

**LABORANTSKOLEN PRÆSENTERER:
FREMSTILLING AF 5 FORSKELLEGE STOFFER**



AF

KENNETH BUCHWALD JOHANSEN

TEMA: SYNTESER

HOLD: 2LABA0108

KORT OM RAPPORTEN

Rapporten handler om syntesen af $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, Aspirin®, benzoesyre, methansyrepropylester samt acetanilid. Rapporten koncentrerer sig desuden om oprensning og renhedsbestemmelse af disse stoffer.

5 STOFFER

19 ANALYSER

TITEL:

Fremstilling af 5 forskellige stoffer

TEMA:

Synteser

PROJEKT PERIODE:

Fra 25. Marts 2008

Til 6. Maj 2008

SEMESTER:

2. Semester

HOLD:

2laba0108

FORFATTER:

Kenneth Buchwald Johansen

SYNOPSIS:

Rapportens formål er at dokumentere synteserne af 5 forskellige stoffer. Der skal fremstilles ferrosulfat heptahydrat, acetylsalicylsyre, benzoesyre, methansyrepropylester og acetanilid. Alle synteserne indeholder et oprensingsforløb, hvor renheden af stofferne kan forbedres. Der bestemmes desuden smelte-/kogepunkt, udbytteprocent og renhedsprocent.

Alle analyserne har båret frugt, og der er blevet fremstillet de rette stoffer - alle med en forholdsvis høj renhedsprocent. Overraskende nok har f.eks. benzoesyre fået en renhedsprocent på 97,91%, til trods for at oprensningen blev udeladt

Udbytteprocenterne for stofferne svinger helt fra 108,6% for ferrosulfat heptahydrat til 28,7% for acetanilid.

Acetylsalicylsyre, benzoesyre og acetanilid er med succes blevet identificeret vha. IR-spektrofotometri.

FORORD

Nærværende rapport er et produkt af temaet *Synteser* på laborantuddannelsens 2. semester, Nordjyllands Erhvervsakademi.

Henvisninger til litteratur vil fremgå med forfatterens efternavn og årstal, f.eks. Eliassen 2008, som henviser til analyseforskriften "*Identifikation og renhedsbestemmelse af methansyrepropylester ved hjælp af GC og ekstern standard metoden*".

Kenneth Buchwald Johansen

INDHOLDSFORTEGNELSE

Forord	II
1 Introduktion	1
1.1 Indledning	1
1.2 Ferrosulfat heptahydrat	1
1.3 Acetylsalicylsyre	2
1.4 Benzoesyre	3
1.5 Methansyrepropylester	3
1.6 Acetanilid	5
2 Resultater	6
2.1 Ferrosulfat heptahydrat	6
2.2 Acetylsalicylsyre	6
2.3 Benzoesyre	6
2.4 Methansyrepropylester	6
2.5 Acetanilid	6
3 Diskussion	8
3.1 Ferrosulfat heptahydrat	8
3.2 Acetylsalicylsyre	8
3.3 Benzoesyre	8
3.4 Methansyrepropylester	8
3.5 Acetanilid	9
4 Konklusion	10
Litteratur	11
Bilag A Sikkerhed	12
A.1 Ferrosulfat heptahydrat	12
A.2 Acetylsalicylsyre	13
A.3 Benzoesyre	14
A.4 Methansyrepropylester	15
A.5 Acetanilid	15

Bilag B	Ferrosulfat heptahydrat	17
B.1	Udbytte	17
B.2	Renhedsbestemmelse ved titrering	17
B.3	Renhedsbestemmelse med AAS	18
Bilag C	Acetylsalicylsyre	19
C.1	IR-spektrofotometri	19
C.2	Udbytte	20
C.3	Renhedsbestemmelse	21
Bilag D	Benzoesyre	22
D.1	IR-spektrofotometri	22
D.2	Udbytte	23
D.3	Renhedsbestemmelse	24
Bilag E	Methansyrepropylester	25
E.1	Udbytte	25
E.2	Renhedsbestemmelse ved GC	25
Bilag F	Acetanilid	27
F.1	IR-spektrofotometri	27
F.2	Udbytte	28
F.3	Renhedsbestemmelse (Kjeldahl)	29

INTRODUKTION

I dette kapitel gøres der rede for rapportens formål samt for de enkelte analyser og analysemetoder.

1.1 Indledning

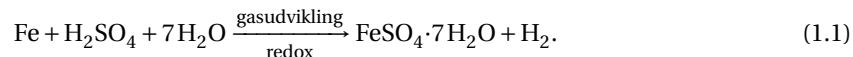
En *syntese* er en fremstilling af et stof ved en kemisk reaktion. I denne rapport ønskes det at fremstille følgende stoffer:

1. Ferrosulfat (jern(II)sulfat) heptahydrat,
2. Acetylsalicylsyre,
3. Benzoesyre,
4. Methansyrepropylester,
5. Acetanilid.

Hvert af stofferne skal identificeres, renhedsbestemmes og udbytteprocenten skal findes.

1.2 Ferrosulfat heptahydrat

Behandler man jern med fortyndet svovlsyre, er det muligt at frembringe reaktionen

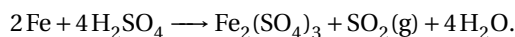


Denne reaktion sker ved temperaturer under 56,7°C. Kommer man over denne temperatur, vil der i stedet blive dannet ferrosulfat tetrahydrat eller ferrosulfat monohydrat (se tabel 1.1).

Temperatur	Hydrat
Under 56,7°C	Heptahydratet $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
Mellem 56,7°C og 64°C	Tetrahydratet $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Over 64°C	Monohydratet $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Tabel 1.1: *Forskellige krystalliseringer af FeSO_4*

Grunden til, at der bruges fortyndet saltsyre, er at der med koncentreret svovlsyre kan ske den uønskede reaktion:



Analysemetoden er beskrevet i den udleverede forskrift (Inge 2008c) og går kort ud på at lade reaktionen forløbe, filtrere produktet og lade det krystallisere over to omgange. Ved udkrystallisationen varmes der på produktet. Dette skal foregå meget forsigtigt, da for meget varme kan katalysere dannelsen af tetrahydrat eller monohydrat som beskrevet ovenfor. Ved 2. udkrystallisation afdampes der vand, således at opløsningen bliver 60-procentlig mht. ferrosulfat. Dette skyldes at udkrystallisationen burde give det bedste resultat ved denne koncentration. Der bruges ståluld som jernkilde, da ståluld har en stor overflade og derfor er villig til at reagere hurtigere.

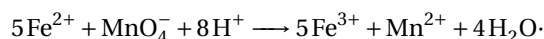
Der laves renhedsbestemmelse på begge udkrystallisationer med atomabsorbtionsspektrofotometri (AAS) og ved titrering, og den ønskede renhedsprocent er 96,9% - 106,7% $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Renhedsprocenten kan godt ligge over 100%, da der sandsynligvis vil blive dannet en smule tetra- eller monohydrat, som har en mindre molarmasse end heptahydrat. Ved titreringen bestemmes også renhed af en kontrol bestående af indkøbt $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

1.2.1 Renhedsbestemmelse med AAS

$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ er letopløseligt i vand, og det er derfor ikke nødvendigt at lave opløsning (dvs. tilsætte et reagens, der kan splitte Fe fra SO_4). I stedet tilsættes salpetersyre til prøver og standarder, hvor salpetersyren har til formål at holde Fe på opløst form. Der laves en kalibreringsrække i området 0,2-5mg Fe/L. Til kontrol bruges en udleveret kontrol, som fortyndes til en koncentration på 2,0mg Fe/L.

1.2.2 Renhedsbestemmelse ved titrering

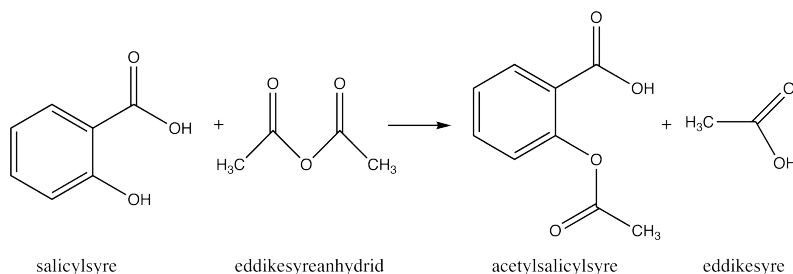
Titreringen er en redoxtitrering med kaliumpermanganat. Titrerligningen er



1.3 Acetylsalicylsyre

Acetylsalicylsyre anvendes som smertestillende middel under navne som Aspirin®, Albyl® og Magnyl®.

