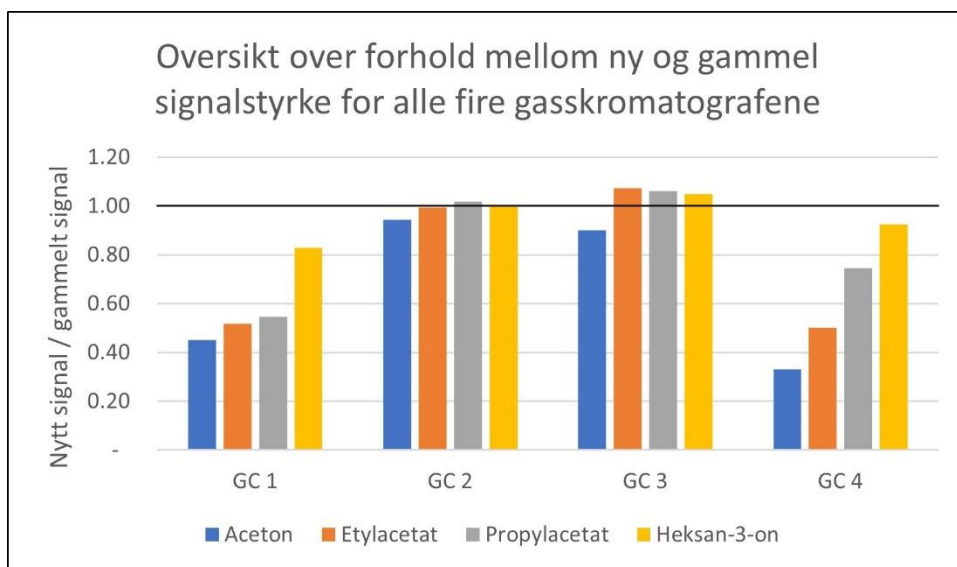
Figur 12: Injeksjon på instrument 1 av en blanding av aceton, etylacetat, propylacetat og heksan-3-on blanding. Denne injeksjonen er fra en gjennomføring julen 2018. Signalstyrkene og kromatogrammet er fra (Tveit, 2019)



Figur 13: Injeksjon på instrument 1 av en blanding av aceton, etylacetat, propylacetat og heksan-3-on. Denne injeksjonen er fra en gjennomføring våren 2023.

Det var også tydelig at signalstyrken hadde avtatt for instrument 4, men med en lavere avtagning på ca. 30%. Både instrument 2 og 3 ble observert å ha veldig liten eller ingen nedgang i signalstyrke, noe som tyder på at det ikke er konsekvent for alle instrumentene.

Figur 14 viser forholdet mellom signalstyrken fra april 2023 og signalstyrken fra desember 2018. Figuren viser forholdstallet mellom gjennomsnittlig signalstyrke fra seks injeksjoner i 2018 og tre injeksjoner i 2023. En verdi på omtrentlig 1,00, som er markert med den svarte linjen, tilsvarer ingen nedgang i signalstyrke over de fire årene. Ved verdier under 1,00 er det en redusert signalstyrke. Det ble gjennomført tre injeksjoner og gjennomsnittet samt standardavviket ble utregnet. Etter å ha sett på verdiene ble det vurdert at de tre injeksjonene gav et representativt resultat, da standardavvikene var lave i forhold til gjennomsnittene. Figur 25 under vedlegg viser gjennomsnittlige signalstyrker både fra 2018 og 2023 for hver av instrumentene, med markering for størrelse på standardavvik.



Figur 14: Oversikt over forholdet mellom ny signalstyrke og gammel signalstyrke. Dette ble beregnet ved å ta gjennomsnittene fra de tre gjennomføringer fra år 2023, og dele dem på gjennomsnittene fra seks gjennomføringer fra år 2018.

3.4 Utvikle et undervisningsopplegg rundt forsøket

Prelab oppgavene og forsøksbeskrivelsen med rapportmalen som ble beskrevet under metoddelen 2.5, ligger under vedlegg som vedlegg 3 og 4.

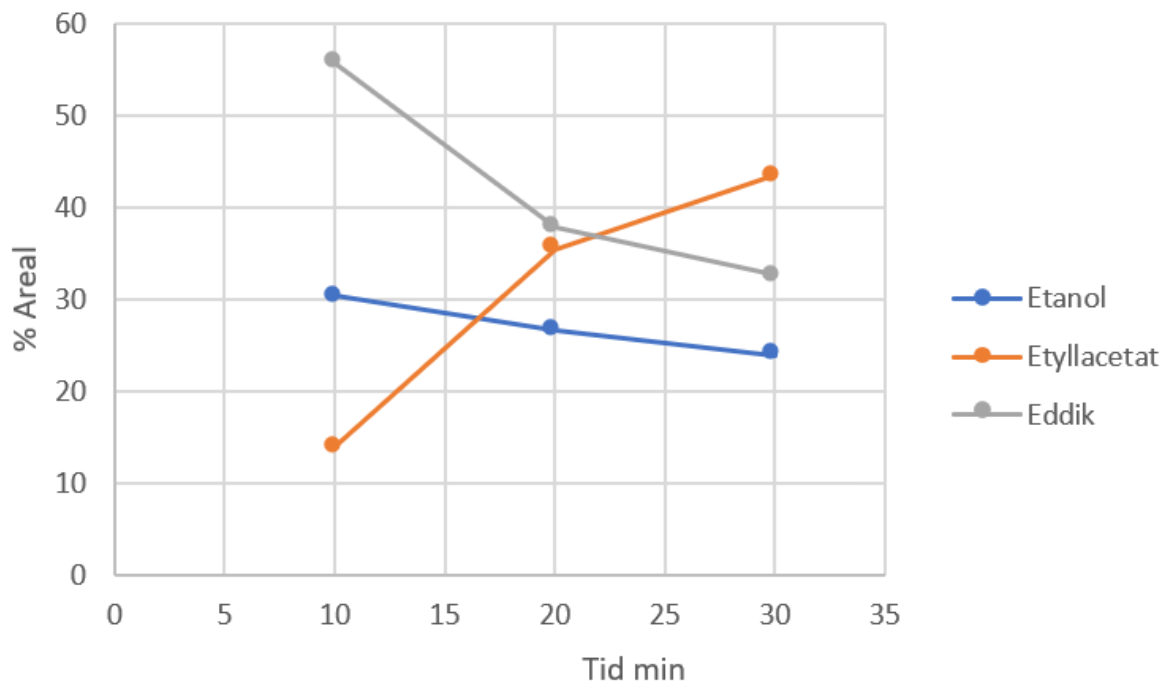
3.5 Utprøving av undervisningsopplegget med studenter

For å teste ut i hvilken grad det optimaliserte forsøket og det utviklede undervisningsopplegget fungerte ble det gjennomført på bachelorstudenter i et kjemididaktisk fag. Det var totalt ni studenter som gjennomførte forsøket, derav syv som samtykket i å delta på dette masterprosjektet i forskningen. Fem av disse svarte også på spørreundersøkelsen etter fullført praktisk økt. De ble delt opp i fire grupper, hvor to av gruppene jobbet de første to timene med propylacetat varianten, mens de resterende to gruppene jobbet i to timer etter de første to gruppene, med pentylacetat varianten.

3.5.1 Prelab

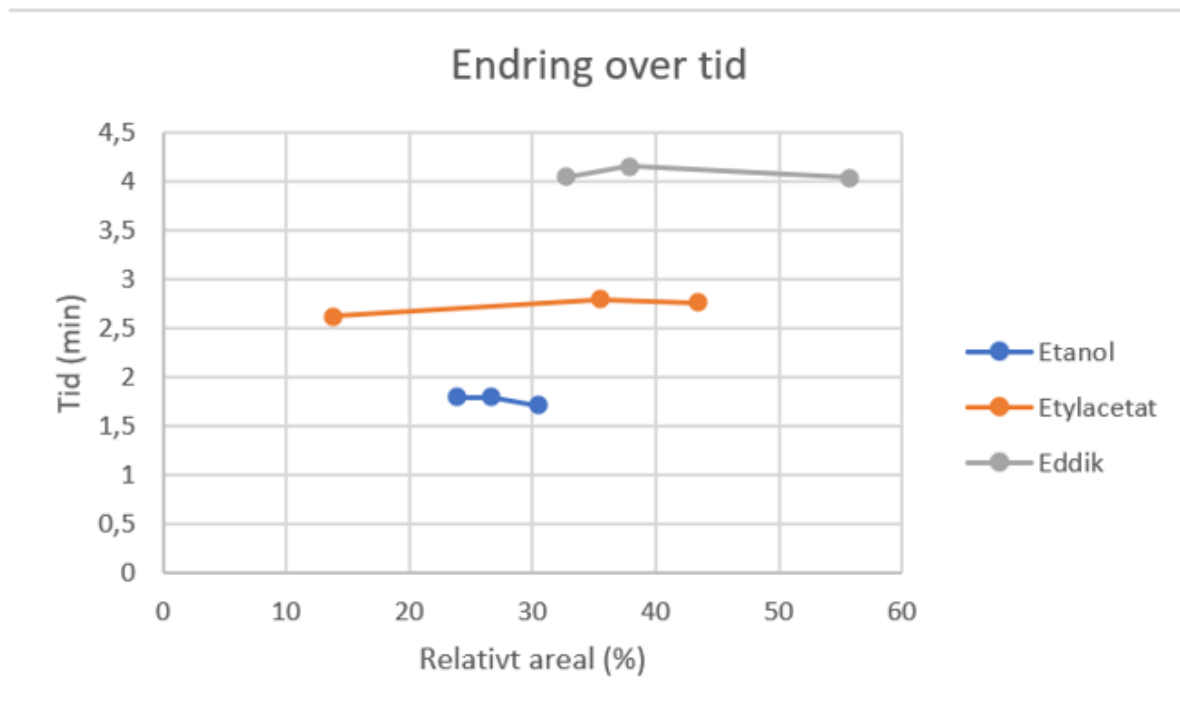
Prelabben hadde som hensikt å forberede studentene sikkerhetsmessig, hjelpe de å stille forberedt til det praktiske og hvordan de skulle gjennomføre databehandlingen.

Innleveringene til studentene viste at de ikke hadde problemer med å finne og skrive ned fare- og sikkerhetssetningene til stoffene. Dette tyder på at de gjorde seg kjent med stoffene de skulle jobbe med, og bør ha gjort de oppmerksomme på hvorfor de skulle jobbe i avtrekkskap hele tiden. Alle syv studentene hadde gjort seg kjent med reaksjonstypen, og klarte å skrive ned likevekten med ingen variasjon i svarene. Oppgaven om hvilke stoffer som kunne analyseres med gasskromatografi varierte kraftig, som tydet på at det kan ha vært et vagt spørsmål om hvilke faktorer de skulle trekke inn. Forslagene fra studentene var alt fra varierende polaritet, kokepunkt, flyktighet og termostabilitet. Ingen av disse svarene er feil, men kun to av studentene nevnte varierende polaritet eller kokepunkt samtidig som de nevnte kravet om at stoffene måtte være flyktige og termostabile. Siste oppgaven omhandlet behandling av rådata og fikk frem noen misforståelser. Hensikten var å plote de reaksjonstiden (10, 20 og 30 minutter) mot de relative arealene. Dette ville gi en graf som elevbesvarelsen nedenfor viser i Figur 15



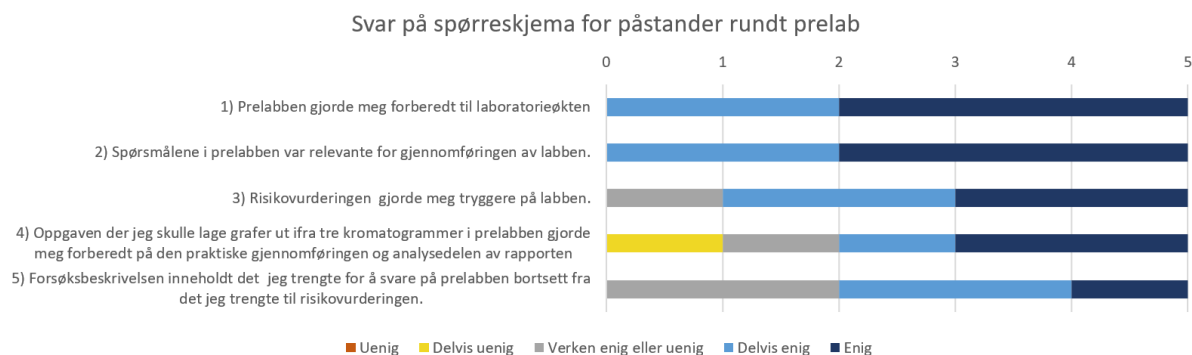
Figur 15: Studentbesvarelse som viser utviklingen i reaksjonsblandingen over tid. Denne besvarelsen er gjort riktig, med reaksjonstiden på x-aksen og det relative arealet på y-aksen.

Denne oppgaven viste seg å være dårlig definert, som gjorde at to av studentene ikke klarte å dekode hvilke verdier de skulle bruke. Følgen av dette ble en graf som ikke kunne brukes til å forklare trenden om økning i produkt og reduksjon i reaktant, som vist nedenfor i Figur 16.

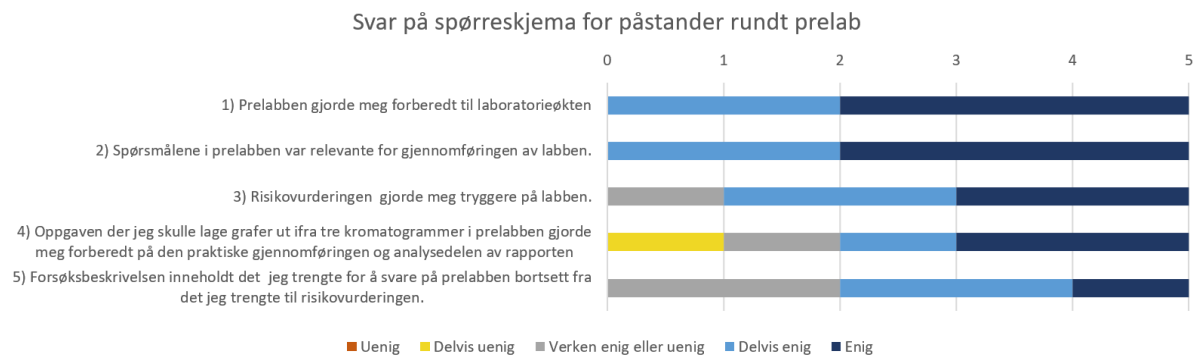


Figur 16: Studentbesvarelse som viser misforståelse for hva som skulle være på x- og y-akse. Her har studenten valgt relativt areal på x-aksen og retensjonstiden på y-aksen.

Gjennom tilbakemeldingene på spørreskjemaet, som ligger i Figur 17,



er det tydelig at studentene var enig i oppfattelsen om at de ble gjort mer forberedt på laboratorieøkten gjennom prelabben, og at den var relevant. Det kommer også frem at en av studentene ikke følte seg forberedt på databehandlingen i rapporten, basert på hva de gjorde i prelabben. I en kommentar boks under spørsmålet utdypet de at de syntes det var vanskelig å si om de hadde gjort oppgaven riktig eller feil, og derfor var usikre.



Figur 17: Oversikt over svarene fra studentene som omhandlet prelabben. Studentene kunne svare på en skala fra 1 til 5, hvor 1 er uenig og 5 er enig. 3 er hverken enig eller uenig.

En av spørsmålene som var et kommentarspørsmål spurte studentene om de mente det burde være flere gasskromatografi-spørsmål, hvor to av studentene mente det kunne være hensiktsmessig spesielt for elever som ikke hadde jobbet med det tidligere.

3.5.2 Deltakende observasjon

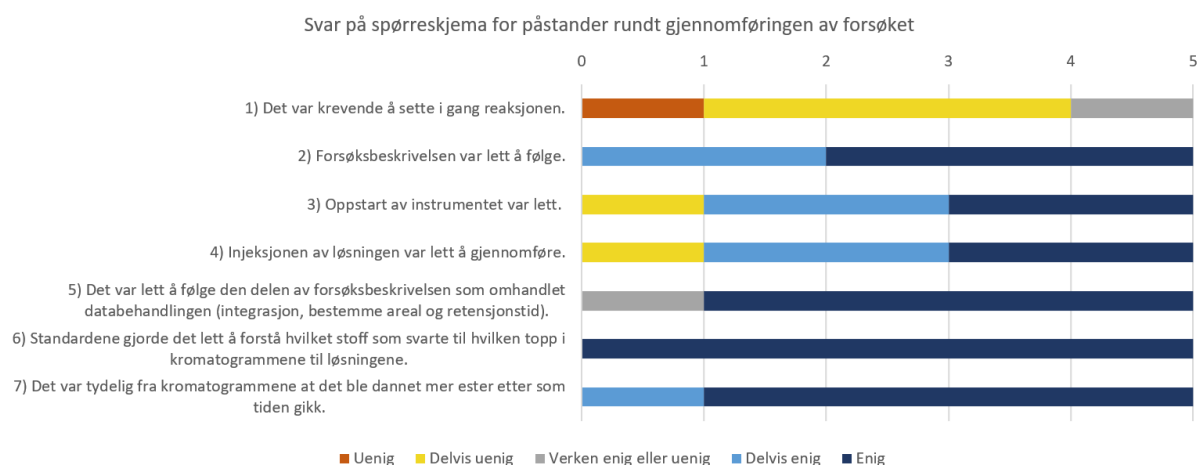
For den praktiske gjennomføringen av forsøket var hovedfokuset å se hvordan forsøksbeskrivelsen ble tolket, og om det var noen problemer knyttet til denne. Det var også viktig å påse at produktet ble dannet, og at forsøket ikke tok for lang tid.