Ved syntesen følges den udleverede analyseforskrift (Inge 2008b), dog med nogle små afvigelser. Man lader salicylsyre reagere med eddikesyreanhydrid, som vist i figur 1.1. Reaktionen er en exoterm forestring. Der tilsættes nogle dråber svovlsyre, som fungerer som katalysator. Der opvarmes og omrøres så



Figur 1.1: Reaktionsskema for syntesen af acetylsalicylsyre

blandingen bliver en homogen „grød“. De udskilte krystaller frafiltreres på en Büchnertragt med sug. Krystallerne vaskes grundigt med vand for at få eddikesyrerester væk. Dette kan lade sig gøre, fordi acetylsalicylsyre er tungt opløselig i vand (1:300). Man kan lugte sig frem til, hvornår der ikke er så meget eddikesyre tilbage pga. eddikesyrens stærke lugt. Krystallerne tørres.

Herefter omkrystalliseres produktet ved at opløse det i sprit og opvarme. Acetylsalicylsyre er nemlig forholdsvis nemt opløselig i stærk sprit (1:4). Der afkøles langsomt, og produktet renses igen gennem en Büchnertragt. Det endelige produkt tørres.

Analysemetoden benytter sig af nogle giftige stoffer, og der bør bruges stinkskab og handsker. Blandt andet er salicylsyre giftigt at indånde, ligesom eddikesyreanhydrid. Desuden dannes der eddikesyre ved reaktionen, som har en meget stikkende og ubehagelig lugt. Faremærkninger kan ses i bilag A.2.

Til renhedsbestemmelse laves der en simpel syre/base-titrering med NaOH og Fenolrødt-I som indikator. Reaktionsligningen findes i bilag C.3 på side 21.

Der bestemmes desuden udbytteprocent og smeltepunkt, og der laves identifikation med IR-spektrofotometri (se afsnit 1.3.1). Udbyttet skal være 99,0-100,5% og smeltepunktet skal være 138-140°C.

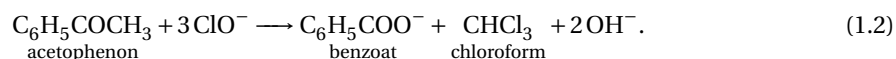
1.3.1 IR-spektrofotometri

Prøverne fortyndes med kaliumbromid, idet prøven homogeniseres sammen med KBr. Herefter presses prøven til en tablet, der kan måles lys igennem. Der måles på prøverne ved infrarøde bølgelængder, og apparatet er i stand til at måle de bevægelser, de enkelte bindinger i prøven laver ved forskellige bølgelængder. Dette giver en graf, som kan sammenlignes med en database af grafer, hvorved identiteten af prøven fastsættes med en karakter mellem 0 og 1. En karakter på over 0,9 betragtes som en sikker identifikation.

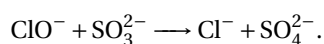
1.4 Benzoesyre

Benzoesyre forekommer naturligt i blåbær, tranebær og tyttebær, og har en konserverende effekt. Det hæmmer gær- og skimmelsvampe og grampositive bakterier. Det er giftigt for mennesker i store mængder. Dog kan kroppen omdanne små mængder af benzoesyre ved hjælp af aminosyren glycin til hippursyre, som er ufarligt.

Ved syntesen af benzoesyre bruges forskriften Inge 2008e. Man ilter acetophenon med klorin ved en *haloform reaktion*. Reaktionen hedder sådan, fordi et af produkterne er en halogen, nemlig chloroform:



Chloroform er et giftigt stof, som man skal behandle med omtanke idet det bl.a. er kræftfremkaldende (se faremærkning i bilag A.3). Desuden kan der under reaktionen dannes frit chlor. Der skal derfor arbejdes med handsker og stinkskab. Chloroform har dog den gode egenskab, at den er uopløselig i vand, og det betyder, at den er nem at fjerne ved hjælp af en skilletragt. Benzoationerne, der er tilbage i den vandige basiske opløsning, kan omdannes til benzoesyre ved at tilsætte en stærk syre, her svovlsyre. Man skal dog først fjerne et eventuelt overskud af hypochlorit, og dette gøres med natriumsulfat:



Herefter kan svovlsyren tilsættes for at danne benzoesyre:

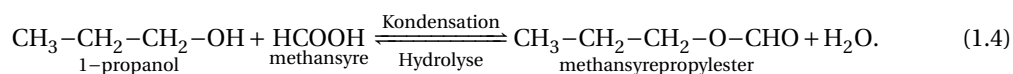


Benzoesyren er tungtopløselig i koldt vand, så opløsningen nedkøles for at gøre udfældningen så fuldstændig som muligt, og benzoesyren kan derefter filtreres fra. Produktet renses ved tilsætning af vand, kogning og filtrering.

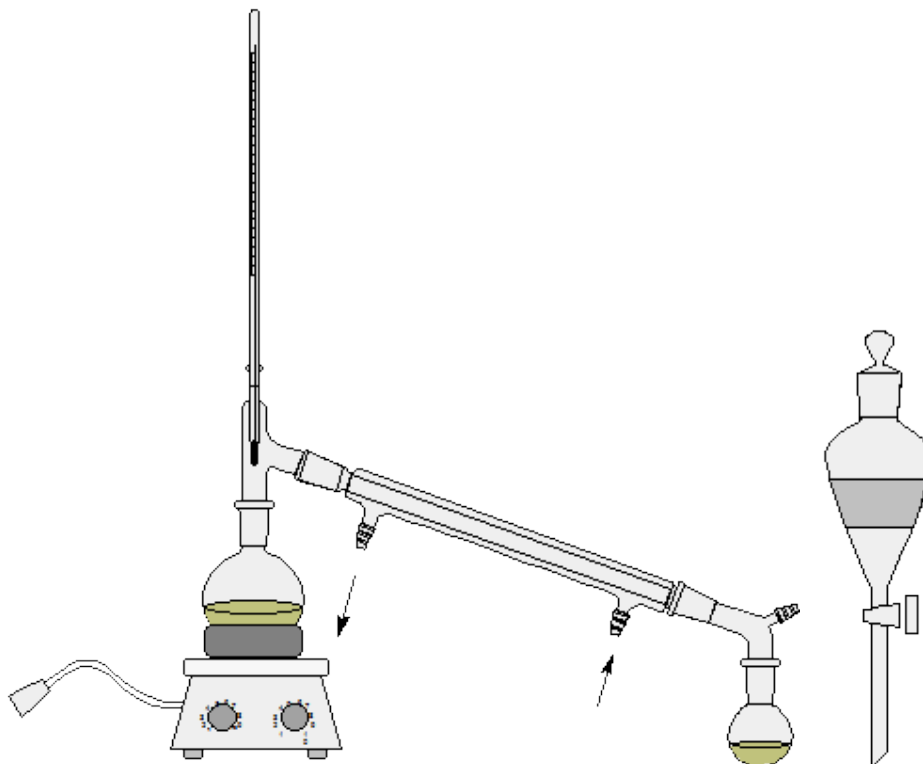
Der laves renhedsbestemmelse ved en simpel syre/base-titrering (se reaktionsligningen i bilag D.3 på side 24), smeltepunktet bestemmes, og stoffet identificeres ved hjælp af IR-spektrofotometri.

1.5 Methansyrepropylester

Methansyrepropylester går også under navnene formic acid propylester, myresyre propylester og propylformiat. Ved syntese af stoffet bruges forskriften Inge 2008d, og der foregår følgende reaktion:

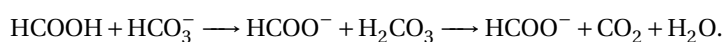


Reaktionen laves ved at lade reagenserne og en smule koncentreret svovlsyre opvarme, for derefter at afdestillere esteren (se opstilling i figur 1.2).



Figur 1.2: Destillationsopstilling og skilletragt

Esteren har et kogepunkt på 80,9°C, men da der også vil være vand, propanol og methansyre i forlaget, dannes dampen ved 73-79°C. Da forlaget er så blandet, skal esteren naturligvis renses. Her benytter man sig af, at esteren er, til forskel fra propanol og methansyre, ublandbar med vand. Destillatet overføres derfor til en skilletragt (se figur 1.2) og udrustes med NaHCO₃. Ved at tilsætte NaHCO₃ neutraliseres myresyren (og propanolen, der opfører sig som en svag syre i forlaget) under dannelse af CO₂:



Så skal vandet fjernes fra blandingen. Dette gøres ved først at lave en udsaltning, hvilket vil sige at der tilsættes saltvand, som gør vandet endnu mere polært. Derefter tilsættes magnesiumsulfat som tørringsmiddel ($\text{MgSO}_4 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Efter tørring frafiltreres esteren og destilleres igen.

Efter syntesen skal der bestemmes kogepunkt og koncentration. Koncentrationen, som svarer til en renhedsbestemmelse foregår ved gaschromatografi (se afsnit 1.5.1).

1.5.1 Renhedsbestemmelse ved GC

Koncentrationen af methansyrepropylester bestemmes, ved hjælp af analyseforskriften Eliassen 2008, med pentan som opløsningsmiddel. Der bruges ekstern standard metoden, hvilket kræver at

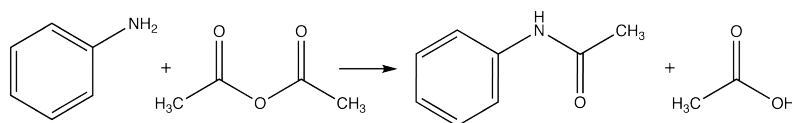
1. der injiceres præcis samme mængde hver gang,
2. der skal være linearitet i måleområdet.

På grund af krav nr. 1, kan det forventes, at der skal laves mange injektioner, idet det vil kræve en del træning at injicere samme mængde.

Pentan har et kogepunkt på 36,1°C, og vil derfor fremkomme som den første (store) top på chromatogrammet. Methansyrepropylester har et kogepunkt på 80,9°C, og vil derfor dukke op efter pentan.

1.6 Acetanilid

Acetanilid (benzamin) anvendes som feberstillende og smertestillende middel. Det anvendes også som stabilisator for H₂O₂ i vandig opløsning. Ved syntesen af acetanilid sker der en peptiddannelse, som ses i figur 1.3.



Figur 1.3: Reaktionsskema for syntese af acetanilid

Til analysen bruges den udleverede forskrift Inge 2008a. Anilin og vand tilsættes koncentreret saltsyre, for at tilføje anilinen et ekstra H⁺, og derved gøre stoffet mere polært. Opløsningen affarves med aktivt kul, koges med reflux og filtreres, for at få kullet væk igen. Under omrøring tilsættes der eddikesyre og en opløsning af natriumacetat i vand. Reaktionen foregår hurtigt, og der dannes hvidt bundfald. Blandingen afkøles og omkrystalliseres.

1.6.1 Renhedsbestemmelse med Kjeldahl

Der bruges forskriften Næringsmidler 2003 til at finde nitrogenindholdet af prøven. Nitrogenindholdet bliver altså her et mål for renheden, idet acetanilid har et nitrogenindhold på 10,36% N. Kjeldahlmetoden er en gammel kending, så her vil den ikke blive gennemgået i detaljer. Til blindprøve bruges der sakkharose, idet det kan frigive det nitrogen, der evt. skulle være i urene reagenser. Der bruges tryptone til kontrol, idet det vides at tryptone indeholder 12,3% N. Der titreres med saltsyre.

RESULTATER

I dette kapitel præsenteres resultaterne fra analyserne. Analyseresultaterne kan ses i tabel 2.1 på næste side. Beregninger kan se i bilaget.

2.1 Ferrosulfat heptahydrat

Efter første udkrystallisation blev der dannet en stor portion af lyseblå klare krystaller. Ved anden udkrystallisation blev der dannet en lille portion af blege lyseblå krystaller. Udbyttet blev 108,6%. Renheden af de to udkrystallisationer fremgår af tabel 2.1 på den følgende side.

2.2 Acetylsalicylsyre

Analysens udbytte blev 54,29%, og udgjorde nogle klare/hvide krystaller. Renheden blev bestemt til 98,71%, og smeltepunktet blev fundet til 133,8°C, hvor grænseværdien er 138-140°C. IR-spektrofotometri gav en identifikation af acetylsalicylsyre med en karakter på 0,843.

2.3 Benzoesyre

De fremkomne krystaller blev en klar hvid farve. IR-spektrofotometri gav en sikker identifikation på 0,964, og renheden blev bestemt til 97,91%. Smeltepunktet blev bestemt til 121,8°C, mod grænseværdien på 121-124°C. Udbyttet blev 56,8%.

2.4 Methansyrepropylester

Analysen har givet et produkt i form af en klar væske med en behagelig duft af marcipan. Udbyttet blev 56,8%, renheden 83,8% og kogepunktet 83,2°C.

2.5 Acetanilid

Krystallerne, der er blevet fremstillet, minder om snefnug. De er hvide og klistrer meget på f.eks. vejeskeer. Nogle af krystallerne har fået et gråligt skær, hvilket kunne tyde på, at det ikke er alt det aktive kul, der er blevet filtreret fra. Udbyttet blev 28,7% og IR-spektrofotometri giver en karakter på 0,858. Ved Kjeldahlmetoden blev der fundet en renhed på 96,53%, og smeltepunktet blev 113,2°C mod grænseværdien på 113-115°C.

Analyse	Metode	Enhed	Resultat	Kontrol	Grænseværdi	CV%	RF%	Bilag
Ferrosulfat heptahydrat								
Udbytte	vejning	%	108,6	-	-	-	-	B.1 på side 17
Renhed	titrering (1. udkryst.)	%	113,2	108,4	96,9 - 106,7	0,14	4,4	B.2 på side 17
Renhed	titrering (2. udkryst.)	%	125,1	108,4	96,9 - 106,7	0,18	15,4	B.2 på side 17
Renhed	AAS (1. udkryst.)	%	105,0	97,6	96,9 - 106,7	-	-	B.3 på side 18
Renhed	AAS (2. udkryst.)	%	124,5	97,6	96,9 - 106,7	-	-	B.3 på side 18
Acetylsalicylsyre								
Identifikation	IR-spektrofotometri	-	0,843	0,946	>0,9	-	-10,9	C.1 på side 19
Udbytte	vejning	%	54,29%	-	65%	-	-	C.2 på side 20
Renhed	titrering	%	98,71	99,16	99,0 - 100,5	0,29	-0,46	C.3 på side 21
Smeltepunkt	-	°C	133,8	136,5	138-140	-	-2,0	-
Benzoesyre								
Identifikation	IR-spektrofotometri	-	0,964	0,834	>0,9	-	15,6	D.1 på side 22
Udbytte	vejning	%	88,6	-	-	-	-	D.2 på side 23
Renhed	titrering	%	97,91	98,27	98,5 - 100,5	0,38	-0,37	D.3 på side 24
Smeltepunkt	-	°C	121,8	122,0	121 - 124	-	-0,16	-
Methansyrepropylester								
Udbytte	vejning	%	56,8	-	-	-	-	E.1 på side 25
Renhed	GC	%	83,8	-	-	5,91	-	E.2 på side 25
Kogepunkt	-	°C	83,2	79,2	80,9	-	-	-
Acetanilid								
Identifikation	IR-spektrofotometri	-	0,858	0,902	>0,9	-	-4,88	F.1 på side 27
Udbytte	vejning	%	28,7	-	75	-	-	F.2 på side 28
Renhed	N-bestemmelse efter Kjeldahl	%	96,53	96,99	-	0,19	-3,49	F.3 på side 29
Smeltepunkt	-	°C	113,2	113,6	113 - 115	-	-	-

Tabel 2.1: Analyseresultater. RF%'er er i forhold til kontrolprøver.

DISKUSSION

3.1 Ferrosulfat heptahydrat

Udbytteprocenten ligger på 108,6%, hvilket tyder på, at der under processen er blevet dannet noget $\text{FeSO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ eller $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Ved begge renhedsbestemmelser ligger 1. udkrystallisation tættere på 100% end 2. udkrystallisation. Det kunne altså tyde på, at der ved 2. udkrystallisation er blevet dannet mere tetra- og monohydrat.

Analysen har været nemt udførlig, og har ikke rigtig givet nogle problemer. AAS-analysen har været hurtig og har givet nogle flotte resultater - f.eks. en kalibreringskurve med en korrelationskoefficient på 0,9999. Dog er det utroligt tidskrævende at lave alle de nødvendige fortyndinger, inden analysen kan påbegyndes.

3.2 Acetylsalicylsyre

IR-spektrofotometrien har givet en forholdsvis lav karakter på 0,843, som fortæller, at stoffet kan være forurenset. Udbyttet blev 54,29%, hvilket er meget lidt. Dog lægger analyseforskriften kun op til et udbytte på 65%.

Renheden er bestemt til 98,71% som ligger en smule under grænseværdien på 99,0-100,5%, men for et førstegangs-forsøg må det være fint. Smeltepunktet er også blevet lidt lavere end grænseværdien, hvilket igen tegner et billede af en forurening. Kontrollen lå dog også under grænseværdien.

Analysemetoden har ikke budt på nogle frustrationer - det hele har været nemt og ligetil, dog må man forestille sig, at resultatet bliver betydeligt bedre, når man har prøvet det et par gange.

3.3 Benzoesyre

Af uforklarlige årsager, har IR-spektrofotometrien givet bedre karakter for prøven end for kontrollen. Prøven har fået karakteren 0,964, som må betegnes som en sikker identifikation.

Udbyttet er blevet 88,6%, men da der ikke er noget at sammenligne med, kan man ikke udtale sig om, om dette er for lidt eller acceptabelt.

Renheden ligger tæt på grænseværdien, nemlig 97,91% mod 98,5-100,5%, og dette betragtes som acceptabelt.

Smeltepunktet ligger indenfor grænseværdierne og desuden meget tæt på kontrollen. Med alle disse oplysninger, må det siges, at analysen har givet et godt resultat.