Studentene stilte flere spørsmål rundt temperaturgradienten, som ble skrevet som 0°C i beskrivelsen. De fikk ikke endre fra 5°C så lenge det var en forskjell i start og slutt temperatur, og da de endret slutt temperatur til samme som start temperatur, ble temperaturgradient innstillingen grået ut og umulig å endre (låst til 5°C). Selv om den var låst 5°C var det ingen gradient. Punktet i fremgangsmåten som nevnte at de skulle lukte på de forskjellige rørene gav elevene ulike resultater. De opplevde ulik grad på intensitet av de forskjellige luktene i hvert av rørene, og det ulike oppfatninger av hvilke frukter de mente esterene deres luktet. En viktig bemerkning er at alle fire elevgruppene gjennomførte forsøket innenfor 90 minutter. De observerte også en økende mengde produkt med økende reaksjonstid, men tre av fire grupper klarte ikke å detektere noe produkt etter 10 minutter.

Sikkerheten viste seg å ikke være noe problem i undervisningen. Det var ingen uhell som ble observert enten av søl på kroppen, inhalering av store mengder estere eller brannskader i form av kontakt med varmeplate / vannbadet. Noen av studentene helte ut løsningene i vasken, noe som var eksplisitt skrevet på slutten av forsøket at skulle på avfallsbeholder merket med surt

organisk avfall. Posisjonen til denne avfallsbeholderen ble ikke informert om under oppstart, som kan forklare hvorfor studentene ikke spurte.

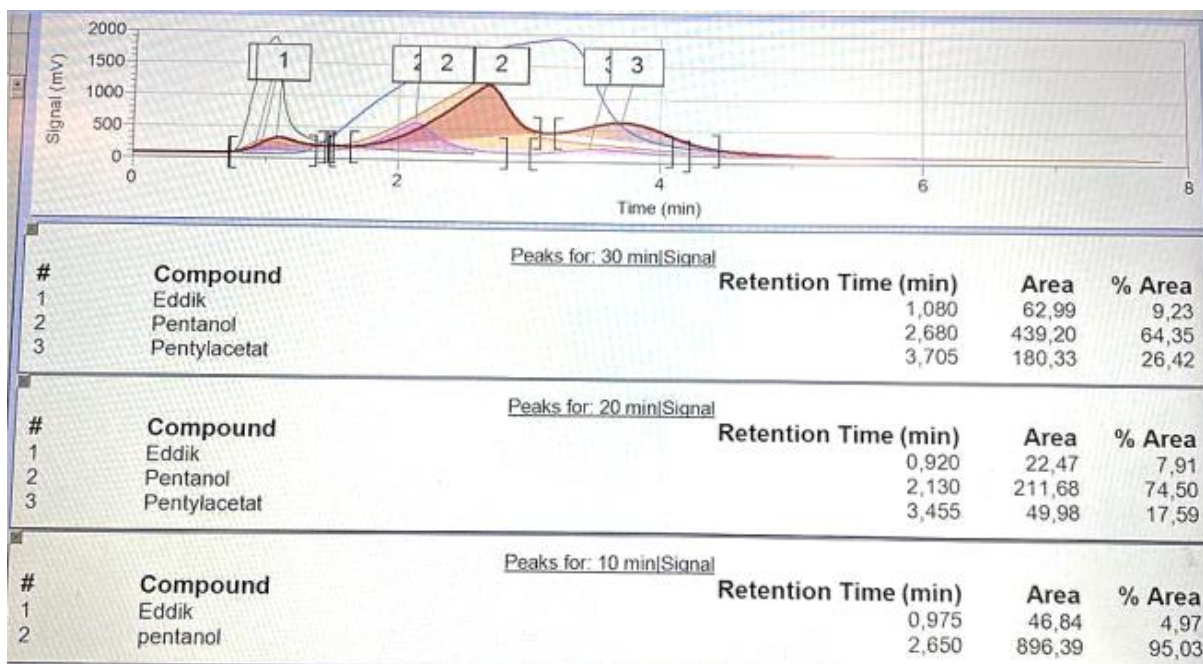
Svarene på spørreskjemaet, Figur 18 nedenfor, viste at selve forsøket var greit for studentene å gjennomføre, men at injeksjonen og oppstart av instrumentet var mer krevende for en av de fem som svarte. Både tolkningen av kromatogrammene og databehandlingen ble også positivt mottatt fra studentene.



Figur 18: Oversikt over studentenes svar på spørreskjemaet som omhandlet gjennomføringen av forsøket.

3.5.3 Rapport

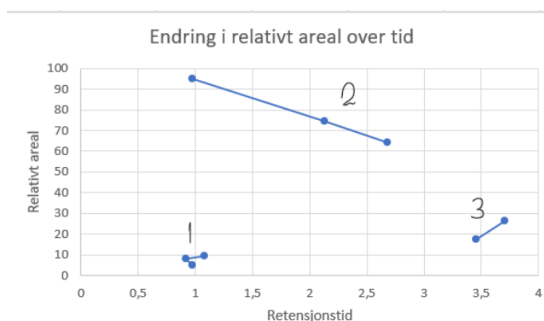
Kromatogrammene i de innleverte oppgavene var en blanding av skjermdumper fra LoggerPro, og bilder tatt av skjermen med telefon kamera. Alle kromatogrammene var lite oversiktlige med tall vilkårlig plassert og lite forklaring på hva som var hva. I tillegg var standardinjeksjonene inkludert i kromatogrammet, som gjorde at y-aksen var dårlig tilpasset injeksjonene av blandingene. Et eksempel på dette er i Figur 19 nedenfor.



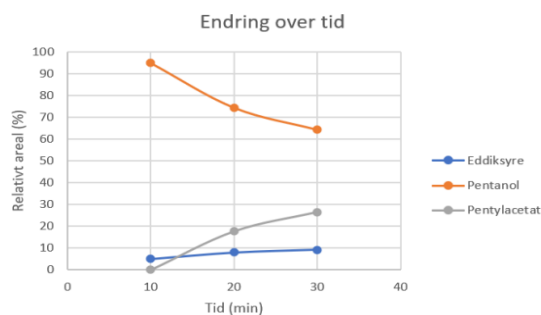
Figur 19: Eksempel på studentbesvarelse, som forteller lite om de forskjellige stoffblandingene og hva hver enkel signaltopp svarer til.

Alle studentene klarte å identifisere hvilket stoff som var hvilket i kromatogrammene ved bruk av standardinjeksjonene.

Studentenes grafer som viste endring til reaktanter og produkt over tid hadde kun én misforståelse, hvor det igjen ble plottet relativt areal mot retensjonstiden som vist i Figur 20. Alle de andre studentbesvarelsene hadde plottet riktig med reaksjonstiden på x-aksen, og relativt areal på y-aksen, som vist i Figur 21. Selv om det var noen feil i studentenes innleveringer, var det tydelig at alle studentene hadde fått dannet produktet, og at det økte over tid.



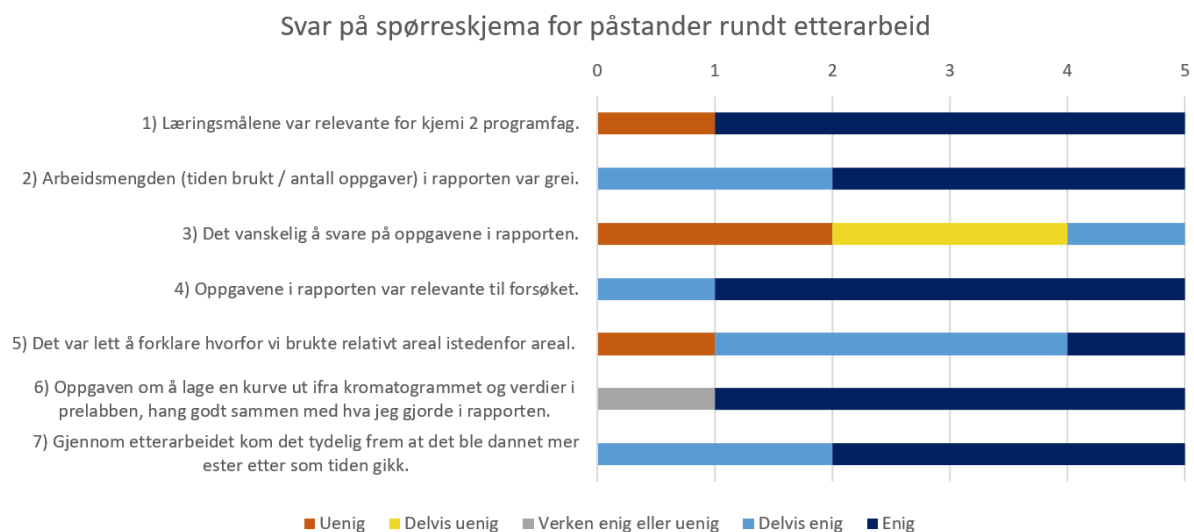
Figur 20: Studentbesvarelse fra en rapport, hvor det ble plottet relativt areal mot retensjonstiden istedenfor reaksjonstiden.



Figur 21: Studentbesvarelse fra en rapport, hvor relativt areal ble plottet korrekt mot reaksjonstiden.

I Figur 21 kommer det også frem at studentene observerte et økende relativt areal for reaktanten med lavest relativt areal ettersom reaksjonen pågikk. Denne trenden var for alle de fire innleveringene, at reaktanten med lavest relativt areal økte fra rør 1 til rør 2, eller fra rør 2 til rør 3. Dette kan tyde på at forsøket ikke er reproduserbart nok til å si noe om hvordan mengden reaktanter endres over tid, men det er andre faktorer som også må diskuteres rundt dette senere.

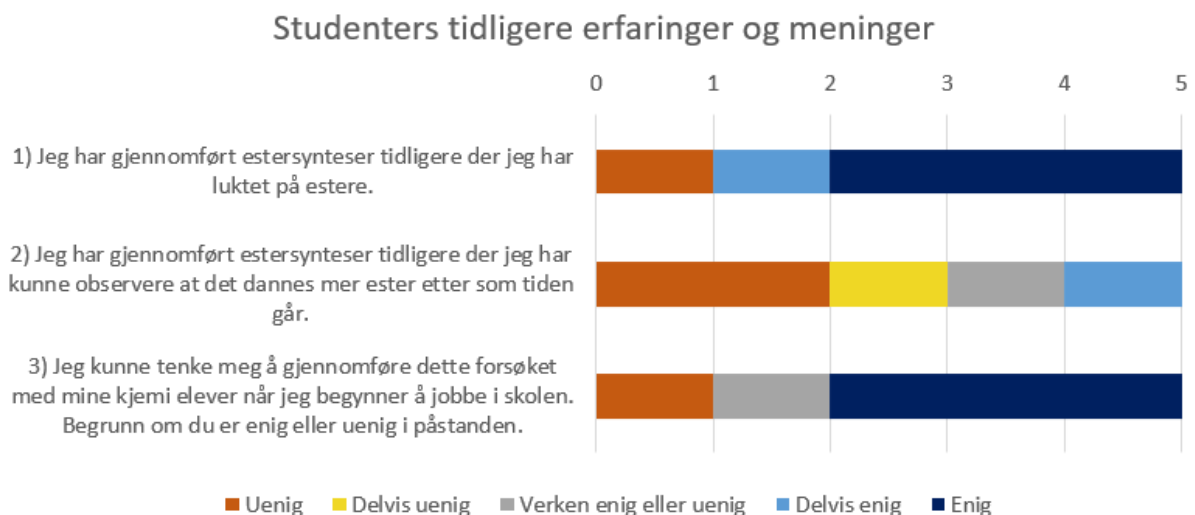
Fra spørreundersøkelsen, Figur 22, var det kun én av de fem studentene som syntes det var vanskelig å svare på oppgavene i rapporten. Denne studenten mente det var krevende å svare på spørsmålet rundt lukten på rørene, da de syntes de luktet relativt like. Fire av fem var enten delvis enig eller enig i påstanden om at det var lett å forklare hvorfor de brukte relativt areal og ikke bare areal. Selv om de svarte dette, var det kun to av syv studenter som svarte på spørsmålet i rapporten. Begge disse studentene svarte riktig.



Figur 22: Oversikt over studentenes svar på spørreskjemaet som omhandlet etterarbeidet de gjennomførte.

Alle fem studentene var enten helt eller delvis enig i at arbeidsmengden, definert som tiden brukt og antall oppgaver, i rapporten var grei. Alle fem studentene mente at det kom tydelig frem at det ble dannet mer ester ettersom tiden gikk ut ifra etterarbeidet.

Til slutt var det noen spørsmål som ikke falt under noen kategorier, i Figur 23, som gikk ut på studentenes egne meninger og erfaringer. Her kommer det frem at fire av fem har gjennomført estersynteser hvor de har luktet på estere, og at kun én student har gjennomført en estersyntese hvor de kunne observere at det dannes mer estere over tid. Tre av fem var enige i å ville gjennomføre forsøket selv med egne elever, men to av disse var skeptiske med prisen på instrumentet.



Figur 23: Oversikt over studentenes svar for diverse spørsmål som omhandlet deres tidligere erfaring med estersynteser, og om de ønsket å gjennomføre dette forsøket med egne elever.

Ett av de åpne spørsmålene spurte om de mente at å bruke mini gasskromatografen til å overvåke estersyntesen gav en merverdi sammenliknet med å gjøre syntesen uten å overvåke. Alle fem studentene sa seg enig i denne påstanden. Noen av begrunnelsene de hadde var at det var fint å kunne se at det faktisk ble dannet mer ester, at det gav dem noe håndfast. En annen student mente det hovedsakelig gav en merverdi siden de kunne se at det dannes mer ester hvis man lar reaksjonen gå lengre.

4 Diskusjon

I denne delen vil det bli diskutert om optimaliseringene som ble gjort og esterene som ble prøvd ut. Det vil også bli diskutert om undervisningsopplegget som ble utviklet sammen med erfaringer fra utprøvingen og de innleverte besvarelsene til studentene, sammen med teori. Til slutt vil det bli diskutert om gaskromatografens plass, og levedyktighet ut ifra data sammenliknet fra fire år siden.

Det bør merkes at alle disse utprøvingene har blitt gjennomført med Vernier Mini GC plus, og at disse resultatene ikke nødvendigvis samsvarer med den nye modellen Go Direct Mini GC, da denne har en annen stasjonærfase og detektor.

Utprøvingene på studenter er gjennomført med et lite antall, det er derfor klart at man ikke kan trekke generelle trender ut ifra dette. Det var fortsatt viktig for meg å få en input fra andre som ikke var kjent med alt angående forsøket på forhånd. Selv om disse studentene har en kompetanse som skal være godt over hva elever i kjemi 2 har, vil det fortsatt være verdifullt å se hva som fungerer, og hva som kan forbedres ut ifra deres opplevelser med undervisningsopplegget.

4.1 Optimalisering og videreutvikling av forsøket

4.1.1 Endring i forsøksbetingelser for syntesedelen

Det originale forsøket hadde to punkter jeg mener var grunnleggende mangler for organisk syntese; mangel på røring av reaksjonsblandingen og at reaktantene til alle de tre rørene til en gjennomføring av forsøket ikke stammet fra den samme blandingen.

Allerede i første gjennomføring av forsøket var det en utfordring at det ikke ble detektert noe produkt i hverken rør 1 (20 minutters reaksjonstid) eller i rør 2 (40 minutters reaksjonstid). Ved å riste på rør 3 et par ganger i de siste 20 minuttene ble det observert en stor produktdannelse, noe som forsterket idéen om å inkludere røring i forsøket. Denne observasjonen kan forklares ved kollisjonsteorien, som sier at for en reaksjon skal kunne skje, må det være gunstige kollisjoner mellom molekylene for at de skal kunne reagere. Ved å introdusere røring, ble det observert et større utbytte, noe som er et krav om oppgaven er å overvåke en produktdannelse. Selv om det er vanlig for forsøk å ha feilkilder som senker

utbyttet, er det ingen som ville tenke at å ha et forsøk med intet utbytte er et brukbart forsøk. Et utbytte er også nødvendig for å kunne gjøre rede for faktorer som påvirker utbytte (UDIR, 2021b, 2021c). Det ble observert noen problemer under utprøvingen med studentene, da tre av fire grupper ikke registrerte noen form for produkt i rør 1. Dette var ikke er like kritisk, ettersom de fortsatt kunne observere en økning i rør 2 og 3, dermed blir ikke dette ansett som en stor svakhet i forsøket. Hensikten med forsøket er å se hvordan blandingen utvikler seg over tid, og siden de ikke injiserer før reaksjonen er satt i gang, istedenfor kan dette brukes til fordel for å skape diskusjon i klassen, for hvorfor de ikke observerer produkt i rør 1 (Abrahams & Millar, 2008; UDIR, 2021c). De to påfølgende rørene hadde betydelig produktdannelse, som økte i relativt fra rør 2 til rør 3 for alle studentene. Av de fem studentene som svarte på spørreundersøkelsen var også alle enige om at ut ifra etterarbeidet var det klart det ble dannet mer ester etter hvert som tiden gikk.

Etter at det ble observert store variasjoner i relativt areal for de forskjellige reaktantene ble det undersøkt om forhåndsblending kunne hjelpe. Plastdråpetellerne hadde svakheten med å være lite nøyaktige, og kunne medføre at det var store forskjeller mellom hvert rør siden de ble overført individuelt. Den ene oppgaven i rapporten var å lage en graf som skulle vise utviklingen til de relative arealene til hvert av stoffene i blandingen, noe som gjorde at et jevnt forhold mellom reaktanter var gunstig. Under elevutprøvingen opplevde fire av fire grupper en økning i enten syren eller alkoholens relative areal over tid. Dette motsier forventningen man kunne hatt med at reaktantene ikke burde øke i relativt areal, hvis produktet også øker. Ingen av studentene stilte seg kritisk til denne observasjonen, og det ble heller ikke satt i fokus under den praktiske økten. Her kunne det blitt trukket opp studentenes resultater, og be studentene reflektere om det teoretisk sett burde være en økning i reaktanter fremfor å la de fortsette med det eksperimentelle (Abrahams & Millar, 2008; UDIR, 2021b; Woolnough, 1991).

Da produktannelsen ble betydelig økt, gav det rom for å minke reaksjonstiden i forsøket. Hensikten med dette var å få forsøket inn i en 90 minutters økt som er en relativt vanlig tidsramme for praktisk laboratorietid i skolen. Siden reaksjonen tok 60 minutter i seg selv, gjensto det lite tid til både introduksjon og oppsummering i undervisningen. Ved å redusere reaksjonstiden til 30 minutter, ble det frigjort tid som kunne brukes til å ha en grundigere gjennomgang av forsøket, svare på spørsmål, og oppsummere økten på slutten av timen. Dette er også noe Abrahams & Millar (2008) omtaler, at det er viktig for lærere å balansere tiden

mellom å gjøre forsøket, og jobbe med teorien bak forsøket. De nevner videre at om det kun er tid i timen til å gjennomføre forsøket, likt gunstone (1991), er det liten sannsynlighet for at elevene får ønsket læringsutbytte fra øvelsen. Det er heller ikke sannsynlig at læringsutbyttet minker ved å kutte ned reaksjonstiden, da de 30 ekstra minuttene med reaksjonstid kun er ventetid hvor elevene må aktiviseres ved hjelp av spørsmål fra lærer, eller jobbe med rapporten.

4.1.2 Undersøke om det kan lages nye estere

I det originale forsøket brukes etanol og eddiksyre som reaktanter og produktet i syntesen blir etylacetat. For å gi skoler muligheten for å bruke stoffer de har tilgjengelig, ble det derfor vurdert om andre estersynteser kunne fungere. Skoler har ofte stramme budsjetter, og kjemikalier er dyre. Derfor er det bra om skolene kan bruke kjemikaliene de allerede har. Det åpner også for muligheten at forskjellige grupper lager forskjellige estere, men dette kan medføre noen utfordringer som blir nevnt senere.

Vernier Mini GC Plus er begrenset til estere med færre enn 10 karbonatomer, som gjorde at antall kombinasjoner man kunne utforske var begrenset (*Vernier mini GC Plus - User manual*, 2018). Ut ifra et HMS-perspektiv var det ikke ønskelig å øke risikoen for mye ved valg av andre utgangsstoffer og produkter. Reduksjon av risiko ved bruk av tryggere kjemikalier prinsipp fire av de tolv prinsippene for grønn kjemi. Ved å øke risikoen, kunne dette gjøre at elever ble utsatt for unødvendig risiko, uten noen ekstra form for læringsutbytte. Dette er hva Sweller et al. (2019) kaller ytre kognitiv belastning. For karboksylsyrene ble det vurdert å endre til maursyre, propansyre og butansyre. Disse ble forkastet, da maursyre er giftig ved innånding, og både propan- og butansyre har veldig vonde lukter. Størrelsene på karboksylsyrer som brukermanualen foreslår er også kun mellom 1 og 4 karbonatomer, som gjorde større karboksylsyrer ikke mulige. Blant alkoholene ble det vurdert propan-1-ol, butan-1-ol og pentan-1-ol. Alle var gode alternativer, da de alle danner estere i reaksjon med eddiksyre som har mer fruktige dufter enn etylacetat samtidig som de innfrir kravet om kort karbonkjede. Risikoen til hver av de tre tidligere nevnte alkoholene hadde høyere risiko enn etanol, men ikke høyere enn eddiksyre.

Å innføre disse kjemikaliene ble derfor vurdert til å ikke drastisk øke risikoen elevene ble utsatt for under gjennomføringen. Butylacetat blandingen hadde en dårlig separasjon under utprøvingen. Dette kan være annerledes på det nye instrumentet Go Direct Mini GC, og at den vil gi godt separerte stoffer (*Go Direct® Mini GC™ User Manual – Vernier, u.å.*).

4.1.3 Endringer i forsøksbetingelsene for kromatograferingen

Ved å se på dataene er det tydelig at det å endre injeksjonsvolumet både var nødvendig og unødvendig. Det originale forsøket fungerte greit med 0,2 µL, men det var et ønske å undersøke om toppene i kromatogrammene kunne forbedres.

Det var viktig å sørge for at det ikke endret resultatene for kraftig med hensyn på relativt areal. Det ble injisert 0,1 µL og 0,2 µL og toppene ble funnet å bli litt smalere, og signalstyrken gikk ned, men de relative arealene var knapt nok endret. Dette betydde at det var minimal endring i forsøkets egnethet til å overvåke estersynteser ved å endre injeksjonsvolumet til 0,1 µL.

En fordel med å redusere injeksjonsvolumet som ble oppdaget senere var hvordan injeksjonsvolumet påvirket separasjonen for pentylacetat blandingen. Pentan-1-ol viste seg å ikke kunne separeres fra pentylacetat ved injeksjoner på 0,2 µL. Rent praktisk i en undervisningssammenheng ble det også vurdert at å ha det samme volumet injisert for alle løsninger kunne være hensiktsmessig. To forskjellige injeksjonsvolumer kan øke den ytre kognitive belastningen, da elevene trolig ikke vil få noe ekstra læringsutbytte ved å injisere to forskjellige volumer på gasskromatografen (Ringnes & Hannisdal, 2014; Sweller et al., 2019).

4.2 Utvikling og utprøving av et helhetlig undervisningsopplegg

4.2.1 Læringsutbytte og vektlegging i sin helhet

Det overordnede læringsutbyttet som er ønsket fra undervisningsopplegget er å dekke kompetansemålene i kjemi 2 som omhandler prinsipper rundt kromatografi, utbytte og renhet, og gjøre rede for reaksjonstypen kondensasjon (UDIR, 2021c).

I forarbeidet var det fire hovedpunkter som var i fokus. Elevene skulle forberede seg på risikoen rundt stoffene de skulle jobbe med, gjennomføringen av forsøket og databehandling. Hensikten var at de skulle få redusert elevenes ytre kognitive belastning som kunne skjedd om elevene måtte lest seg opp på faresetningene og sikkerhetssetningene til stoffene på labben. Det var også et ønske om at de skulle være kjent med databehandlingen på forhånd, slik at de raskt kunne sette resultatene deres inn i for eksempel Excel eller Geogebra for å kunne diskutere resultatene med andre på gruppen på laboratoriet, som går under de grunnleggende ferdighetene i kjemien (UDIR, 2021a). Forsøket ble laget med utgangspunkt i at læreren skal vise teknikk for hvordan injisere stoffer i en gasskromatograf. Den ytre kognitive belastningen er hovedsakelig basert på hva elevene blir bedt om å gjøre av prosedyren (Sweller et al., 2019). Siden praktiske demonstrasjoner er kan være mer egnet for å lære bort praktiske temaer enn skriftlig tekst, kan demonstrasjonen derfor senke den ytre kognitive belastningen til elevene. Det ble også inkludert påminnelser om når det kan være lurt å flette inn forskjellige deler av forsøket, som når man burde starte opp gasskromatografen eller når isbadet burde tillages. Hensikten var å sørge for at forsøket skulle være gjennomførbart av elever på alle nivåer i kjemi 2.

Etterarbeidet hadde fokus på å hjelpe studentene med å sette rådataene i system, behandle dem, og senere fortelle noe om forventninger om videre utvikling for reaksjonen i lys av verdiene de fikk. Dette går både under grunnleggende ferdigheten *å skrive*, og kjerneelementet *praksiser og tenkemåter i kjemi* (UDIR, 2021a, 2021b). Det ble også etterspurt hvordan lukten utviklet seg fra rør til rør, noe som kunne hjelpe studentene med å se hvordan deres egen detektor (nesen) var sammenliknet med instrumentets detektor.

4.2.2 Erfaring fra prelab

Under piloten, som var en gjennomkjøring av prelab, forsøk og rapport av en medmasterstudent, ble det ikke møtt på noen problemer rundt prelabben, så den var uendret før utprøvingen med bachelorstudentene. Studentene viste ingen problemer i å skrive ned hverken likevekten eller fare- og sikkerhetssetningene, og de kan med dette ha blitt bedre forberedt på beredskap ved uhell (UDIR, 2021b; Walters et al., 2017). Tilbakemeldingene fra spørreskjemaet gir antydning på at prelabben hadde oppnådd sin hensikt, ved å gjøre studentene tryggere under forsøket og forberedte de på både gjennomføring og databehandling. Fra spørreskjemaet kommer det også frem noe likt det Peteroy-Kelly (2010) observerte i sine resultater, at studentene var generelt enige i at prelabben gjorde de forberedt på laboratorieøkten. Da metoden for databehandlingen var kjent allerede fra prelabben, kunne dette ha senket den ytre belastningen og gitt studentene mer fokus på hva de observerte fra sine data (Moreira, 1980; Sweller et al., 2019). Det skjedde heller ingen uhell underveis i gjennomføringen, som også var et positivt tegn på at prelabben oppnådde sin hensikt.

Bachelorstudentene viste derimot noen misforståelser rundt den siste oppgaven i forarbeidet, som omhandlet hvordan rådata for å representere resultatene skulle behandles. Dette kan ha kommet av at beskrivelsen av reaksjonstiden for hvert rør ikke ble gitt i oppgaveteksten, men kun ble gitt i figurteksten. På bakgrunn av dette ble informasjonen om hvor lenge hvert rør hadde reagert inkludert i oppgaveteksten. Det ble også nevnt eksplisitt at de relative arealene skulle plottes som en funksjon av reaksjonstiden. En av de grunnleggende ferdighetene i kjemien innebærer databehandling ved bruk av digitale hjelpemidler (UDIR, 2021a).

Gjennom utprøvingen av undervisningsopplegget med studentene ble det oppdaget at det var lite som oppfordret til egen tenking rundt forsøket på forhånd i form av hypotesedannelse. På bakgrunn av dette ble prelabben utvidet til å inkludere spørsmålet «Hvordan tror du lukten endrer seg over tid?». Det ble inkludert i rapporten et delspørsmål om «Hvordan stemte antakelsen om lukt endringen fra prelabben?». Hensikten var å ha en bedre sammenheng mellom prelab, gjennomføring og rapport, samtidig som det ville inkludere en utvikling av hypotese hos elevene som er under kjerneelementet *praksiser og tenkemåter i kjemi* (Agustian & Seery, 2017; Kirschner & Meester, 1988; UDIR, 2021b).

Fra spørreundersøkelsen kom det frem at flere av studentene ønsket flere spørsmål som omhandlet gasskromatografi, en av disse foreslo å inkludere hvordan GC separerer stoffer. Den vanlige forklaringen med upolare stasjonære faser er at de separerer hovedsakelig basert på kokepunktet (Haraldsrud et al., 2022; Knutsen et al., 2022a; Steen et al., 2022a). Dette er ikke ulikt destillasjon, som elevene allerede burde være kjent med. Etylacetat blandingen og propylacetat blanding følger ikke denne trenden. Etanol har høyere kokepunkt enn etylacetat, men etanol har kortere retensjonstid enn etylacetat, teorien ville derfor gjort at man forventet det omvendte. Det samme gjelder for propylacetat blandingen. Kun pentylacetat blandingen fulgte den generelle trenden som vanligvis læres bort. Avviket fra den generelle teorien anser jeg som unødvendig «støy» for elevene, og er såpass langt unna hva de behøver å lære i kjemi 2, og er hvorfor denne oppgaven ikke er inkludert i prelabben. Dette er også i tråd med Ringnes & Hannisdals (2014) forslag om å redusere støyet i praktisk undervisning ved å redusere informasjonen elevene blir gitt.

4.2.3 Erfaring fra gjennomføring

Det ble observert at det var veldig lite tid til overs på laboratoriet, både som følge av reaksjonstiden som var på 30 minutter, og vannbadets oppvarming. Det bør igjen nevnes at forsøket i seg selv gikk bra, med at alle fire gruppene observerte økning i produktdannelse over tid og at alle klarte å gjennomføre syntesen. Studentene hadde nesten ingen spørsmål til fremgangsmåten, som tydet på at den både var god nok til å følges, og at de kan ha blitt godt nok forberedt gjennom prelabben, som er i tråd med observasjonene til tidligere studier (Agustian & Seery, 2017; Peteroy-Kelly, 2010).

Studentene som svarte på spørreundersøkelsen, var alle enige i at forsøksbeskrivelsen var lett å følge. Med den korte tiden som var igjen etter alle studentene hadde gjennomført forsøket, var det liten tid å oppsummere på slutten hva de hadde observert. Her hadde det vært fint å kunne trekke inn for de forskjellige kompetansemålene som ble nevnt under teoridelen i denne oppgaven for å berøre flere av konseptene oppgaven kan dekke. Dette er lite ønskelig, da elevene kan få god nytte av å få diskusjon og tolke resultater i helhet for å sette forsøket i perspektiv (Abrahams & Millar, 2008). Tidsproblemet ble støttet både av egne observasjoner, og studentenes tilbakemelding i spørreskjemaet. For å forebygge dette kan det være lurt å sette på vannbadene før oppstarten, for å forsøke å fremskynde når reaksjonen kan startes. Alternativt kan det også kokes opp vann på forhånd av lærer, som kan deles ut til de

forskjellige gruppene. Siden det er store mengder med ventetid, enten på vannbad eller reaksjonstid, så etterlater det masse tid til å diskutere enten teori, verdier de får underveis eller spørsmål i rapporten (Abrahams & Millar, 2008). Her er det viktig at læreren tar grep og ikke lar elevene sitte og vente på at hver analyse blir ferdig, men at de heller tar en aktiv del i undervisning.

Kromatogrammene til studentene var ikke slik som ble observert under egne gjennomføringer. Det var mindre produktdannelse, og stoffene hadde dårligere separasjon enn hva jeg selv hadde fått i mine gjennomkjøringer. Det ble ikke observert noen avvik fra fremgangsmåten som kunne forklare produktdannelsen, men for separasjonen kan det ha vært en dårligere injeksjonsteknikk. Hvis injeksjonen ikke blir gjennomført raskt vil dette kunne øke båndspredningen, og medføre dårligere separasjon mellom stoffene. Dette kunne blitt motvirket ved enten å ha en instruksjonsvideo som viste god injeksjonsteknikk, eller å ha en demonstrasjon på hvordan injisere (Koehler & Orvis, 2003; Stieff et al., 2018). Dette ble ikke utviklet, noe som eventuelt blir opp til læreren som måtte ønske å benytte seg av undervisningsopplegget hvordan de selv mener det er hensiktsmessig å vise teknikken. Det finnes også trolig videoer på internett, hvor det er mulig å henvise elevene til disse.