Analysemetoden hører også til en af de nemme. Reagenserne kan bare blandes og stå og reagere (under omrøring i stinkskaal) i flere dage.

Resultatet er lidt overraskende, idet rensningen af produktet blev udeladt

3.4 Methansyrepropylester

Udbytteprocenten ligger på 56,8%, hvilket ikke er særlig meget, men analyseforskriften fortæller ikke noget om, hvad man kan forvente. Duften stemmer fint overens med, hvad man kunne forvente, men

renheden er dog kun 83,8%. Kogepunktet ligger lidt over kontrolprøven.

Analysemetoden giver ikke de store problemer, men det gør til gengæld renhedsbestemmelsen med GC. Ekstern metode fungerer bare ikke lige så godt som intern metode. Derfor har det heller ikke været muligt at lave 5 kontrolmålinger og 5 prøvemålinger, der havde et nogenlunde ens resultat. De få udvalgte målinger af prøven, gav en CV% på 5,91%. Til gengæld kan man godt mærke, at jo flere gange man injicerer, jo bedre bliver man til at injicere samme mængde. Fremover vil det foretrækkes at bruge intern metode.

3.5 Acetanilid

IR-spektrofotometri giver en karakter på 0,858, som ikke er specielt overbevisende. Den er dog ikke så langt fra kontrollen på 0,902.

Udbyttet blev sølle 28,7%. Desværre beskriver analyseforskriften ikke, hvor meget man kan forvente i udbytte, men umiddelbart virker det som om noget er gået galt. En mulighed kunne være, at opløsningen ikke er blevet afkølet nok, så der ikke har været så stor udfældning.

Renheden blev 96,53%, som er tæt op ad kontrollen. Kjeldahlmetoden er en smule besværlig og tidskrævende, men giver nogle overraskende gode resultater med lav CV%.

Smeltepunktet blev 113,2°C, som er fint indenfor grænseområdet.

KONKLUSION

Det er lykkedes at fremstille samtlige af de fem stoffer og at identificere dem. Ferrosulfat heptahydrat har givet det bedste udbytte, og acetanilid har givet et forholdsvis ringe udbytte. Oprensningen af produkterne har båret frugt, og der er en generel høj renhedsprocent. Det største problem, der har været med analyserne, har været GC, fordi der blev brugt ekstern standard metoden. Der blev brugt *meget* tid på at lave målinger, idet der skulle injiceres *nøjagtig* samme mængde hver gang.

Generelt må det siges at have været en fornøjelse at lave synteserne. Det er dejligt når det lykkedes at lave et produkt, som man kan identificere med stor sikkerhed, og hvor renheden også er god.

LITTERATUR

Eliassen, Anton (2008). *Identifikation og renhedsbestemmelse af methansyrepropylester ved hjælp af GC og ekstern standard metoden.*

Inge, Udleveret af (2008a). *Acetanilid.*

— (2008b). *Acetylsalicylsyre (Aspirin).*

— (2008c). *Fremstilling af ferrosulfat.*




— (2008d). *Fremstilling af methansyrens propylester (myresyre-propylester).*

— (2008e). *Syntese af benzoesyre ud fra acetophenon.*

Næringsmidler, Nordisk Metodikkomité for (2003). *Nitrogen. Bestemmelse i levnedsmidler og foderstoffer efter Kjeldahl.*

SIKKERHED

A.1 Ferrosulfat heptahydrat

<p style="text-align: center;">Svovlsyre (konc.)</p>  <p style="text-align: center;">Ætsende</p> <p>Alvorlig ætsningsfare. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes. Hæld aldrig vand på eller i produktet. Ved ulykkestilfælde eller ved ildebefindende er omgående lægebehandling nødvendig; vis etiketten, hvis det er muligt. Affaldsgruppe: X</p>	<p style="text-align: center;">Svovlsyre (2.5M)</p>  <p style="text-align: center;">Ætsende</p> <p>Alvorlig ætsningsfare. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes. Hæld aldrig vand på eller i produktet. Ved ulykkestilfælde eller ved ildebefindende er omgående lægebehandling nødvendig; vis etiketten, hvis det er muligt. Affaldsgruppe: X</p>
<p style="text-align: center;">Phosphorsyre 85%</p>  <p style="text-align: center;">Ætsende</p> <p>Ætsningsfare. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes. Ved ulykkestilfælde eller ved ildebefindende er omgående lægebehandling nødvendig; vis etiketten, hvis det er muligt. Affaldsgruppe: X</p>	

A.2 Acetylsalicylsyre

Acetylsalicylsyre



Sundhedsskadelig

Farlig ved indtagelse.
Affaldsgruppe: H

Salicylsyre



Sundhedsskadelig

Farlig ved indtagelse. Irriterer øjnene og huden. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes.
Affaldsgruppe: H

Eddikesyreanhydrid



Ætsende

Brandfarlig. Farlig ved indånding og ved indtagelse. Ætsningsfare. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes. Brug særligt arbejdstøj, egnede beskyttelseshandsker og -briller / ansigtsskærm. Ved ulykkestilfælde eller ved ildebefindende er omgående lægebehandling nødvendig; vis etiketten, hvis det er muligt.
Affaldsgruppe: H

A.3 Benzoesyre

Acetophenon



Sundhedsskadelig

Farlig ved indtagelse. Meget giftig ved indånding. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes.

Benzoesyre



Sundhedsskadelig

Farlig ved indtagelse. Irriterer øjnene. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes.

Affaldsgruppe: Z

Chloroform




Sundhedsskadelig

Farlig ved indtagelse. Irriterer huden. Mulighed for kræftfremkaldende effekt. Farlig: alvorlig sundhedsfare ved længere tids påvirkning ved indånding og indtagelse. Brug særligt arbejdstøj og egnede beskyttelseshandsker.

Affaldsgruppe: B (halogener)

A.4 Methansyrepropylester

Methansyre



Ætsende

Alvorlig ætsningsfare. Undgå indånding af dampe. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes. Ved ulykkestilfælde eller ved ildebefindende er omgående lægebehandling nødvendig; vis etiketten, hvis det er muligt.

1-propanol



Meget brandfarlig Lokalirriterende

Meget brandfarlig. Risiko for alvorlig øjenskade. Dampe kan give sløvhed og svimmelhed. Emballagen skal holdes tæt lukket. Holdes væk fra antændelseskilder – Rygning forbudt. Undgå kontakt med huden. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes. Brug beskyttelsesbriller / ansigtsskærm under arbejdet.

Affaldsgruppe: C

A.5 Acetanilid

Anilin



Giftig Miljøskadelig

Giftig ved indånding, ved hudkontakt og ved indtagelse. Mulighed for kræftfremkaldende effekt. Risiko for alvorlig øjenskade. Giftig: alvorlig sundhedsfare ved længere tids påvirkning ved indånding, hudkontakt og indtagelse. Mulighed for varig skade på helbred. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes. Tilsmudset tøj tages straks af. Brug særligt arbejdstøj, egnede beskyttelseshandsker og -briller / ansigtsskærm. Undgå udledning til miljøet. Se særlig vejledning / leverandørbrugsanvisning. Ved ulykkestilfælde ved indånding bringes tilskadekomne ud i frisk luft og holdes i ro.

Affaldsgruppe: C

Acetanilid



Sundhedsskadelig

Farlig ved indånding, ved hudkontakt og ved indtagelse. Irriterer øjnene, åndedrætsorganerne og huden. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes. Kommer stof på huden vaskes straks med store mængder . Brug særligt arbejdstøj, egnede beskyttelseshandsker og -briller / ansigtsskærm. Ved ulykkestilfælde eller ved ildebefindende er omgående lægebehandling nødvendig; vis etiketten, hvis det er muligt.

Borsyre



Giftig

Kan skade forplantningsevnen. Undgå enhver kontakt – indhent særlige anvisninger før brug. Ved ulykkestilfælde eller ved ildebefindende er omgående lægebehandling nødvendig; vis etiketten, hvis det er muligt.

Affaldsgruppe: X

Kjeltabs



Sundhedsskadelig

Farlig ved indtagelse. Irriterer øjnene og huden. Undgå indånding af støv.

Affaldsgruppe: X

NaOH 1M



Ætsende

Ætsningsfare. Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes. Brug egnede beskytteshandsker og -briller / ansigtsskærm under arbejdet. Ved ulykkestilfælde eller ved ildebefindende er omgående lægebehandling nødvendig; vis etiketten, hvis det er muligt.