Et punkt i forsøksbeskrivelsen som var en tydelig ytre kognitiv belastning var trykk og temperaturinnstillingene. To av gruppene stilte spørsmål om hvorfor de ikke fikk byttet vekk til 0°C for temperaturgradienten. Dette ble en kort forklaring om hva de egentlig prøvde å gjøre endringen for, noe som ble ikke-relevant da de hadde endret slutt temperaturen til samme temperatur som start temperaturen. Som følge av dette ble temperaturgradienten i forsøksbeskrivelsene endret til 5°C slik at de skulle kunne unngås å være et problem. Likevel er det mulig at elever henger seg opp i dette, da de kan tenke at det ikke gir mening å ha en temperaturgradient hvis start og slutt temperatur er den samme, men dette problemet vurderes til å ikke ha noen form av kognitiv belastning som er tilknyttet læring, altså ytre belastning (Sweller et al., 2019).

På grunn av bruken av egen nese som detektor, var det viktig å sørge for at lukt testen ble utført på riktig måte. Prelabben hadde derfor inkludert spørsmålet om hvorfor det er viktig å lukte forsiktig på løsningene. Dette ble riktig gjennomført av alle studentene, men disse studentene har tre år med universitetsutdanning innenfor kjemi. Det kan være mindre kjent og gjerne mer krevende å holde styr på dette i en kjemi 2 klasse, hvor de ikke har opparbeidet seg den samme rutinen i laboratoriesikkerhet (Walters et al., 2017). Elevene bør derfor

påminnes ved oppstarten av forsøket hvordan man kan lukte på løsninger forsvarlig. Oppgaven gir også muligheter for å tolke lukten, og sammenlikne hvordan deres egne oppfatninger er i sammenlikning med hva de observerte fra kromatogrammene (UDIR, 2021b).

4.2.4 Erfaring fra rapport

Rapportene fra studentene var generelt greit formulerte. Besvarelsene viste evne til å vurdere hvilket stoff som var hvilket ut ifra retensjonstider, og kunne forklare i ulik grad hvordan lukten endret seg over tid. For oppgaven hvor de skulle svare på hvordan GC kunne brukes til å forklare renheten til produktet deres, var det mange som brakte opp antall topper, og at de så flere enn én topp. Dette konkluderte de med at produktet var urent. Studentene har i denne oppgaven brukt kromatografi for å vurdere renheten til produktet (UDIR, 2021c).

Kromatogrammene studentene leverte var lite oversiktlige. Dette kommer trolig av at det var lite informasjon i forsøksbeskrivelsen om hvordan de skulle formatere kromatogrammene de leverte. For å forbedre dette ble forsøksbeskrivelsen endret til å inkludere retningslinjer for hvordan kromatogrammet skulle se ut, i form av «Ett skjerm bilde som viser standardinjeksjonene, og ett som viser blandingene». Ønske var at de skulle kunne både se på grafene de selv lagde, og kromatogrammene for å si noe om endringen av produkt og reaktanter. Rapporten hadde derimot kun fokus på grafene de selv lagde og ingen tolkning av kromatogrammene i seg selv. Dette gjorde at selv om de integrerte kromatogrammene og brukte verdiene derifra, var det et lite fokus på hva de kunne observere i kromatogrammene. Likevel kan det argumenteres at det oppfyller grunnleggende ferdigheter i kjemi å representere egne data og forklare disse (UDIR, 2021a).

Bruken av andre utgangsstoffer gav også mulighet til å gi en ekstra oppgave i rapporten hvor elevene ble bedt om å tenke på faktorer som påvirker retensjonstiden til stoffer i gasskromatografi. Vedlegget i rapporten inneholder en gjennomkjøring av forsøket med andre utgangsstoffer enn det som blir gjennomført. Dette betyr i praksis at varianten med pentylacetat blandingen har vedlagt et kromatogram fra propylacetat blandingen, og varianten med propylacetat blandingen har vedlagt et kromatogram fra pentylacetat. Elevene blir også gitt programmet som blir brukt, hvor trykket og temperaturen er annerledes fra programmet de bruker. Studentene hadde ingen problemer med å bemerke seg at temperaturen og trykket var grunnen til forskjellen i retensjonstiden på eddiksyre fra sitt eget forsøk, og

kromatogrammet i vedlegget i rapporten. Det var derimot noen av studentene som hadde sett på feil forsøksbeskrivelse og dermed rapport oppgaver. Dette gjorde at kromatogrammene de sammenliknet var nærmest identiske, og de kunne ikke forklare forskjeller som ikke var til stede. For å motvirke dette, kan det være lurt at lærer ikke har flere varianter av forsøket tilgjengelig for elevene, eller at dette kommer tydeligere frem til elevene, eventuelt ved å printe ut forsøksbeskrivelsen og rapportmalen til hver elev. Da utprøvingen med studenter ble gjort på de to nye variantene, var det nødvendig å gjøre begge tilgjengelige for alle, men det gjorde det lettere å få feil som tidligere nevnt.

Alle studentene opplevde en økning i relativt areal for reaktanten med lavest relative areal. Dette er en utfordring når ene oppgaven ber elevene forklare med ord hvordan trenden for forholdet mellom produkt og reaktant endrer seg over tid. Studentene forklarte at de så en økning i ene reaktanten og produktet, og en nedgang i andre reaktanten. Her kunne studentene fått diskutere rundt påliteligheten av resultatet de har fått (Abrahams & Millar, 2008; UDIR, 2021a). Selv om studentene selv ikke har regnet seg frem, så kan det være både feil i injeksjon, som kan ha gitt ikke-ideelle kromatogrammer, eller feil integrasjon, som kan ha gitt feil i relative arealer. De kan knytte en virkelighetsforklaring med hva de observerer, og diskutere om de mener det er realistisk at mengden av reaktant øker sammen med en økning i produkt. Oppgaven i seg selv kan også endres til å kun innebære produktet, men siden det kun var fire grupper som gjennomførte forsøket og fikk disse resultatene, er dette vurdert lite hensiktsmessig når oppgaven kan åpne slike muligheter for å stille seg kritisk til egne funn. Fra egne gjennomkjøringer av forsøket var det kun 3 av 13 gjennomkjøringer som viste en økning i relativt areal for en av reaktantene.

Noe som ikke var en utfordring for studentene var å bestemme hvilke stoffer som var hvilke, ut ifra standardinjeksjonene. Dette var trolig lett for studentene, da de alle hadde hatt faget Analytisk kjemi tidligere, hvor de jobbet mye med teori om gasskromatografi. Elever på i kjemi 2 kan derimot ha mye større utfordringer med dette, spesielt om de ikke blir undervist om teori rundt gasskromatografi på forhånd (Abrahams & Millar, 2008). Dette var også noen av studentene enig i, da de i spørreskjemaet svarte at de selv ikke hadde problemer å svare på GC spørsmålene, men tenkte at elever i kjemi 2 ville kunne ha utfordringer. Det burde derfor tilrettelegges ved å gi elevene bakgrunns teori om gasskromatografi på forhånd av økten, spesielt det at stoffer med samme retensjonstid under samme betingelser vil trolig være det samme stoffet.

4.3 Hva er gevinsten ved å bruke GC

Under det eksperimentelle ble det oppdaget at to av fire instrumenter ikke var egnet for de forskjellige variantene av forsøket som ble utviklet. Dette var grunnet dårlig deteksjon på instrumentene. Instrument 1 og 4 hadde begge liten forskjell mellom signaltoppene og grunnlinjen, som gjorde det umulig å si hvor toppene startet eller sluttet. Det ble også problemer med selve kromatografien, da det ikke var uvanlig å se kun to topper der man forventet å se tre. Man kan tro at dette var grunnet at et stoff ikke nødvendigvis var til stede, men instrument 2 og 3 detekterte alle tre stoffene i de samme løsningsene der instrument 1 og 4 detekterte kun to. Dette kan skyldes at stoffmengden av stoffet var under deteksjonsgrensen for detektorene til instrument 1 og 4. Med dette så kan det stilles et spørsmål om gasskromatografene er egnet for undervisning, om de kun har levetid på noen få år før de må repareres.

Undervisningsopplegget er avhengig av instrumentet, selv om det klart er mulig å heller fokusere rent på ester-reaksjonen i seg selv. Fem av fem av studentene svarte på spørreskjemaet at de var enige i at minigasskromatografen hadde en merverdi for forsøket. De mente at det var veldig fint å se visuelt at det skjedde en økning over tid, som kan knyttes tilbake til kompetansemålet som omhandler renhet og utbytte (UDIR, 2021c). Denne studenten beskrev dermed at de tydelig kan observere at etter hvert som tiden går, så øker utbyttet i reaksjonen. Bruk av instrumentet kan også argumenteres for på bakgrunn av Miller et al. (2004) sin observasjon at studenter er generelt positive til bruk av instrumenter i laboratorieundervisning for å utvikle ferdigheter de kan få bruk for senere. Siden GC er en veldig vanlig teknikk for bruk i analytisk kjemi, kan dette derfor være ferdigheter og erfaringer elever kan få god nytte av i forberedelse til senere utdanninger.

4.4 For videre utvikling

Under utviklingen av dette undervisningsopplegget har mye av arbeidet gått med på å utforske bruk av andre kjemikalier, optimalisere trykk og temperatur programmer og se hvordan studenter møter forsøket. For videre utvikling kan det være interessant enten å bruke de forskjellige variantene i noen form for utforskende oppgave hvor studentene kan velge fritt av hvilken ester de ønsker å lage, og kanskje jobbe mot å separere de tre stoffene fra hverandre uten et gitt trykk og temperatur program. Dette vil i så fall være et krevende

prosjekt, og kanskje være en utforskning over en fagdag istedenfor en to timers økt. Separasjonen i seg selv kan også trolig bli forbedret ved endring av trykk og temperaturprogrammet, og ved å introdusere temperaturgradient.

Det kan eventuelt også prøves ut å kutte ned reaksjonstiden ytterligere, som for eksempel 5, 10 og 15 minutter. Dette kan enten frigjøre mer tid til diskusjoner, eller å bruke det som et demonstrasjonsforsøk. Fordelen med et demonstrasjonsforsøk er at det kan gjøres selv om man kun har ett instrument tilgjengelig, da forsøket er vanskelig for flere grupper å gjøre forsøket samtidig ved å dele instrumentet. For denne utviklingen ville jeg trolig ha brukt en etylacetat blanding og et injeksjonsvolum på 0,2 µL for å øke sannsynligheten for å detektere produktet.

Med Go Direct Mini GC er det mulig at separasjonen blir endret. Dermed kan det være en videre utvikling å tilpasse trykk og temperaturprogrammene for bruken på dette nye instrumentet. Det kan også hende at butylacetat blandingen er mulig å få tilstrekkelig separasjon på Go Direct Mini GC, grunnet den nye stasjonære fasen som instrumentet benytter seg av.

Å lage prelab videoer kan være hensiktsmessig for å gi elever en bedre mulighet både til å observere god lab teknikk, og for å gjøre databehandlingen i programmet mer tilgjengelig for elevene. Det kan også medføre en mindre ytre belastning for studentene (Koehler & Orvis, 2003; Stieff et al., 2018; Sweller et al., 2019). Samtidig kan det senke vanskelighetsgraden til prosedyren, og tillate elevene å fokusere mer på konseptene (Woolnough, 1991, s. 74).

5 Konklusjon

I denne oppgaven har det blitt utviklet et undervisningsopplegg der elevene skal overvåke en estersyntese med bruk av Vernier Mini GC plus. Undervisningsopplegget passer inn i en vanlig 90 minutters laboratorieøkt, og har en god reproduserbarhet når det gjelder produktdannelse. Studentene mente at overvåkingen med gasskromatografen gav en merverdi, siden de kunne observere at det ble dannet mer produkt hvis man lot reaksjonen gå lengre. Forsøket har tre varianter, som tillater bruk av forskjellige alkoholer. Oppgavene i prelab gjør elevene mer forberedt til undervisningen, og tiden mellom injeksjon og analyse kan brukes til å stille spørsmål knyttet til teori og fremgangsmåte. Rapporten gir elevene rammer for å presentere sine funn, reflektere over observasjoner gjort underveis i forsøket og knytte kromatografi opp mot utbytte og renhet. Undervisningsopplegget har noen utfordringer som kan finjusteres som blant annet endring av oppgaver etter behov basert på elevenes tidligere kunnskap om gasskromatografi og estersyntese. Prelab videoer kan lages for å hjelpe elevene med riktig labteknikk. Det er også mulighet for at forsøket kan brukes som et demonstrasjonsforsøk hvis nødvendig. Selv om forsøket ble utprøvd på studenter, er det lite datagrunnlag for å trekke generelle beslutninger. Studentene har alle mye kjemikunnskap fra tidligere år på universitetet i motsetning til en typisk kjemi 2 elev.

Litteratur

- Abrahams, I., & Millar, R. (2008). Does Practical Work Really Work? A study of the effectiveness of practical work as a teaching and learning method in school science. *International Journal of Science Education*, 30(14), 1945–1969.
<https://doi.org/10.1080/09500690701749305>
- Agustian, H. Y., & Seery, M. K. (2017). Reasserting the role of pre-laboratory activities in chemistry education: A proposed framework for their design. *Chemistry Education Research and Practice*, 18(4), 518–532. <https://doi.org/10.1039/C7RP00140A>
- Bartle, K. D., & Myers, P. (2002). History of gas chromatography. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 21(9–10), 547–557. [https://doi.org/10.1016/S0165-9936\(02\)00806-3](https://doi.org/10.1016/S0165-9936(02)00806-3)
- Berg, O. T., Tjernshaugen, A., & Grønmo, S. (2023). Spørreskjema. I *Store norske leksikon*.
<https://snl.no/sp%C3%B8rreskjema>
- Braut, G. S. (2023). Pilotstudie. I *Store norske leksikon*. <https://snl.no/pilotstudie>
- Conway, R. G., Mendoza, E., & Read, F. H. (1963). The seminar method of teaching experimental physics. *Physics Bulletin*, 14(12), 330–332.
<https://doi.org/10.1088/0031-9112/14/12/002>
- Go Direct® Mini GCTM User Manual – Vernier*. (u.å.). Hentet 15. mai 2023, fra
<https://www.vernier.com/manuals/gdx-gc/>
- Haraldsrud, A. D., Sandtorv, A. H., & Hushovd, O. T. (2022). *Kjemi 2* (2. utg.). Aschehoug.
- Harris, D. C., & Lucy, C. A. (2020). *Quantitative chemical analysis* (Tenth edition). Macmillan Learning.
- Hofstein, A., & Lunetta, V. N. (1982). The Role of the Laboratory in Science Teaching: Neglected Aspects of Research. *Review of Educational Research*, 52(2), 201–217.
<https://doi.org/10.3102/00346543052002201>

- Kirschner, P. A., & Meester, M. A. M. (1988). The laboratory in higher science education: Problems, premises and objectives. *Higher Education*, 17(1), 81–98.
<https://doi.org/10.1007/BF00130901>
- Knutsen, H., Tveit, S., & Vestli, K. (2022a). *Kjemien Stemmer 2* (6. utg.). Cappelen Damm.
- Knutsen, H., Tveit, S., & Vestli, K. (2022b). *Kjemien Stemmer 2 Studiebok* (6. utg.). Cappelen Damm.
- Koehler, B. P., & Orvis, J. N. (2003). Internet-Based Prelaboratory Tutorials and Computer-Based Probes in General Chemistry. *Journal of Chemical Education*, 80(6), 606.
<https://doi.org/10.1021/ed080p606>
- Lundanes, E., Reubsæet, L., & Greibrokk, T. (2014). *Chromatography: Basic principles, sample preparations and related methods*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Malt, U., & Grønmo, S. (2023). Likert-skala. I *Store norske leksikon*. <https://snl.no/Likert-skala>
- Miller, L. S., Nakhleh, M. B., Nash, J. J., & Meyer, J. A. (2004). Students' Attitudes toward and Conceptual Understanding of Chemical Instrumentation. *Journal of Chemical Education*, 81(12), 1801. <https://doi.org/10.1021/ed081p1801>
- Moreira, M. A. (1980). A Non-Traditional Approach to the Evaluation of Laboratory Instruction in General Physics Courses. *European Journal of Science Education*, 2(4), 441–448. <https://doi.org/10.1080/0140528800020410>
- Nam, E., Hill, M., & Randall, J. (2012). *Organic Chemistry with Vernier*. Vernier Software & Technology.
- Om Sikt – Kunnskapssektorens tjenesteleverandør / Sikt*. (u.å.). Hentet 11. mai 2023, fra <https://sikt.no/om-sikt>

- Peteroy-Kelly, M. (2010). Online Pre-laboratory Modules Enhance Introductory Biology Students' Preparedness and Performance in the Laboratory. *Journal of Microbiology & Biology Education*, 11(1). <https://doi.org/10.1128/jmbe.v11i1.130>
- Ringnes, V., & Hannisdal, M. (2014). *Kjemi fagdidaktikk kjemi i skolen* (3. utg.). Cappelen Damm akademisk.
- Steen, B. G., Fimland, N., & Juel, L. A. (2022a). *Aqua 2 Grunnbok* (2. utg.). Gyldendal.
- Steen, B. G., Fimland, N., & Juel, L. A. (2022b). *Aqua 2 Studiebok* (3. utg.). Gyldendal.
- Stieff, M., Werner, S. M., Fink, B., & Meador, D. (2018). Online Prelaboratory Videos Improve Student Performance in the General Chemistry Laboratory. *Journal of Chemical Education*, 95(8), 1260–1266. <https://doi.org/10.1021/acs.jchemed.8b00109>
- Sweller, J., Van Merriënboer, J. J. G., & Paas, F. (2019). Cognitive Architecture and Instructional Design: 20 Years Later. *Educational Psychology Review*, 31(2), 261–292. <https://doi.org/10.1007/s10648-019-09465-5>
- Tveit, S. (2019). *Egnethet av en minigasskromatograf i kjemi programfag i norsk videregående skole* [Master, Universitetet i Oslo]. Universitetet i Oslo. <https://www.duo.uio.no/bitstream/handle/10852/69455/masteroppgave-ferdig.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- UDIR. (2021a). *Grunnleggende ferdigheter—Læreplan i kjemi (KJE01-02)*. <https://www.udir.no/lk20/kje01-02/om-faget/grunnleggende-ferdigheter?TilknyttedeKompetansemaal=true>
- UDIR. (2021b). *Kjerneelementer—Læreplan i kjemi (KJE01-02)*. <https://www.udir.no/lk20/kje01-02/om-faget/kjerneelementer>
- UDIR. (2021c). *Kompetansemål etter kjemi 2—Læreplan i kjemi (KJE01-02)*. <https://www.udir.no/lk20/kje01-02/kompetansemaal-og-vurdering/kv533?lang=nob>

- Van Asten, A. (2002). The importance of GC and GC-MS in perfume analysis. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 21(9–10), 698–708. [https://doi.org/10.1016/S0165-9936\(02\)00807-5](https://doi.org/10.1016/S0165-9936(02)00807-5)
- Vernier mini GC Plus—User manual*. (2018). Vernier Software & Technology. Tilgjengelig fra: <https://www.vernier.com/files/manuals/gc2-mini.pdf>
- Walters, A. U. C., Lawrence, W., & Jalsa, N. K. (2017). Chemical laboratory safety awareness, attitudes and practices of tertiary students. *Safety Science*, 96, 161–171. <https://doi.org/10.1016/j.ssci.2017.03.017>
- Woolnough, B. E. (Ed.). (1991). *Practical science: The role and reality of practical work in school science*. Open University Press.

Vedlegg

Vedlegg 1: Samtykkeskjema elevene ble utdelt

Vil du delta i forskningsprosjektet

Overvåkning av estersyntese med gasskromatografi

Dette er et spørsmål til deg om å delta i et forskningsprosjekt (masterprosjekt) hvor formålet er å utvikle et undervisningsopplegg knyttet til en laboratorieoppgave som benytter seg av Vernier mini gasskromatograf. I dette skrivet gir vi deg informasjon om målene for prosjektet og hva deltakelse vil innebære for deg.

Formål

Formålet er å lage et undervisningsopplegg der en laboratorieoppgave beregnet på elever i kjemi 2, der elevene gjennomfører en organisk syntese og overvåker reaksjonsblandingen kvalitativt med Vernier mini gasskromatograf videreutvikles og testes ut. Det skal også utvikles pre- og postlaboppgaver.

Oppgaven er del av en masteroppgave

Hvem er ansvarlig for forskningsprosjektet?

Universitetet i Oslo er ansvarlig for prosjektet.

Hvorfor får du spørsmål om å delta?

Masterstudenten som gjennomfører prosjektet, skal teste ut laboratorieoppgaven i KJM3050 våren 2023. Masterstudenten kommer til å være deltagende observatør under

gjennomføringen, og be deltagerne om å fylle ut et anonymt spørreskjema i etterkant. Masterstudenten kommer også til å ha tilgang til svar fra deltagerne på pre- og postlaboppgaver og analysere disse.

Hva innebærer det for deg å delta?

Hvis du velger å delta i prosjektet, innebærer det at du fyller ut et anonymt spørreskjema i etterkant av innleveringen fra laboratorieundervisningen 11.4. Spørreskjemaet inneholder spørsmål om utførelsen av laboratorieoppgaven. Hvis du velger å delta i prosjektet, innebærer det også at masterstudenten har tilgang til din innleverte prelab og postlab, som er knyttet til ditt navn.

Det er frivillig å delta

Det er frivillig å delta i prosjektet. Hvis du velger å delta, kan du når som helst trekke samtykket tilbake uten å oppgi noen grunn. Alle dine data og tilhørende personopplysninger vil da bli ekskludert fra forskningen. Det vil ikke ha noen negative konsekvenser for deg hvis du ikke vil delta eller senere velger å trekke deg.

Ditt personvern – hvordan vi oppbevarer og bruker dine opplysninger

Vi vil bare bruke opplysningene om deg til formålene vi har fortalt om i dette skrivet. Vi behandler opplysningene konfidensielt og i samsvar med personvernregelverket.

Kun masterstudent, labveiledere, veileder og emneansvarlig vil ha tilgang til dine data.

Du vil ikke kunne gjenkjennes i masteroppgaven, da navn ikke inkluderes. Navnet på emnet du tar vil nevnes i masteroppgaven.

Hva skjer med personopplysningene dine når forskningsprosjektet avsluttes?
Prosjektet vil etter planen avsluttes 31.12.23

Etter dette vil fortsatt innleveringene lagres i fag-rommet i Canvas, da dette er standard prosedyre ved universitetet. Kun lærere og lab assistenter i emnet vil ha tilgang til disse innleveringene selv etter emnet er avsluttet. Personopplysningene lagres på ubestemt tid.

Hva gir oss rett til å behandle personopplysninger om deg?

Vi behandler opplysninger om deg basert på ditt samtykke.

På oppdrag fra Universitetet i Oslo har Sikt – Kunnskapssektorens tjenesteleverandør vurdert at behandlingen av personopplysninger i dette prosjektet er i samsvar med personvernregelverket.

Dine rettigheter

Så lenge du kan identifiseres i datamaterialet, har du rett til:

- innsyn i hvilke opplysninger vi behandler om deg, og å få utlevert en kopi av opplysningene
- å få rettet opplysninger om deg som er feil eller misvisende
- å få slettet personopplysninger om deg
- å sende klage til Datatilsynet om behandlingen av dine personopplysninger

Hvis du har spørsmål til studien, eller ønsker å vite mer om eller benytte deg av dine rettigheter, ta kontakt med:

- Universitetet i Oslo ved Svein Tveit, sveint@kjemi.uio.no

Hvis du har spørsmål knyttet til vurderingen som er gjort av personverntjenestene fra Sikt, kan du ta kontakt via:

- Epost: personverntjenester@sikt.no eller telefon: 73 98 40 40.

Med vennlig hilsen

Svein Tveit
(Veileder)

Eirik Gresaker Teigland
(Masterstudent)

Samtykkeerklæring

Jeg har mottatt og forstått informasjon om prosjektet [*sett inn tittel*], og har fått anledning til å stille spørsmål. Jeg samtykker til:

- å delta ved å fylle ut spørreskjema
- å delta ved å la masterstudenten få tilgang til min prelab og postlab til bruk i forskningen

Jeg samtykker til at mine opplysninger behandles frem til prosjektet er avsluttet

(Signert av prosjektdeltaker, dato)

Vedlegg 2: Originale forsøksbeskrivelsen fra Verniers forsøkssamling

Synthesizing Ethyl Acetate by Fischer Esterification

Esters compose an important class of organic compounds. Esters often have a pleasant scent and are found in natural fragrances. Esters can be prepared synthetically for use in foods, flavorings, and perfumes. Ethyl acetate is often used as a primary solvent in non-acetone fingernail polish remover.

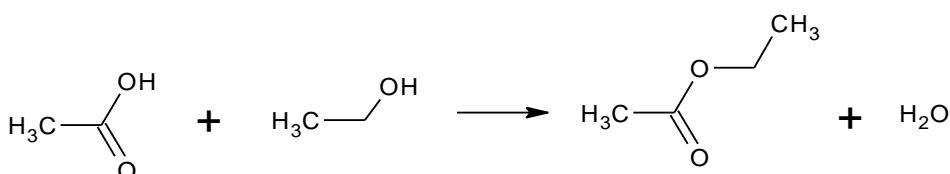


Figure 1 The synthesis of ethyl acetate

The esterification process produces esters through a condensation reaction. Condensation reactions have water as one of the products. The starting compounds for esters are an alcohol and an acid (either an organic or an inorganic acid). A catalyst, such as concentrated acid or an ion-exchange resin, is added to accelerate the reaction. This reaction will not go to completion, but instead reaches equilibrium after a given amount of time. Using Le Chatelier's Principle, the equilibrium can be shifted toward the product by adding more reactants or removing products.

Although the esterification reaction produces water as a product, the mechanism is not an acid-base neutralization reaction. The esters are named as salts of the acids prefaced with the name of the alcohol. Examples are shown in the chart below.

Alcohol	Acid	Ester	Odor
methyl	acetic	methyl acetate	sweet
ethyl	acetic	ethyl acetate	fruity
isoamyl	acetic	isoamyl acetate	banana
isoamyl	butyric	isoamyl butyrate	pear

In this experiment you will conduct the reaction between ethyl alcohol and acetic acid. You will use a Vernier Mini GC to follow and confirm the production of the ester, ethyl acetate.

OBJECTIVES

In this experiment, you will

- Conduct an esterification reaction to produce ethyl acetate.
- Measure and analyze the GC retention times of the reactants and products involved in synthesizing ethyl acetate.
- Measure and analyze the GC retention times of the reaction mixture to confirm the production of ethyl acetate.

MATERIALS

LabQuest or computer interface	glacial acetic acid
LabQuest App or Logger <i>Pro</i>	ethanol, denatured
Vernier Mini GC	ethyl acetate
Wide Range Temperature Probe	Dowex 50 × 2 ion exchange resin
1 μL glass syringe	acetone
plastic Beral pipets	Kimwipes® or paper towels
three test tubes, 25 × 200 mm	Parafilm® or cork stoppers for test tubes
test tube rack	hot plate
test tube clamp	ice bath
two 250 mL beakers	

PROCEDURE

Part I Determine the GC Retention Times for the Individual Reactants and Products

1. Obtain and wear goggles. Protect your arms and hands by wearing a long-sleeve lab coat and gloves. Conduct this reaction in a fume hood or a well-ventilated room.
2. Obtain a glass syringe and a set of vials of ethanol, glacial acetic acid, and ethyl acetate. **CAUTION:** *Handle the glacial acetic acid with care. It can cause painful burns if it comes in contact with the skin.*
3. Prepare the Vernier Mini GC for data collection. Set the Temperature-Pressure values to:

Start temperature	35°C
Hold time	1 min
Ramp rate	5°C/min
Final temperature	45°C
Hold time	5 min
Total length	8.0 min
Pressure	3.5 kPa

4. Clean the syringe with acetone. Collect 0.1 μL of ethanol for injection. Once the Mini GC has reached the correct start temperature and pressure, the LED should turn green. Insert the needle into the injection port of the Mini GC. Simultaneously, depress the syringe plunger and select Collect to begin data collection. Pull the needle out of the injection port immediately.
5. Data collection will end after eight minutes or you can choose to end it early if you are satisfied that your species has eluted completely. Analyze your chromatogram using Peak Integration. Store the run.
6. Repeat Steps 4 and 5 using ethyl acetate and acetic acid.

Part II Esterification Reaction

7. Place the hotplate in a hood. Prepare a water bath by pouring approximately 120 mL water into a 250 mL beaker and place it on the hotplate. Use a temperature probe or

thermometer to monitor the temperature of the water bath. Turn on the hot plate and warm the water temperature to between 65–70°C. Adjust the hot plate until a constant temperature of 65–70°C is observed for 10 minutes.

8. Add ice and cold water to a second 250 mL beaker. This will be the quenching bath. Place this beaker near the hot water bath.
9. Place three test tubes in a rack. Label the test tubes 1, 2, and 3. Use a spatula to place a small amount of Dowex ion-exchange resin into each test tube. Add the resin to barely cover the bottom of the test tube. The exact mass of resin is not important.
10. Use separate plastic Beral pipettes to add ~1 mL (25 drops) of glacial acetic acid and ethanol to each test tube. Use a small square of Parafilm or a cork stopper to seal each test tube. Make a pin hole in the Parafilm, or fit the cork stopper loosely on the test tube, for a pressure release.
11. Carefully transfer the three test tubes, at the same time, to the hot water bath on the hot plate. **Important:** Start timing the reaction; you will be removing the test tubes, one at a time, at twenty minute intervals.
12. Monitor the water temperature throughout the experiment and make sure it is maintained at a constant temperature of 65–70°C.
13. At the end of twenty minutes, remove test tube 1 from the hot water bath and place it in the cold water bath for two minutes to quench the reaction.
14. Repeat Steps 4 and 5 to inject a 0.2 µL sample, from Test Tube 1, into the Mini GC. **Important:** The chromatogram for this sample may contain more than one peak. Record the retention time and peak area for each peak.
15. After forty minutes, remove Test Tube 2 from the hot plate and place it in the cold water bath for two minutes to quench the reaction. Repeat Steps 4 and 5 to inject a 0.2 µL sample from Test Tube 2.
16. After sixty minutes, remove Test Tube 3 from the hot plate and place it in the cold water bath for two minutes. Repeat Steps 4 and 5 to inject a 0.2 µL sample from Test Tube 3.
17. After you have completed testing all three samples, save your file as directed by your instructor for use at a later time.
18. Before storing the syringe, flush and clean it with acetone.
19. Turn off the Mini GC. Keep your test results open in *Logger Pro* or the *LabQuest App*; you will need to refer to the various chromatograms to answer the Data Analysis questions.

DATA TABLE

Part I

Compound	Retention time (min)	Peak area
Ethanol		
Acetic acid		
Ethyl acetate		

Part II

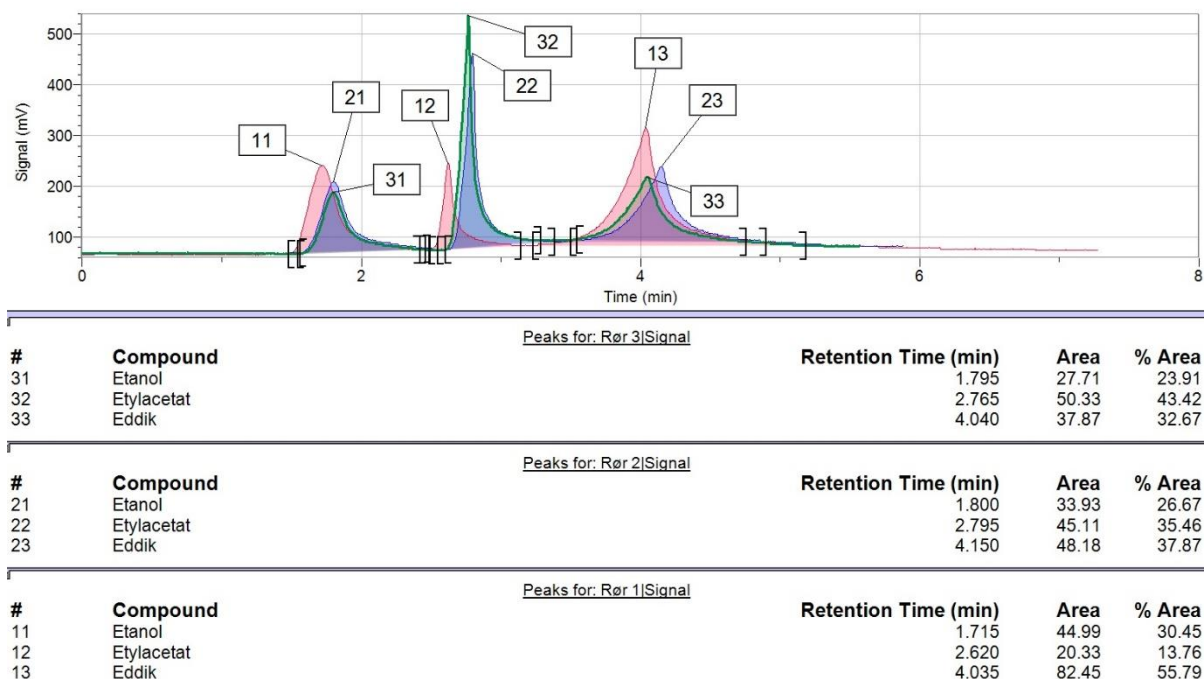
Sample	Retention time (min)	Peak area	Identity
Test Tube 1, peak 1			
Test Tube 1, peak 2			
Test Tube 1, peak 3			
Test Tube 2, peak 1			
Test Tube 2, peak 2			
Test Tube 2, peak 3			
Test Tube 3, peak 1			
Test Tube 3, peak 2			
Test Tube 3, peak 3			

DATA ANALYSIS

1. Did the reaction between acetic acid and ethanol produce ethyl acetate? Explain how you used chromatographic data to analyze the esterification reaction?
2. Did the GC test results after 20, 40, and 60 minutes show significant differences in the progress of the reaction? Support your answer with data.
3. Based on your test results, predict the yield of ethyl acetate after an 80-minute reaction time. Explain the rationale for your answer.
4. Suggest factors that would cause a low yield of the ester in the reaction.