Affaldsgruppe: X

FERROSULFAT HEPTAHYDRAT

B.1 Udbytte

Svovlsyren er den begrænsende faktor, og i analyseforskriften fortælles der, at der skal bruges 1/4 mol svovlsyre. Det teoretiske udbytte kan beregnes:

$$\begin{aligned} \text{TU: } m_{\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} &= \frac{1}{4} \cdot \frac{c_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot \rho_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot M_{\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}}}{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}} \\ &= \frac{1}{4} \cdot \frac{0,96 \cdot 14,0\text{mL} \cdot 1,84\text{g/mL} \cdot 278,1\text{g/mol}}{98,08\text{g/mol}} = 17,53\text{g}. \end{aligned}$$

Den fremstillede mængde $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ findes i tabel

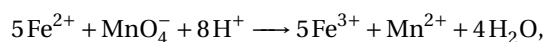
	1. udkryst.	2. udkryst.
$m_{\text{vejebåd}}$	3,7343g	4,4621g
$m_{\text{vejebåd og stof}}$	19,8732g	7,3594g
m_{stof}	16.1389g	2.8973g
PU ($\sum m_{\text{stof}}$)	19.0362g	

Tabel B.1: Praktisk udbytte af ferrosulfat heptahydrat

$$U\% = \frac{\text{PU}}{\text{TU}} = \frac{19,0362\text{g}}{17,53\text{g}} = 1,086 = 108,6\%.$$

B.2 Renhedsbestemmelse ved titrering

Titrerligningen for renhedsbestemmelsen er



hvilket giver molforholdet

$$n_{\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} = 5 \cdot n_{\text{KMnO}_4}$$

Massen af rent $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ kan nu beregnes:

$$\begin{aligned} m_{\text{rent stof}} &= 5 \cdot \frac{c_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot M_{\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}}}{1000\text{mL/L}} \\ &= 5 \cdot \frac{0,0209\text{mol/L} \cdot 19,57\text{mL} \cdot 278,1\text{g/mol}}{1000\text{mL/L}} = 0,5687\text{g}. \end{aligned}$$

Renheden er da

$$\text{Renhedsprocent} = \frac{m_{\text{rent stof}}}{m_{\text{prøve}}} = \frac{0,5687\text{g}}{0,5023\text{g}} = 1,132 = 113,2\%.$$

På samme måde regnes resten af renhedsprocenterne, som kan ses i figur

$m_{\text{prøve}}$ (g)	V_{KMnO_4} (mL)	$m_{\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}}$	Renhed	Gennemsnit	CV%	RF%
Kontrol						
0,5014	18,58	0,5400	107,7	108,4	0,67	
0,5067	19,03	0,5530	109,1			
0,5010	18,68	0,5429	108,4			
1. udkrystallisation						
0,5023	19,57	0,5687	113,2	113,2	0,14	4,4
0,5106	19,9	0,5783	113,3			
0,5050	19,63	0,5705	113,0			
2. udkrystallisation						
0,5312	22,84	0,6638	125,0	125,1	0,18	15,4
0,5006	21,58	0,6271	125,3			
-	-	-	-			

Tabel B.2: Renhedsbestemmelse af $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ved titrering

B.3 Renhedsbestemmelse med AAS

Renhedsprocenten beregnes med

$$\text{Renhedsprocent} = \frac{\text{målt konc}}{\text{forventet konc}},$$

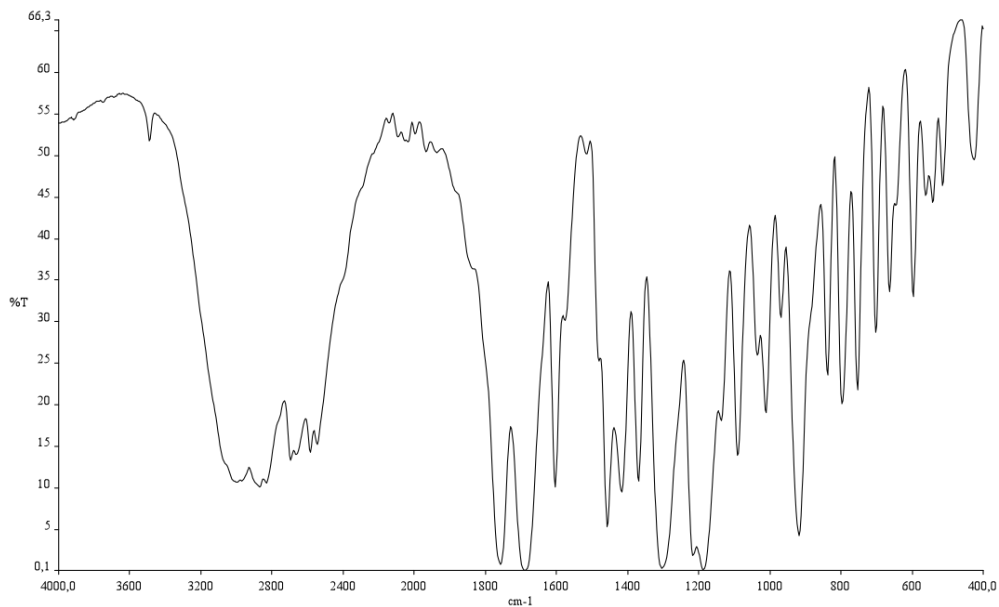
hvilket er gjort i tabel B.3.

	forventet konc (mg/L)	målt konc (mg/L)	Renhedsprocent	Gennemsnit	CV%
Kontrol 1	2,0	1,954	97,7 %	97,6 %	0,22 %
Kontrol 2	2,0	1,953	97,7 %		
Kontrol 3	2,0	1,946	97,3 %		
1. udkrystal.	2,0	2,099	105,0 %		
2. udkrystal.	2,0	2,490	124,5 %		

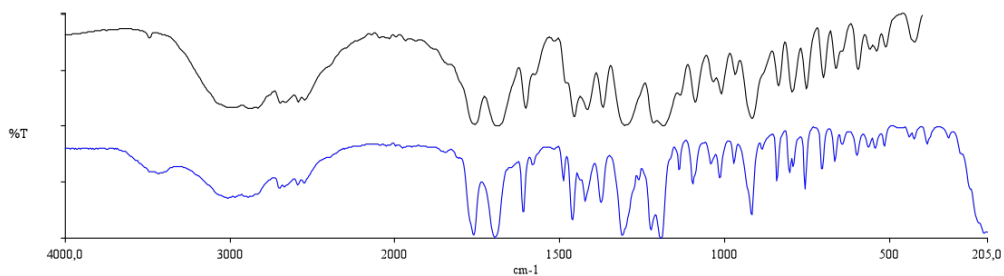
Tabel B.3: Koncentration af Fe i ferrosulfat heptahydrat

ACETYLSALICYLSYRE

C.1 IR-spektrofotometri



Figur C.1: IR-spektrum for acetylsalicylsyre kontrolprøve



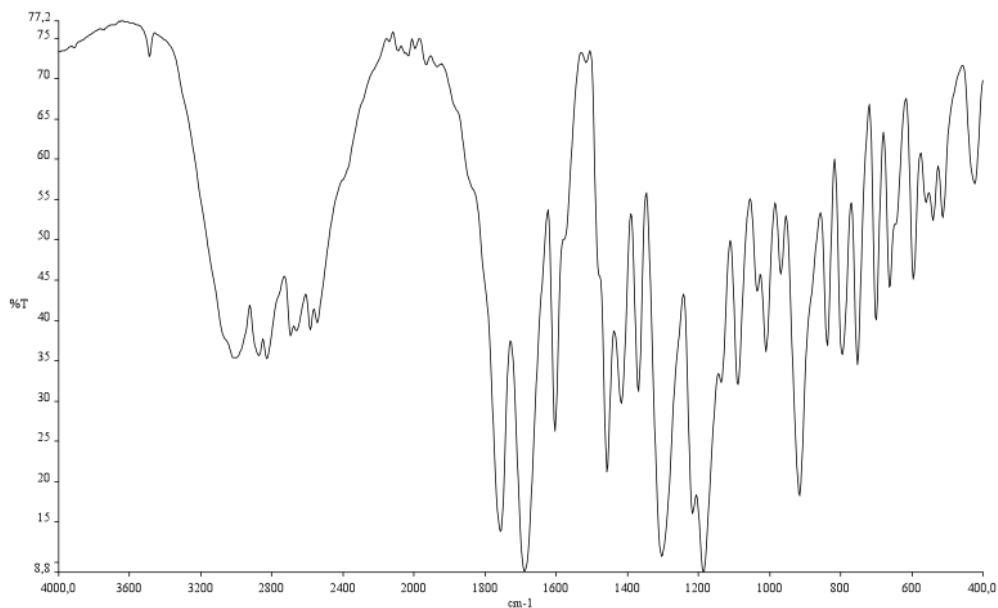
Figur C.2: Sammenligning af IR for acetylsalicylsyre kontrol med database

 Sample: acetylSKkontrol.sp

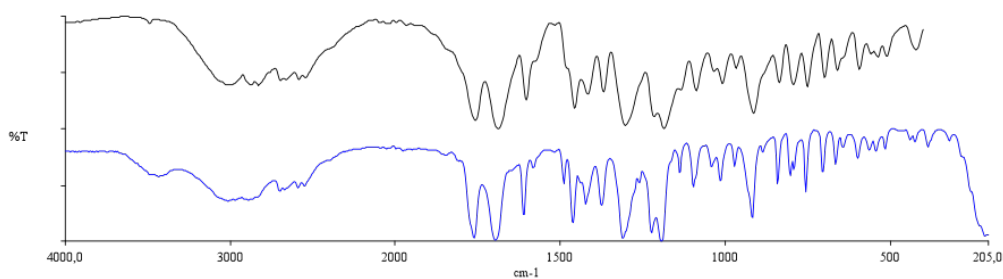
Library: Noea.DLB

0.946	F01459	O-ACETYLSALICYLIC ACID
0.695	F14080	SUCCINIC ACID
0.692	F14079	SUCCINIC ACID
0.675	F66557	2-METHYLCYCLOPROPANECARBOXYLIC ACID
0.644	F64200	METHYL METHACRYLATE STAB.