Vedlegg 3: Prelab spørsmål som ble formulert

1. Les gjennom fremgangsmåten for forsøket.
2. Skriv ned H-setningene og P-setningene for de fire kjemikaliene: Eddiksyre (100%), Propan-1-ol, Dowex ion exchange resin (<https://www.sigmaaldrich.com/NO/no/sds/sigma/d2572>) og propylacetat. Hvorfor bør du være forsiktig og lukte som en kjemiker hvis du skal lukte på en blanding av disse stoffene?
3. Skriv reaksjonslikning for reaksjonen som skjer i syntesen i dette forsøket. Hvilken type reaksjon er denne syntesen? Hva er kjennetegnet for reaksjonstypen
4. Hvilke typer forbindelser kan separeres og analyseres med gasskromtografi? Hvilket av stoffene du har risikovurdert, skal ikke inn i
5. Nedenfor er et kromatogram fra en gjennomkjøring med etanol og eddiksyre som reaktanter, og etylacetat som produkt. Lag en graf som plottes de relative arealene til etanol, eddiksyre og etylacetat som en funksjon av reaksjonstiden. Rør 1 har reagert i 10 minutter, rør 2 i 20 minutter og rør 3 i 30 minutter.
6. Hvordan tror du lukten endrer seg over tid mellom hver av de tre rørene i forsøket du skal gjennomføre?



Figur 24: Kromatogram med tre gjennomkjøringer av etanol og eddiksyreblanding. Rør 1 er den røde grafen, rør 2 er den blå grafen og rør 3 er den grønne grafen. Reaksjonstiden for rør 1 er 10 minutter, rør 2 er 20 minutter og rør 3 er 30 minutter.

Vedlegg 4: Endelige forsøksbeskrivelsen, i dette tilfelle for dannelsen av pentylacetat, og rapportmalen

Overvåkning av en estersyntese ved bruk av gasskromatografi

Mål for forsøket:

I dette forsøket skal du

- Gjennomføre en kjemiskreaksjon for å danne esteren pentylacetat.
- Bruke retensjonstidene fra en gasskromatografisk analyse til å overvåke esterdannelsen

Bakgrunns teori:

Estere er en viktig klasse av organiske stoffer. Estere har ofte en behagelig lukt og finnes i naturlige dufter. Estere kan bli syntetisert for bruk i mat, organisk løsemiddel, og parfymer. Pentylacetat brukes blant annet i tynningsmiddel, smakstilsetning og fremstilling av pencillin.

En ester kan produseres gjennom en kondensasjonsreaksjon. Kondensasjonsreaksjoner kan ha vann som en av produktene. Startproduktet for estere er en alkohol og en syre. Katalysatorer, i dette tilfelle ione-bytter resin, blir tilsatt for å øke reaksjonsfarten til en reaksjon. Reaksjonen vil ikke skje fullstendig, men det vil heller innstilles en likevekt etter en visst tid. Le Châteliers prinsipp kan hjelpe oss med å forklare hvordan likevekter forsvyves. Likevekter kan forsvyves mot produktsiden enten ved å tilsette mer reaktanter eller fjerne produktet.

likevekten er:



I dette forsøket vil du gjennomføre reaksjonen mellom pentan-1-ol og eddiksyre. Du skal bruke en Vernier Mini gasskromatograf for å overvåke og verifisere dannelsen av esteren pentylacetat. Trykket i kolonnen bestemmer hastigheten til den mobile fasen (gass for GC), og et høyere trykk gir en høyere mobilfasehastighet.

Utstyrliste:

Logger pro / Lab quest	Eddiksyre (100%)
Vernier Mini GC	Pentan-1-ol
Termometer	Pentylacetat
1 µL sprøyte	Dowex 50 x 2 ionebytter resin
Dråpetellere	Aceton
3x reagensrør, 25 x 200 mm	Tørkepapir
Reagensrørstativ	Parafilm
2x 250 mL begerglass for vannbad og isbad	Varmeplate
10 mL målesylinder	25 mL begerglass

Fremgangsmåte for dannelse av Pentylacetat

OBS! Hele forsøket skal gjennomføres i avtrekkskap!

1. Fyll et begerglass halvfullt med vann og legg termometeret i begerglasset. Sett det på varmeplaten for oppvarming til en jevn temperatur mellom 65-70°C.
2. Ta tre reagensrør og marker dem 1, 2 og 3. Ta en spatelsspiss med Dowex ionebytter resin i hver av reagensrørene, og legg oppi en liten magnetrører.
3. Mål ut 3,0 mL eddiksyre og 3,0 mL pentan-1-ol med målesylinderet og bland godt i et 25 mL begerglasset. Overfør deretter 2 mL av blandingen i hver av de tre reagensrørene. Sett på kork / parafilm på hvert av reagensrørene.
4. Sett de tre reagensrørene i vannbadet, sett på røring og start tidtakingen. Nå er det et godt tidspunkt for å gjøre klart isbadet og kjøre standarder.
5. Koble til, skru på PC og mini GC'en, og åpne logger pro.
6. Trykk på collect knappen, og skriv inn parameterne:

Start temperature	70
Hold time	8 min
Ramp rate	0°C/min
Final temperature	70
Hold time	0
Total length	8 min
Pressure	10 kPa

7. Vent på at instrumentet er varmet opp og har riktig trykk. Når det er klart, vil collect knappen lyse og instrumentet lyser grønt.
8. Vask med aceton, og deretter tre ganger med eddiksyren. ta opp 0,1 µL av eddiksyren med sprøyten, og injiser i instrumentet samtidig som du trykker på collect-knappen.
9. Skyll sprøyten med aceton tre ganger (ikke fyll sprøyten over 0,5 µL!).
10. Når det ser ut som om alt av eddiken har kommet gjennom (burde ikke ta over 5 minutter), stopp samlingen og trykk på collect igjen for å gjøre klart for neste injeksjon.
11. **OBS!** Lagre filen på skrivebordet nå, i tilfelle noe skulle skje underveis!
12. Gjenta steg 8, 9 og 10 for pentan-1-ol. Om rør 1 allerede er ferdig og klar for injeksjon, gjør det ikke noe om løsningen blir stående til du er ferdig med standardene.
13. Etter 10 minutter, stopp reaksjonen i rør 1 ved å ta reagensrøret ut av vannbadet, og sett det i isbadet i 1-2 minutter.
14. Vask sprøyten tre ganger med løsningen, og ta deretter ut 0,1 µL av blandingen **OBS: Ikke ta sprøytespissen i nærheten av det faste stoffet i bunnen når du trekker opp stampelet**, injiser i mini GC'en og start innhenting av data ved å trykke på collect.
15. Gjenta steg 12 og 13 for rør 2 og rør 3 henholdsvis etter 20 og 30 minutter fra reaksjonen startet.
16. Etter at alle løsningene er injisert, ta en forsiktig lukt på hver av løsningene og se om du klarer å merke noen forskjell mellom hvert av rørene. Noter observasjonene.

17. Fisk ut magnetene fra reagensrørene, og hell løsningene ut i avfallsbeholderen merket med surt organisk avfall. Skyll reagensrørene med aceton i avtrekkskapet og sett de opp ned i stativet. Skru av GC'en og varmeplaten, og begynn databehandlingen.

Analysering av data:

1. Navngivning: Klikk på data i menylinjen, og deretter på «data set options»
2. Velg Latest run (eller et annet run du ønsker å navngi). Skriv inn det nye navnet, og trykk OK.
3. Klikk på Analyze i menylinjen, og deretter på «Peak integration».
4. Velg kromatogrammet du ønsker å analysere.
5. Klikk på starten av toppen, og dra til slutten av toppen (fra der den starter å gå opp, til der den er nede igjen).
6. Klikk på «add», og skriv inn navnet på stoffet som toppen tilhører (sammenlikn retensjonstid for å finne ut hvilken det er!)
7. gjenta trinn 3 og 4 for alle topper.

OBS!

Hvis det ikke er grunnlinjeseparasjon mellom to stoffer kan det være nyttig å markere begge toppene samtidig.

Klikk på add, skriv inn navnet på det første stoffet, marker midt mellom de to stoffene (der kurven er i bunnpunktet)

Klikk på split, klikk på andre halvdel for å markere den, og deretter skriv inn navnet til det andre stoffet.

8. Du kan gjemme visse kromatogrammer ved å trykke på Data, og deretter Hide Data set og velge hvilke du vil gjemme. Show gjør dem synlige igjen.
9. Ta ett skjermbilde som viser kun standardinjeksjonene, og ett skjermbilde som viser kun injeksjonene av de tre blandingene.

Skriv den de relative arealene (%) til hver av stoffene i alle tre rørene i tabellen nedenfor, og noter retensjonstidene.

Rør / Relativt areal (%)	Pentan-1-ol	Eddiksyre (100 %)	Pentylacetat
Rør 1			
Rør 2			
Rør 3			

Rør / retensjonstid	Pentan-1-ol	Eddiksyre (100 %)	Pentylacetat
Rør 1			
Rør 2			
Rør 3			

Etterarbeid:

1. Sett inn kromatogrammene fra standardinjeksjonene og reaksjonsblandingene.
2. Fyll ut tabellen.

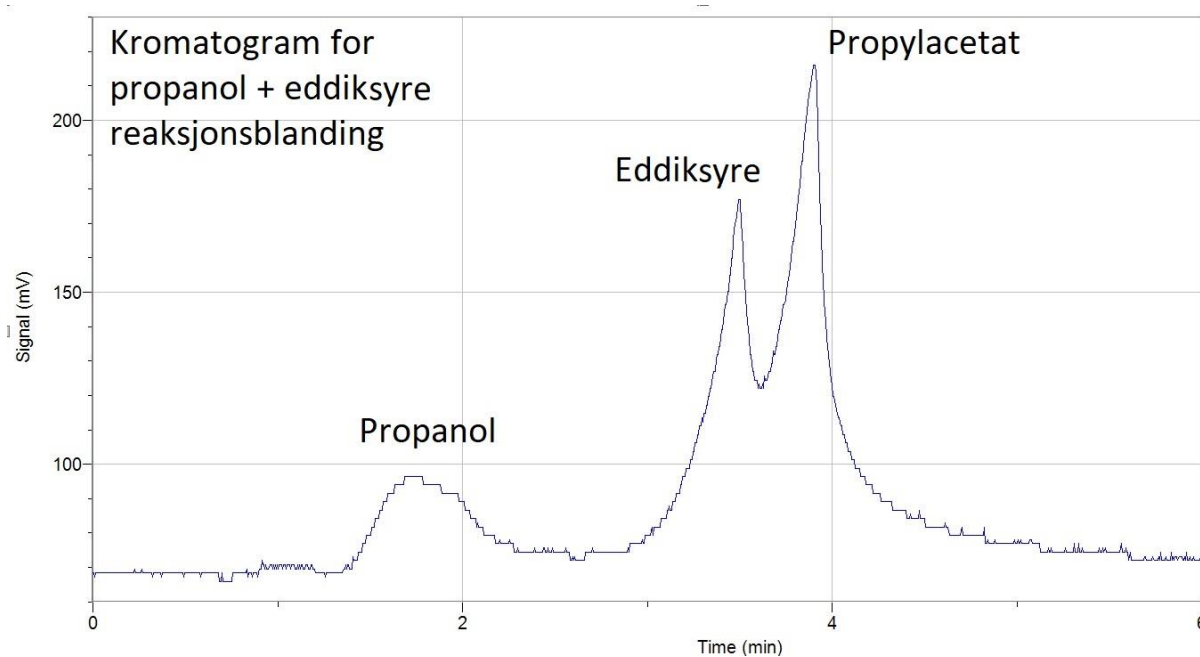
Forbindelse		Relativt areal (%)	Retensjonstid
Syre	Rør 1		
	Rør 2		
	Rør 3		
Alkohol	Rør 1		
	Rør 2		
	Rør 3		
Ester	Rør 1		
	Rør 2		
	Rør 3		

3. Bruk kromatogrammene fra injeksjonen av standardene til å avgjøre hvilke topper som tilhører hvilket stoff.
4. Hvordan endret lukten seg over tid, sammenliknet med hypotesen din fra prelabben? Hva mener du esteren din luktet?
5. Lag en graf, liknende den du lagde i prelabben, som viser endring i det relative arealet for de forskjellige stoffene i forhold til reaksjonstiden. Forklar med ord hva arealendringen viser for produkt og reaktanter.
6. Sammenlign retensjonstiden til eddiksyre i din analyse og i analysen som er vedlagt nedenfor. Hva kan være årsaker til at retensjonstiden ikke er lik?
7. Hvordan kan gasskromatografi brukes til å vurdere renheten til produktet ditt?
8. Hvordan kunne du ha rensset reaksjonsblandingen for å få den rene esteren?
9. Diskuter påstanden til Pål: «Reaksjonen nådd en likevekt ved 30 minutter.»
10. Hvorfor ser vi på relativt areal, istedenfor arealet til de forskjellige stoffene?

Vedlegg:

Kromatogram med parametrene:

Start temperature	30
Hold time	8 min
Ramp rate	5°C/min
Final temperature	30
Hold time	0
Total length	8 min
Pressure	6 kPa



Vedlegg 5: Endelige forsøksbeskrivelsen, i dette tilfelle for dannelsen av propylacetat, og rapportmalen

Overvåkning av en estersyntese ved bruk av gasskromatografi

Mål for forsøket:

I dette forsøket skal du

- Gjennomføre en kjemiskreaksjon for å danne esteren propylacetat.
- Bruke retensjonstidene fra en gasskromatografisk analyse til å overvåke ester dannelsen

Bakgrunnsteori:

Estere er en viktig klasse av organiske stoffer. Estere har ofte en behagelig lukt og finnes i naturlige dufter. Estere kan bli syntetisert for bruk i mat, parfymen og løsningsmiddel for organiske stoffer. Propylacetat brukes blant annet i tynningsmiddel.

En ester kan produseres gjennom en kondensasjonsreaksjon. Kondensasjonsreaksjoner kan ha vann som en av produktene. Startproduktet for estere er en alkohol og en syre. Katalysatorer, i dette tilfelle ione-bytter resin, blir tilsatt for å øke reaksjonsfarten til en reaksjon. Reaksjonen vil ikke skje fullstendig, men det vil heller innstilles en likevekt etter en visst tid. Le Châteliers prinsipp kan hjelpe oss med å forklare hvordan likevekter forsvyves. Likevekter kan forsvyves mot produktsiden enten ved å tilsette mer reaktanter eller fjerne produktet.

likevekten er:



I dette forsøket vil du gjennomføre reaksjonen mellom propan-1-ol og eddiksyre. Du skal bruke en Vernier Mini gasskromatograf for å overvåke og verifisere dannelsen av esteren propylacetat. Trykket i kolonnen bestemmer hastigheten til den mobile fasen (gass for GC), og et høyere trykk gir en høyere mobilfasehastighet.