Tabel C.1: "Karakterliste" for kontrolprøve



Figur C.3: IR-spektrum for acetylsalicylsyre prøve



Figur C.4: Sammenligning af IR for acetylsalicylsyre prøve med database

Sample: AcetylsalicylsyreSK-Kenneth.sp		
Library: Noea.DLB		
0.843	F01459	O-ACETYLSALICYLIC ACID
0.468	F48000	FURAN-2-CARBOXYLIC ACID
0.457	F38492	MESO-2,3-DIMERCAPTOSUCCINIC ACID
0.455	F78982	PHENYLPROPIOLIC ACID
0.451	F92128	2,3,4-TRIMETHOXYBENZALDEHYDE

Tabel C.2: "Karakterliste" for acetylsalicylsyre prøve

C.2 Udbytte

Molforholdet mellem salicylsyre og acetylsalicylsyre er 1:1 (se figur 1.1 på side 2), og derved kan det teoretiske udbytte beregnes:

$$TU: m_{\text{acetylsalicylsyre}} = \frac{m_{\text{salicylsyre}} \cdot M_{\text{acetylsalicylsyre}}}{M_{\text{salicylsyre}}} = \frac{10,07\text{g} \cdot 180,16\text{g/mol}}{138,12\text{g/mol}} = 13,14\text{g}.$$

Den fremstillede mængde acetylsalicylsyre findes i tabel C.3 på næste side.

$m_{\text{vejebåd}}$	3,8489g
$m_{\text{vejebåd og stof}}$	10,9829g
PU	7,134g

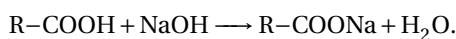
Tabel C.3: Praktisk udbytte af acetylsalicylsyre

Herved kan udbytteprocenten beregnes:

$$U\% = \frac{PU}{TU} = \frac{7,134\text{g}}{13,14\text{g}} = 0,5429 = 54,29\%.$$

C.3 Renhedsbestemmelse

Titreerligningen for renhedsbestemmelsen er



Molforholdet er 1:1, og derved kan det beregnes, hvor meget rent acetylsalicylsyre, prøven indeholdte:

$$\begin{aligned} m_{\text{rent stof}} &= \frac{c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot M_{\text{acetylsalicylsyre}}}{1000\text{mL/L}} \\ &= \frac{0,1028\text{g/mol} \cdot 16,02\text{mL} \cdot 180,16\text{g/mol}}{1000\text{mL/L}} \end{aligned}$$

Renheden kan nu beregnes:

$$\text{Renhedsprocent} = \frac{m_{\text{rent stof}}}{m_{\text{prøve}}} = \frac{0,2967\text{g}}{0,3016\text{g}} = 0,9837 = 98,37\%.$$

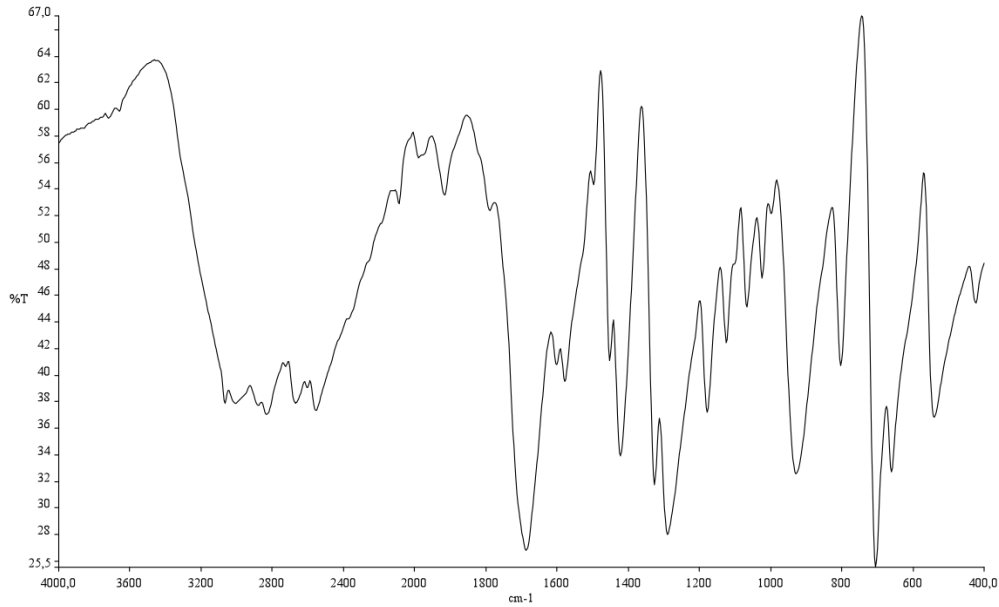
På samme måde beregnes renhed for de andre prøver og kontroller. Dette er gjort i tabel C.4.

	$m_{\text{prøve}}$ (g)	V_{NaOH} (mL)	$m_{\text{rent stof}}$ (g)	Renhed	Gennemsnit	CV%	RF%
Prøve 1	0,3016	16,02	0,2967	98,37%	98,71%	0,29%	-0,46%
Prøve 2	0,3095	16,52	0,3060	98,86%			
Prøve 3	0,3002	16,03	0,2969	98,89%			
Kontrol 1	0,3015	16,17	0,2995	99,33%	99,16%	0,31%	
Kontrol 2	0,3014	16,08	0,2978	98,81%			
Kontrol 3	0,3016	16,18	0,2997	99,36%			

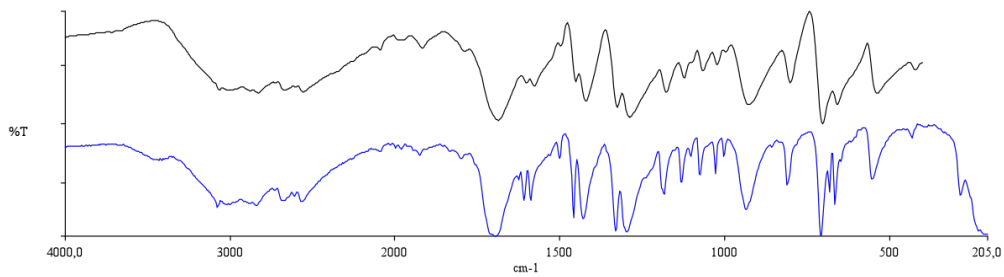
Tabel C.4: Renhedsbestemmelse for acetylsalicylsyre

BENZOESYRE

D.1 IR-spektrofotometri



Figur D.1: IR-spektrum for benzoesyre kontrolprøve



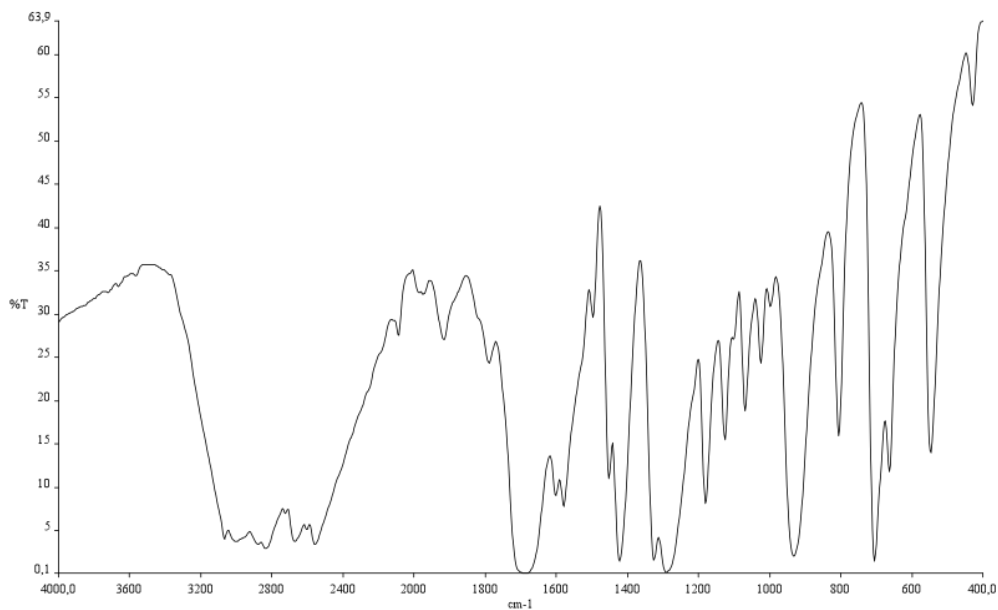
Figur D.2: Sammenligning af IR for benzoesyre kontrol med database

Sample: benzoSKKontrol.sp

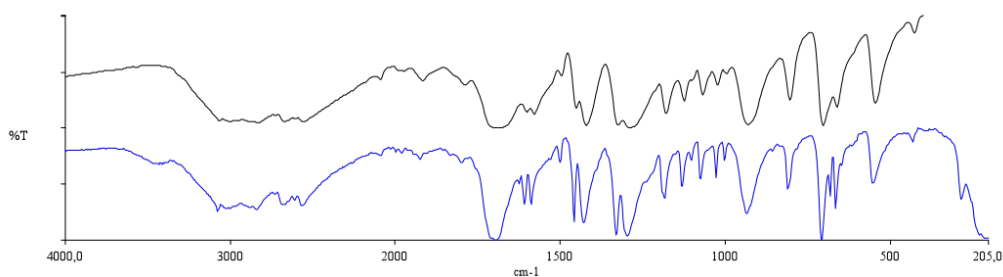
Library: Noea.dlb

0.834	F12349	BENZOIC ACID
0.567	F53580	HOMOPHTHALIC ACID
0.507	F38492	MESO-2,3-DIMERCAPTOSUCCINIC ACID
0.491	F35321	3,5-DICHLOROBENZOIC ACID
0.490	F22995	TRANS-3-CHLOROACRYLIC ACID

Tabel D.1: "Karakterliste" for kontrolprøve



Figur D.3: IR-spektrum for benzoesyre prøve



Figur D.4: Sammenligning af IR for benzoesyre prøve med database

Sample: BenzoesyreSK-Kenneth.sp		
Library: Noea.DLB		
0.964	F12349	BENZOIC ACID
0.699	F38492	MESO-2,3-DIMERCAPTOSUCCINIC ACID
0.693	F14080	SUCCINIC ACID
0.693	F57735	4-IODOBENZOIC ACID
0.692	F35321	3,5-DICHLOROBENZOIC ACID

Tabel D.2: "Karakterliste" for benzoesyre prøve

D.2 Udbytte

Det teoretiske udbytte beregnes ud fra acetophenon, der er den begrænsende faktor. Molforholdet er 1:1.

$$\begin{aligned}
 \text{TU: } m_{\text{benzoesyre}} &= \frac{m_{\text{acetophenon}} \cdot M_{\text{benzoesyre}}}{M_{\text{acetophenon}}} = \frac{V_{\text{acetophenon}} \cdot \rho_{\text{acetophenon}} \cdot M_{\text{benzoesyre}}}{M_{\text{acetophenon}}} \\
 &= \frac{10,0 \text{ mL} \cdot 1,028 \text{ g/mL} \cdot 122,13 \text{ g/mol}}{120,15 \text{ g/mol}} = 10,44940824 \text{ g} \approx 10,4 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Det praktiske udbytte kan ses i tabel D.3.

$m_{\text{vejebåd}}$	5,1901g
$m_{\text{vejebåd og stof}}$	14,3988g
PU	9,2087g

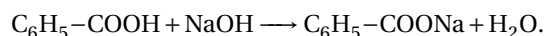
Tabel D.3: *Praktisk udbytte af benzoesyre*

Derved kan udbytteprocenten beregnes:

$$U\% = \frac{PU}{TU} = \frac{9,2087\text{g}}{10,4\text{g}} = 0,8855 = 88,6\%.$$

D.3 Renhedsbestemmelse

Titremligningen for renhedsbestemmelsen er



Molforholdet er 1:1, og derved kan det beregnes, hvor meget rent benzoesyre, prøven indeholdte:

$$\begin{aligned} m_{\text{rent stof}} &= \frac{c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot M_{\text{benzoesyre}}}{1000\text{mL/L}} \\ &= \frac{0,1028\text{mol/L} \cdot 20,32\text{mL} \cdot 122,13\text{g/mol}}{1000\text{mL/L}} = 0,2551\text{g}. \end{aligned}$$

Renheden kan nu beregnes:

$$\text{Renhedsprocent} = \frac{m_{\text{rent stof}}}{m_{\text{prøve}}} = \frac{0,2551\text{g}}{0,2617\text{g}} = 0,9748 = 97,48\%.$$

På samme måde beregnes renhed for de andre prøver og kontroller. Dette er gjort i tabel D.4.

	$m_{\text{prøve}}$ (g)	V_{NaOH} (mL)	$m_{\text{rent stof}}$ (g)	Renhed	Gennemsnit	CV%	RF%
Prøve 1	0,2617	20,32	0,2551	97,48%	97,91%	0,38%	-0,37%
Prøve 2	0,2496	19,51	0,2449	98,14%			
Prøve 3	0,2522	19,71	0,2475	98,12%			
Kontrol 1	0,2575	20,11	0,2525	98,05%	98,27%	0,20%	
Kontrol 2	0,2591	20,31	0,2550	98,41%			
Kontrol 3	0,2516	19,71	0,2475	98,35%			

Tabel D.4: *Renhedsbestemmelse for benzoesyre*

METHANSYREPROPYLESTER

E.1 Udbytte

Udbyttet beregnes i forhold til methansyre, hvorved der er et molforhold på 1:1. Det teoretiske udbytte kan da beregnes:

$$\begin{aligned} \text{TU: } m_{\text{methansyrepropylester}} &= \frac{c_{\text{methansyre}} \cdot V_{\text{methansyre}} \cdot \rho_{\text{methansyre}} \cdot M_{\text{methansyrepropylester}}}{M_{\text{methansyre}}} \\ &= \frac{0,98 \cdot 20,0 \text{ mL} \cdot 1,220 \text{ g/mL} \cdot 88,106 \text{ g/mol}}{46,03 \text{ g/mol}} = 45,8 \text{ g.} \end{aligned}$$

Det praktiske udbytte kan ses af tabel E.1.

m_{glas}	81,3502g
$m_{\text{glas og stof}}$	107,3441g
PU	25,9939g

Tabel E.1: *Praktisk udbytte af methansyrepropylester*

Udbytteprocenten er da

$$U\% = \frac{\text{PU}}{\text{TU}} = \frac{25,9939 \text{ g}}{45,8 \text{ g}} = 0,568 = 56,8\%.$$

E.2 Renhedsbestemmelse ved GC

Methansyrepropylester-koncentrationen bestemmes for standard og prøve. Dette gøres med formlen

$$\% \text{ester} = \frac{m_{\text{ester}}}{m_{\text{total}}} = \frac{48,3970 \text{ g} - 48,2678 \text{ g}}{48,3970 \text{ g} - 42,0575 \text{ g}} = 2,04\%$$

Data og udregninger findes i tabel E.2.

Standard:		Prøve:	
m_{flaske}	42,1452g	m_{flaske}	42,0575g
$m_{\text{flaske og pentan}}$	48,3384g	$m_{\text{flaske og pentan}}$	48,2678g
$m_{\text{flaske, pentan og ester}}$	48,4841g	$m_{\text{flaske, pentan og ester}}$	48,3970g
w/w %	2,30%	w/w %	2,04%

Tabel E.2: *w/w% for methansyrepropylester standard og prøve.*

Standard	konc (%)	t _R (min)	Areal (μV · s)	Gennemsnit	CV%
Standard 1	2,30	2,053	858761,37	906184,6175	4,11 %
Standard 2	2,30	2,049	948303,4		
Standard 3	2,30	2,049	900926,2		
Standard 4	2,30	2,052	916747,5		

Prøver	t _R (min)	Areal (μV · s)	konc (%)	Gennemsnit	CV%	RF%
Prøve 1	2,065	716586,3	1,819	1,707	5,91 %	-16,32 %
Prøve 2	2,065	662050,2	1,680			
Prøve 3	2,067	639178,6	1,622			

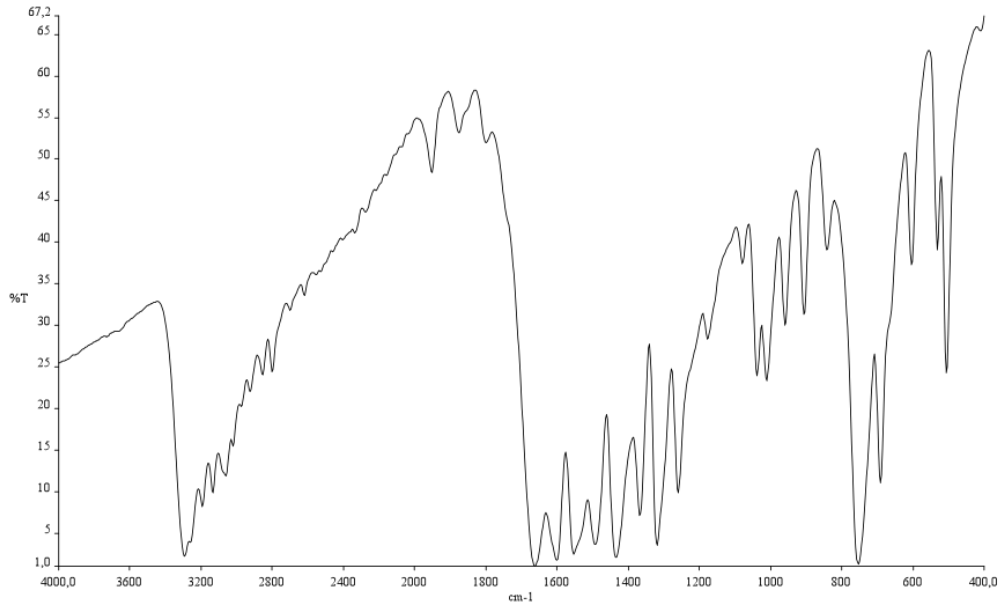
Tabel E.3: Koncentrationsbestemmelse af methansyrepropylester.