Utstyrliste:

Logger pro / Lab quest	Eddiksyre (100%)
Vernier Mini GC	Propan-1-ol
Termometer	Propylacetat
1 µL sprøyte	Dowex 50 x 2 ionebytter resin
Dråpetellere	Aceton
3x reagensrør, 25 x 200 mm	Tørkepapir
Reagensrørstativ	Parafilm
2x 250 mL begerglass for vannbad og isbad	Varmeplate
10 mL målesylinder	25 mL begerglass

Fremgangsmåte for dannelselse av Propylacetat

18. Fyll et begerglass halvfullt med vann og legg termometeret i begerglasset. Sett det på varmeplaten for oppvarming til en jevn temperatur mellom 65-70°C.
19. Ta tre reagensrør og marker dem 1, 2 og 3. Ta en spatelspiss med Dowex ionebytter resin i hver av reagensrørene, og legg oppi en liten magnetrører.
20. Mål ut 3,0 mL eddiksyre og 3,0 mL propan-1-ol med målesylinderet og bland godt i et lite begerglass. Pipetter deretter ut 2 mL av blandingen i hver av de tre reagensrørene. Sett på kork / parafilm på hvert av reagensrørene.
21. Sett de tre reagensrørene i vannbadet, sett på røring og start tidtakingen. Nå er det et godt tidspunkt for å gjøre klart isbadet og kjøre standarder.
22. Koble til, skru på PC og mini GC'en, og åpne logger pro.
23. Trykk på collect knappen, og skriv inn parameterne:

Start temperature	30
Hold time	8 min
Ramp rate	0°C/min
Final temperature	30
Hold time	0
Total length	8 min
Pressure	6 kPa

24. Vent på at instrumentet er varmet opp og har riktig trykk. Når det er klart, vil collect knappen lyse og instrumentet lyser grønt.
25. Vask med aceton, og deretter tre ganger med eddiksyren. ta opp 0,1 µL av eddiksyren med sprøyten, og injiser i instrumentet samtidig som du trykker på collect-knappen.
26. Skyll sprøyten med aceton tre ganger (ikke fyll sprøyten over 0,5 µL!).
27. Når det ser ut som om alt av eddiken har kommet gjennom (burde ikke ta over 5 minutter), stopp samlingen og trykk på collect igjen for å gjøre klart for neste injeksjon.
28. **OBS!** Lagre filen på skrivebordet nå, i tilfelle noe skulle skje underveis!
29. Gjenta steg 8, 9 og 10 for propan-1-ol. Om rør 1 allerede er ferdig og klar for injeksjon, gjør det ikke noe om løsningen blir stående til du er ferdig med standardene.
30. Etter 10 minutter, stopp reaksjonen i rør 1 ved å ta reagensrøret ut av vannbadet, og sett det i isbadet i 1-2 minutter.
31. Vask sprøyten tre ganger med løsningen, og ta deretter ut 0,1 µL av blandingen **OBS: Ikke ta sprøytespissen i nærheten av det faste stoffet i bunnen når du trekker opp stempelet**, injiser i mini GC'en og start innhenting av data ved å trykke på collect.
32. Gjenta steg 12 og 13 for rør 2 og rør 3 henholdsvis etter 20 og 30 minutter fra reaksjonen startet.
33. Etter at alle løsningene er injisert, ta en forsiktig lukt på hver av løsningene og se om du klarer å merke noen forskjell mellom hvert av rørene. Noter observasjonene.
34. Fisk ut magnetene fra reagensrørene, og hell løsningene ut i avfallsbeholderen merket med surt organisk avfall. Skyll reagensrørene med aceton i avtrekkskapet og sett de opp ned i stativet. Skru av GC'en og varmeplaten, og begynn databehandlingen.

Analysering av data:

10. Navngivning: Klikk på data i menylinjen, og deretter på «data set options»
11. Velg Latest run (eller et annet du ønsker å navngi). Skriv inn det nye navnet, og trykk OK.
12. Klikk på Analyze i menylinjen, og deretter på «Peak integration».
13. Velg kromatogrammet du ønsker å analysere.
14. Klikk på starten av toppen, og dra til slutten av toppen (fra der den starter å gå opp, til der den er nede igjen).
15. Klikk på «add», og skriv inn navnet på stoffet som toppen tilhører (sammenlikn retensjonstid for å finne ut hvilken det er!)
16. gjenta trinn 3 og 4 for alle topper.

OBS!

Hvis det ikke er grunnlinjeseparasjon mellom to stoffer kan det være nyttig å markere begge toppene samtidig.

Klikk på add, skriv navnet på det første stoffet, marker midt mellom de to stoffene (der kurven er i bunnpunktet)

Klikk på split, klikk på andre halvdel for å markere den, og deretter skriv inn navnet til det andre stoffet.

17. Du kan gjemme visse kromatogrammer ved å trykke på Data, og deretter Hide Data set og velge hvilke du vil gjemme. Show gjør dem synlige igjen.
18. Ta ett skjermbilde som viser kun standardinjeksjonene, og ett skjermbilde som viser kun injeksjonene av de tre blandingene.

Skriv den de relative arealene (%) til hver av stoffene i alle tre rørene i tabellen nedenfor, og noter retensjonstidene.

Rør / Relativt areal (%)	Propan-1-ol	Eddiksyre (100 %)	Propylacetat
Rør 1			
Rør 2			
Rør 3			

Rør / retensjonstid	Propan-1-ol	Eddiksyre (100 %)	Propylacetat
Rør 1			
Rør 2			
Rør 3			

Etterarbeid:

11. Sett inn kromatogrammene fra standardinjeksjonene og reaksjonsblandingene.

12. Fyll ut tabellen.

Forbindelse		Relativt areal (%)	Retensjonstid
Syre	Rør 1		
	Rør 2		
	Rør 3		
Alkohol	Rør 1		
	Rør 2		
	Rør 3		
Ester	Rør 1		
	Rør 2		
	Rør 3		

13. Bruk kromatogrammene fra injeksjonen av standardene til å avgjøre hvilke topper som tilhører hvilket stoff.

14. Hvordan endret lukten seg over tid, sammenliknet med hypotesen din fra prelabben?
Hva mener du esteren din luktet?

15. Lag en graf, liknende den du lagde i prelabben, som viser endring i det relative arealet for de forskjellige stoffene i forhold til reaksjonstiden. Forklar med ord hva arealendringen viser for produkt og reaktanter.

16. Sammenlign retensjonstiden til eddiksyre i din analyse og i analysen som er vedlagt nedenfor. Hva kan være årsaker til at retensjonstiden ikke er lik?

17. Hvordan kan gasskromatografi brukes til å vurdere renheten til produktet ditt?

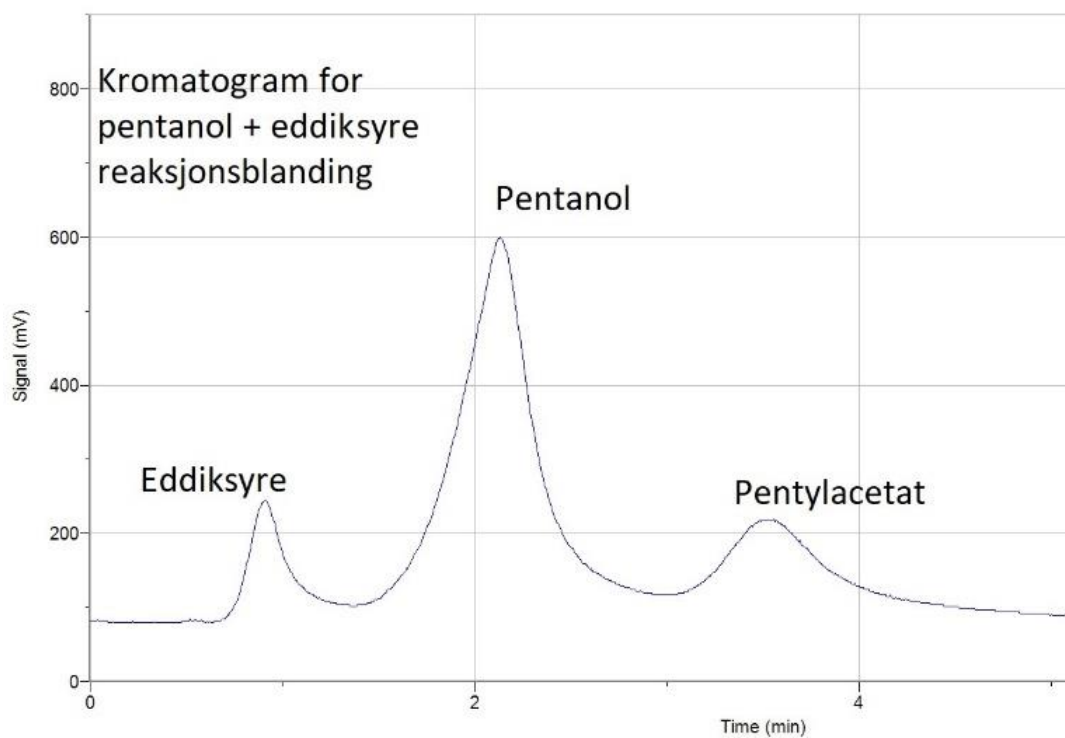
18. Hvordan kunne du ha rensset reaksjonsblandingen for å få den rene esteren?

19. Diskuter påstanden til Pål: «Reaksjonen nådd en likevekt ved 30 minutter.»

20. Hvorfor ser vi på relativt areal, istedenfor arealet til de forskjellige

Vedlegg av kromatogrammer:

Start temperature	70
Hold time	8 min
Ramp rate	0°C/min
Final temperature	70
Hold time	0
Total length	8 min
Pressure	10 kPa



Vedlegg 6: Endelige forsøksbeskrivelsen, i dette tilfelle for dannelsen av etylacetat, og rapportmalen

Overvåkning av en estersyntese ved bruk av gasskromatografi

Mål for forsøket:

I dette forsøket skal du

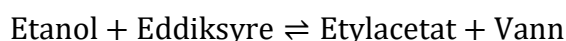
- Gjennomføre en kjemiskreaksjon for å danne esteren etylacetat.
- Bruke retensjonstidene fra en gasskromatografisk analyse til å overvåke esterdannelsen

Bakgrunnsteori:

Estere er en viktig klasse av organiske stoffer. Estere har ofte en behagelig lukt og finnes i naturlige dufter. Estere kan bli syntetisert for bruk i mat, parfymer og løsningsmiddel for organiske stoffer. Etylacetat brukes blant annet til fjerne koffein av te og kaffe.

En ester kan produseres gjennom en kondensasjonsreaksjon. Kondensasjonsreaksjoner kan ha vann som en av produktene. Startproduktet for estere er en alkohol og en syre. Katalysatorer, i dette tilfelle ione-bytter resin, blir tilsatt for å øke reaksjonsfarten til en reaksjon. Reaksjonen vil ikke skje fullstendig, men det vil heller innstilles en likevekt etter en visst tid. Le Châteliers prinsipp kan hjelpe oss med å forklare hvordan likevekter forsyves. Likevekter kan forsyves mot produktsiden enten ved å tilsette mer reaktanter eller fjerne produktet.

likevekten er:



I dette forsøket vil du gjennomføre reaksjonen mellom etanol og eddiksyre. Du skal bruke en Vernier Mini gasskromatograf for å overvåke og verifisere dannelsen av esteren Etylacetat. Trykket i kolonnen bestemmer hastigheten til den mobile fasen (gass for GC), og et høyere trykk gir en høyere mobilfasehastighet.

Utstyrliste:

Logger pro / Lab quest	Eddiksyre (100%)
Vernier Mini GC	Etanol
Termometer	Etylacetat
1 µL sprøyte	Dowex 50 x 2 ionebytter resin
Dråpetellere	Aceton
3x reagensrør, 25 x 200 mm	Tørkepapir
Reagensrørstativ	Parafilm
2x 250 mL begerglass for vannbad og isbad	Varmeplate
10 mL målesylinder	25 mL begerglass

Fremgangsmåte for dannelselse av Etylacetat

35. Fyll et begerglass halvfullt med vann og legg termometeret i begerglasset. Sett det på varmeplaten for oppvarming til en jevn temperatur mellom 65-70°C.
36. Ta tre reagensrør og marker dem 1, 2 og 3. Ta en spatelspiss med Dowex ionebytter resin i hver av reagensrørene, og legg oppi en liten magnetrører.
37. Mål ut 3,0 mL eddiksyre og 3,0 mL etanol med målesylinderet og bland godt i et lite begerglass. Pipetter deretter ut 2 mL av blandingen i hver av de tre reagensrørene. Sett på kork / parafilm på hvert av reagensrørene.
38. Sett de tre reagensrørene i vannbadet, sett på røring og start tidtakingen. Nå er det et godt tidspunkt for å gjøre klart isbadet og kjøre standarder.
39. Koble til, skru på PC og mini GC'en, og åpne logger pro.
40. Trykk på collect knappen, og skriv inn parameterne:

Start temperature	30
Hold time	8 min
Ramp rate	0°C/min
Final temperature	30
Hold time	0
Total length	8 min
Pressure	6 kPa

41. Vent på at instrumentet er varmet opp og har riktig trykk. Når det er klart, vil collect knappen lyse og instrumentet lyser grønt.
42. Vask med aceton, og deretter tre ganger med eddiksyren. ta opp 0,1 µL av eddiksyren med sprøyten, og injiser i instrumentet samtidig som du trykker på collect-knappen.
43. Skyll sprøyten med aceton tre ganger (ikke fyll sprøyten over 0,5 µL!).
44. Når det ser ut som om alt av eddiken har kommet gjennom (burde ikke ta over 5 minutter), stopp samlingen og trykk på collect igjen for å gjøre klart for neste injeksjon.
45. **OBS!** Lagre filen på skrivebordet nå, i tilfelle noe skulle skje underveis!
46. Gjenta steg 8, 9 og 10 for etanol. Om rør 1 allerede er ferdig og klar for injeksjon, gjør det ikke noe om løsningen blir stående til du er ferdig med standardene.
47. Etter 10 minutter, stopp reaksjonen i rør 1 ved å ta reagensrøret ut av vannbadet, og sett det i isbadet i 1-2 minutter.
48. Vask sprøyten tre ganger med løsningen, og ta deretter ut 0,1 µL av blandingen **OBS: Ikke ta sprøytespissen i nærheten av det faste stoffet i bunnen når du trekker opp stempelet**, injiser i mini GC'en og start innhenting av data ved å trykke på collect.
49. Gjenta steg 12 og 13 for rør 2 og rør 3 henholdsvis etter 20 og 30 minutter fra reaksjonen startet.
50. Etter at alle løsningene er injisert, ta en forsiktig lukt på hver av løsningene og se om du klarer å merke noen forskjell mellom hvert av rørene. Noter observasjonene.
51. Fisk ut magnetene fra reagensrørene, og hell løsningene ut i avfallsbeholderen merket med surt organisk avfall. Skyll reagensrørene med aceton i avtrekkskapet og sett de opp ned i stativet. Skru av GC'en og varmeplaten, og begynn databehandlingen.

Analysering av data:

19. Navngivning: Klikk på data i menylinjen, og deretter på «data set options»
20. Velg Latest run (eller et annet du ønsker å navngi). Skriv inn det nye navnet, og trykk OK.
21. Klikk på Analyze i menylinjen, og deretter på «Peak integration».
22. Velg kromatogrammet du ønsker å analysere.
23. Klikk på starten av toppen, og dra til slutten av toppen (fra der den starter å gå opp, til der den er nede igjen).
24. Klikk på «add», og skriv inn navnet på stoffet som toppen tilhører (sammenlikn retensjonstid for å finne ut hvilken det er!)
25. gjenta trinn 3 og 4 for alle topper.

OBS!

Hvis det ikke er grunnlinjeseparasjon mellom to stoffer kan det være nyttig å markere begge toppene samtidig.

Klikk på add, skriv navnet på det første stoffet, marker midt mellom de to stoffene (der kurven er i bunnpunktet)

Klikk på split, klikk på andre halvdel for å markere den, og deretter skriv inn navnet til det andre stoffet.

26. Du kan gjemme visse kromatogrammer ved å trykke på Data, og deretter Hide Data set og velge hvilke du vil gjemme. Show gjør dem synlige igjen.
27. Ta ett skjermbilde som viser kun standardinjeksjonene, og ett skjermbilde som viser kun injeksjonene av de tre blandingene.

Skriv den de relative arealene (%) til hver av stoffene i alle tre rørene i tabellen nedenfor, og noter retensjonstidene.

Rør / Relativt areal (%)	Etanol	Eddiksyre (100 %)	Etylacetat
Rør 1			
Rør 2			
Rør 3			

Rør / retensjonstid	Etanol	Eddiksyre (100 %)	Etylacetat
Rør 1			
Rør 2			
Rør 3			

Etterarbeid:

21. Sett inn kromatogrammene fra standardinjeksjonene og reaksjonsblandingene.

22. Fyll ut tabellen.

Forbindelse		Relativt areal (%)	Retensjonstid
Syre	Rør 1		
	Rør 2		
	Rør 3		
Alkohol	Rør 1		
	Rør 2		
	Rør 3		
Ester	Rør 1		
	Rør 2		
	Rør 3		

23. Bruk kromatogrammene fra injeksjonen av standardene til å avgjøre hvilke topper som tilhører hvilket stoff.

24. Hvordan endret lukten seg over tid, sammenliknet med hypotesen din fra prelabben?
Hva mener du esteren din luktet?

25. Lag en graf, liknende den du lagde i prelabben, som viser endring i det relative arealet for de forskjellige stoffene i forhold til reaksjonstiden. Forklar med ord hva arealendringen viser for produkt og reaktanter.

26. Sammenlign retensjonstiden til eddiksyre i din analyse og i analysen som er vedlagt nedenfor. Hva kan være årsaker til at retensjonstiden ikke er lik?

27. Hvordan kan gasskromatografi brukes til å vurdere renheten til produktet ditt?

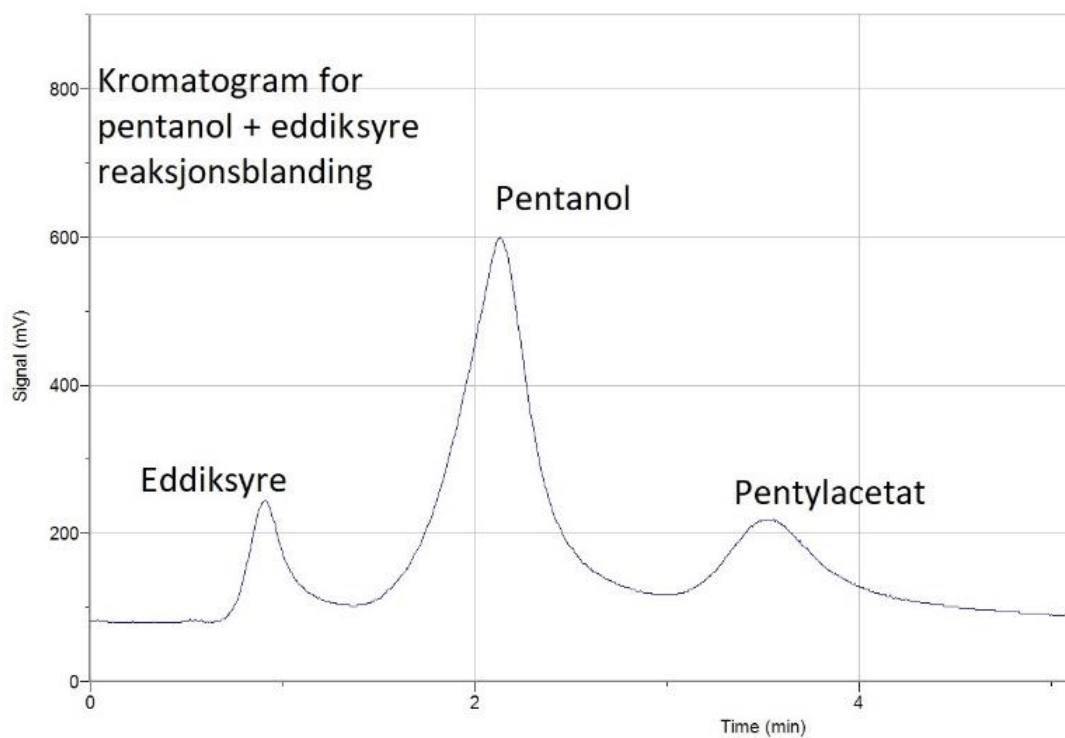
28. Hvordan kunne du ha rensset reaksjonsblandingen for å få den rene esteren?

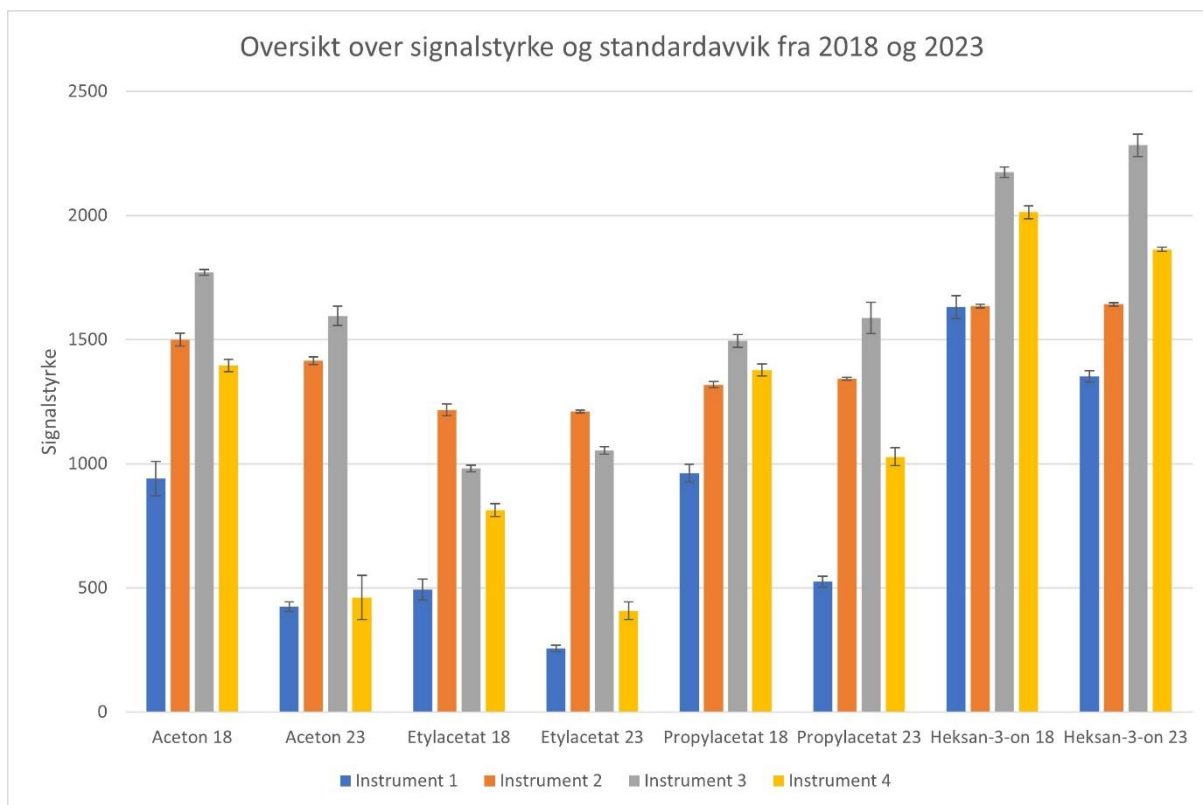
29. Diskuter påstanden til Pål: «Reaksjonen nådd en likevekt ved 30 minutter.»

30. Hvorfor ser vi på relativt areal, istedenfor arealet til de forskjellige

Vedlegg av kromatogrammer:

Start temperature	70
Hold time	8 min
Ramp rate	0°C/min
Final temperature	70
Hold time	0
Total length	8 min
Pressure	10 kPa





Figur 25: Sammenlikning mellom signalstyrkene for hvert instrument fra 2018 og i 2023. Det svarte intervallet viser standardavviket for hver av søylene.

Rådata:

Tabell 8: Rådata fra fem gjennomkjøringer uten røring. Verdien er relativt areal av produktet i hvert av rørene som hadde reagert 20, 40 og 60 minutter.

% Areal produkt	uten røring				
	18012301	18012302	23012301	23012302	23012303
20	0.22	0	0	0	0
40	5.06	0	0.79	0	0
60	9.97	1.57	6.25	2.18	0

Tabell 9: Rådata fra fem gjennomkjøringer med røring. Verdien er relativt areal av produkt som ble dannet.

%Areal produkt	med røring				
	11012301	18012303	18012304	25012301	25012302
20	12.67	17.72	13.76	15.49	18.67
40	47.97	28.35	35.46	36.46	32.36
60	42.08	45.44	43.42	39.67	59

Tabell 10: Verdier fra syv gjennomkjøringer hvor det ikke ble blandet på forhånd. Verdiene er relativt areal av hver av reaktantene.

Pipettert separat						
	20 min		40 min		60 min	
	Rør 1		Rør 2		Rør 3	
	Etanol	Eddik	Etanol	Eddik	Etanol	Eddik
10012301	28.35	71.65	63.36	36.64	38.42	40.8
11012301	24.03	63.3	26.5	25.54	27.66	30.26
18012301	24.64	75.1	25.2	69.74	23.67	66.37
18012302	79.94	20.06	80.08	29.92	38.82	60.84
23012301	23.29	76.71	46.56	52.71	34.06	59.31
23012302	38.42	61.58	40.71	59.29	21.72	76.81
23012303	82.56	17.44	73.41	26.59	82.37	17.63

Tabell 11: Oversikt over forholdstallene mellom relativt areal av etanol delt på relativt areal av eddiksyre.

10012301		11012301		18012301		18012302	
Minutter	Forholdstall	Minutter	Forholdstall	Minutter	Forholdstall	Minutter	Forholdstall
20	0.39567341	20	0.37962085	20	0.32809587	20	3.985044865
40	1.72925764	40	1.0375881	40	0.36134213	40	2.676470588
60	0.94166667	60	0.91407799	60	0.35663703	60	0.638067061
23012301		23012302		23012303			
Minutter	Forholdstall	Minutter	Forholdstall	Minutter	Forholdstall		
20	0.303611	20	0.62390386	20	4.73394495		
40	0.88332385	40	0.68662506	40	2.76081234		
60	0.57427078	60	0.28277568	60	4.67214974		

Tabell 12: Oversikt over fem gjennomkjøringer hvor det relative arealet av reaktantene etanol og eddiksyre.

målesylinder og blandet						
	20 min		40 min		60 min	
	Rør 1		Rør 2		Rør 3	
	Etanol	Eddik	Etanol	Eddik	Etanol	Eddik
12012301	30.02	50.39	23.72	33.02	19.61	26.46
18012303	25.01	57.27	21.87	49.78	16.57	37.99
18012304	30.45	55.79	26.67	37.87	23.91	32.67
25012301	20.36	64.14	18.2	45.34	18.32	42.01
25012302	25.42	55.91	27.36	40.28	17.29	23.71

Tabell 13: Oversikt over forholdstall mellom relativt areal av etanol og eddiksyre. Disse fem gjennomkjøringene ble forhåndsblandet.

Forhåndsblandet	Minutter	Forholdstall	Minutter	Forholdstall	Minutter	Forholdstall
	20	0.59575313	20	0.43670334	20	0.54579674
	40	0.71835251	40	0.43933307	40	0.70425139
	60	0.74111867	60	0.43616741	60	0.7318641
	Minutter	Forholdstall	Minutter	Forholdstall		
	20	0.31743062	20	0.45465927		
	40	0.40141156	40	0.67924528		
	60	0.43608665	60	0.72922817		

Tabell 14: Oversikt over relativt areal av produkt som ble målt hvert 10 minutt over 50 minutter.

% areal produkt	
	12012301
10	12.18
20	19.59
30	44.93
40	43.26
50	53.9

Tabell 15: Fem gjennomkjøringer hvor det ble målt hvert tiende minutt opptil 30 minutter. Relative arealer for både reaktanter og produkt er vedlagt

5 gjennomkjøringer av måling hvert 10.

Min

Propylacetat	10 min			20 min			30 min		
	Rør 1			Rør 2			Rør 3		
	Propanol	Eddik	Propylacetat	Propanol	Eddik	Propylacetat	Propanol	Eddik	Propylacetat
27012301	24.96	44.8	30.24	17.41	32.76	49.84	13.7	24.33	61.97
1022301	18.37	42.55	39.08	13.95	33.99	52.05	11.46	25.18	63.36
1022302	25.19	42.96	31.85	13.31	33.49	53.2	11.06	23.7	65.25
1022303	20.5	42.59	36.91	17.27	30.68	52.05	11.62	25.63	62.74
1022304	20	47.16	32.84	15.49	31.84	52.67	12.6	27.34	60.07

Tabell 16: Seks gamle og tre nye injeksjoner av en blanding injisert på GC 1, hvor signalstyrken var i fokus Signalstyrker for Stoff 1 (acetone), Stoff 2 (etylacetat), Stoff 3 (Propylacetat) og Stoff 4 (Heksan-3-on). Gamle verdier er fra Svein Tveits mastergrad.

GC 1 gammel	Injeksjon	Stoff 1	Stoff 2	Stoff 3	Stoff 4
	1	789	367	902	1569
	2	873	435	870	1529
	3	856	445	959	1645
	4	985	488	935	1605
	5	937	462	915	1584
	6	877	431	865	1523
	Gjennomsnitt	886.166667	438	907.666667	1575.833333
	STD	67.7655271	40.5561339	36.6260381	46.3310551
	%STD	7.64704086	9.25939131	4.03518598	2.94009868
GC 1 ny	1	370	210	460	1327
	2	353	186	495	1297
	3	391	213	463	1274
	Gjennomsnitt	371.333333	203	472.666667	1299.333333
	STD	19.0350554	14.7986486	19.3993127	26.5769324
	%STD	5.126137	7.28997467	4.10422695	2.04542835

Tabell 17: Seks gamle og tre nye injeksjoner av en blanding injisert på GC 2, hvor signalstyrken var i fokus Signalstyrker for Stoff 1 (acetone), Stoff 2 (etylacetat), Stoff 3 (Propylacetat) og Stoff 4 (Heksan-3-on). Gamle verdier er fra Svein Tveits mastergrad.

GC 2 gammel	Injeksjon	Stoff 1	Stoff 2	Stoff 3	Stoff 4
	1	1363	1082	1207	1540
	2	1396	1114	1208	1524
	3	1396	1114	1208	1522
	4	1417	1132	1219	1525
	5	1396	1113	1215	1533
	6	1399	1111	1217	1534
	Gjennomsnitt	1394.5	1111	1212.33333	1529.66667
	STD	17.467112	16.1493034	5.27888877	7.06163343
	%STD	1.25257167	1.45358266	0.43543212	0.46164524
GC 2 ny	1	1334	1165	1298	1591
	2	1307	1159	1281	1583
	3	1290	1149	1289	1595
	Gjennomsnitt	1310.33333	1157.66667	1289.33333	1589.66667
	STD	22.1885857	8.08290377	8.50490055	6.11010093
	%STD	1.69335429	0.69820649	0.65963551	0.38436366

Tabell 18: Seks gamle og tre nye injeksjoner av en blanding injisert på GC 3, hvor signalstyrken var i fokus Signalstyrker for Stoff 1 (acetone), Stoff 2 (etylacetat), Stoff 3 (Propylacetat) og Stoff 4 (Heksan-3-on). Gamle verdier er fra Svein Tveits mastergrad.

GC 3 gammel	Injeksjon	Stoff 1	Stoff 2	Stoff 3	Stoff 4
	1	1707	903	1458	2114
	2	1711	920	1389	2080
	3	1691	912	1405	2080
	4	1717	924	1433	2110
	5	1706	930	1451	2126
	6	1688	895	1429	2129
	Gjennomsnitt	1703.33333	914	1427.5	2106.5
	STD	11.4309521	13.251415	26.4707386	21.7232594
	%STD	0.67109308	1.44982659	1.85434246	1.03124896
GC 3 ny	1	1545	988	1563	2243
	2	1476	963	1439	2156
	3	1546	991	1539	2231
	Gjennomsnitt	1522.33333	980.66667	1513.66667	2210
	STD	40.1289588	15.3731367	65.7672664	47.1487009
	%STD	2.63601656	1.56762101	4.34489758	2.13342538

Tabell 19: Seks gamle og tre nye injeksjoner av en blanding injisert på GC 4, hvor signalstyrken var i fokus Signalstyrker for Stoff 1 (aceton), Stoff 2 (etylacetat), Stoff 3 (Propylacetat) og Stoff 4 (Heksan-3-on). Gamle verdier er fra Svein Tveits mastergrad.

GC 4 gammel	Injeksjon	Stoff 1	Stoff 2	Stoff 3	Stoff 4
	1	1341	757	1297	1922
	2	1364	788	1307	1943
	3	1336	755	1334	1953
	4	1307	729	1307	1962
	5	1373	788	1363	1993
	6	1321	731	1323	1975
	Gjennomsnitt	1340.33333	758	1321.83333	1958
	STD	25.0253205	26	24.0866491	24.8032256
	%STD	1.86709678	3.43007916	1.82221529	1.26676331
GC 4 ny	1	516	396	939	1822
	2	339	313	980	1794
	3	363	350	999	1809
	Gjennomsnitt	406	353	972.666667	1808.33333
	STD	96.0156237	41.5812458	30.664855	14.0118997
	%STD	23.6491684	11.7793897	3.15265816	0.7748516

Tabell 20: Oversikt over forholdstallet mellom gjennomsnittet fra de nye gjennomkjøringene og gjennomsnittet fra de gamle injeksjonene.

	Aceton	Etylacetat	Propylacetat	Heksan-3-on	Signal gammel / signal ny
GC 1	0.42	0.46	0.52	0.82	
GC 2	0.94	1.04	1.06	1.04	
GC 3	0.89	1.07	1.06	1.05	
GC 4	0.30	0.47	0.74	0.92	