Nu kan renhedsprocenten bestemmes:

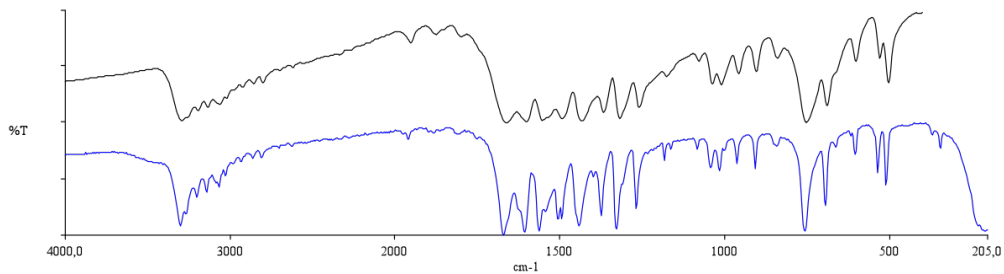
$$\text{Renhedsprocent} = \frac{c_{\text{prøve}}}{c_{\text{ren prøve}}} = \frac{1,707\%}{2,04\%} = 0,838 = 83,8\%.$$

ACETANILID

F.1 IR-spektrofotometri



Figur E.1: IR-spektrum for acetanilid kontrolprøve



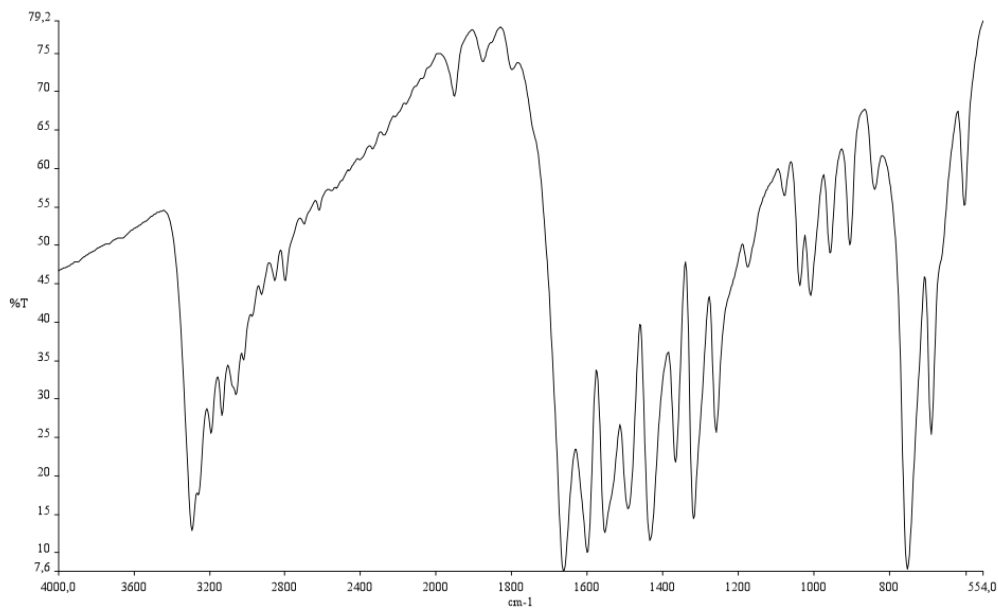
Figur E.2: Sammenligning af IR for acetanilid kontrol med database

Sample: acetanilidSKKontrol.sp

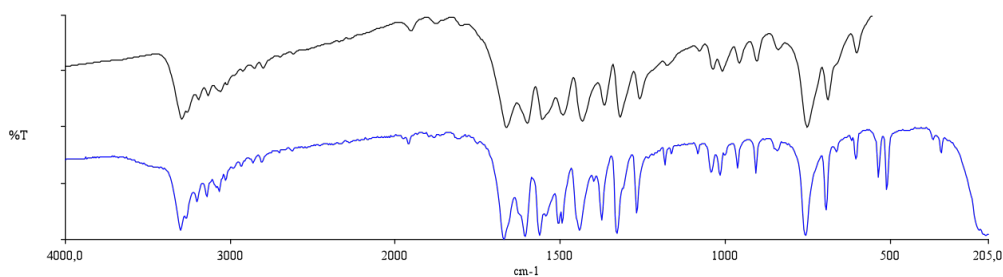
Library: Noea.dlb

0.902	F00400	ACETANILIDE PH.HELV.
0.553	F79150	4-PHENYLSEMICARBAZIDE
0.513	F55050	2-QUINOLINOL
0.512	F83195	ALPHA-PYRONE
0.492	F00390	ALPHA-ACETAMIDOCINNAMIC ACID

Tabel E.1: "Karakterliste" for kontrolprøve



Figur E3: IR-spektrum for acetanilid prøve



Figur E4: Sammenligning af IR for acetanilid prøve med database

Sample: acetanilidSK-Kenneth.sp		
Library: Noea.DLB		
0.858	F00400	ACETANILIDE PH.HELV.
0.454	F79150	4-PHENYLSEMICARBAZIDE
0.405	F83230	PYRROLE-2-CARBOXALDEHYDE
0.385	F10710	ANTHRANILIC ACID AMIDE
0.369	F55050	2-QUINOLINOL

Tabel E2: "Karakterliste" for acetanilid prøve

E2 Udbytte

Det teoretiske udbytte beregnes på baggrund af anilin, som er den begrænsende faktor. Herved bliver der et molforhold på 1:1.

$$\begin{aligned}
 \text{TU: } m_{\text{acetanilid}} &= \frac{c_{\text{anilin}} \cdot V_{\text{anilin}} \cdot \rho_{\text{anilin}} \cdot M_{\text{acetanilid}}}{M_{\text{anilin}}} \\
 &= \frac{1 \cdot 10,0 \text{ mL} \cdot 1,02 \text{ g/mL} \cdot 135,17 \text{ g/mol}}{93,13 \text{ g/mol}} = 14,8 \text{ g.}
 \end{aligned}$$

Det praktiske ses i tabel

$m_{\text{vejebåd}}$	4,7702g
$m_{\text{vejebåd og stof}}$	9,0209g
PU	4,2507g

Tabel E3: Praktisk udbytte for acetanilid

Udbytteprocenten er da

$$U\% = \frac{PU}{TU} = \frac{4,2507\text{g}}{14,8\text{g}} = 0,287 = 28,7\%.$$

E.3 Renhedsbestemmelse (Kjeldahl)

	$m_{\text{prøve}}$ (g)	V_{HCl} (mL)	% Nitrogen	Gennemsnit	CV%	RF%
Blind 1	0,2023	1,45		1,46		
Blind 2	0,2134	1,42				
Blind 3	0,2042	1,51				
Prøve 1	0,3032	22,89	10,00	10,00	0,19 %	-3,49 %
Prøve 2	0,3009	22,78	10,02			
Prøve 3	0,3039	22,91	9,98			
Kontrol 1	0,302	26,98	11,95	11,93	0,24 %	-3,02 %
Kontrol 2	0,3024	26,99	11,94			
Kontrol 3	0,3028	26,93	11,90			

Tabel E4: Renhedsbestemmelse af acetanilid. RF%'en er i forhold til tabelværdier.

Renheden kan nu findes ud fra N-indholdet.

$$\text{Renhedsprocent} = \frac{c(\text{N})_{\text{prøve}}}{c(\text{N})_{\text{tabel}}} = \frac{10,00}{10,36} = 0,9653 = 96,53\%.$$

For kontrollen er renheden

$$\text{Renhedsprocent} = \frac{c(\text{N})_{\text{prøve}}}{c(\text{N})_{\text{tabel}}} = \frac{11,93}{12,3} = 0,9699 = 96,99\%.$$