

## 1 Terner rendszer vizsgálata

A háromkomponensű vagy terner rendszerek nem csak elméleti szempontból vetnek fel érdekes kérdéseket, de nagy gyakorlati jelentőségük is van, például a kohászatban, műanyagiparban. Gondoljunk az olvadákokra, ötvözetekre, melyekben egy vagy több szilárd fázis tarthat egyensúlyt egy vagy két közös anyagot tartalmazó folyadékfázissal, vagy a polimerek oldására stb. A terner rendszerekben a komponensek egymásban való kölcsönös oldhatósága különböző. Minden ilyen rendszerrel találhatók olyan nyomás és/vagy hőmérséklet tartományok, melynél legalább két összetevő csak korlátozottan elegyedik. A harmadik komponens jelenléte - amennyiben ez részben vagy teljesen elegyedik a két másik komponenssel - megváltoztatja a két részben elegyedő komponens kölcsönös oldhatóságát.

A terner rendszerek állapotának leírásához a nyomáson és hőmérsékleten kívül az összetételre van szükség, amennyiben a rendszerben kémiai reakció nem játszódik le. Minthogy két komponens móltörtjének ismeretében a harmadik komponens móltörtje kiszámítható, ezért a szabadsági fokok száma egy ilyen rendszerben 4. Adott hőmérsékleten és nyomáson tehát a rendszer állapotát a 2 összetétel adat egyértelműen meghatározza. Ahhoz, hogy egy terner rendszer fázisdiagramját síkban ábrázolhassuk, két paramétert - célszerűen a nyomást és hőmérsékletet - állandónak kell vennünk. Ez esetben a három komponens által meghatározott összetételt egyenlő oldalú háromszögben tüntethetjük fel. A háromszög csúcsai jelentik a tiszta komponensekből álló egykomponensű rendszereket. A könnyebb átláthatóságért célszerű a háromszögre egy körülvírási irányt meghatározni, amely a mi esetünkben az óramutató járásával ellentétes lesz. A háromszög oldalain az egyes komponensek móltörtjét - vagy tömegszázalékát szokás feltüntetni (1. ábra).

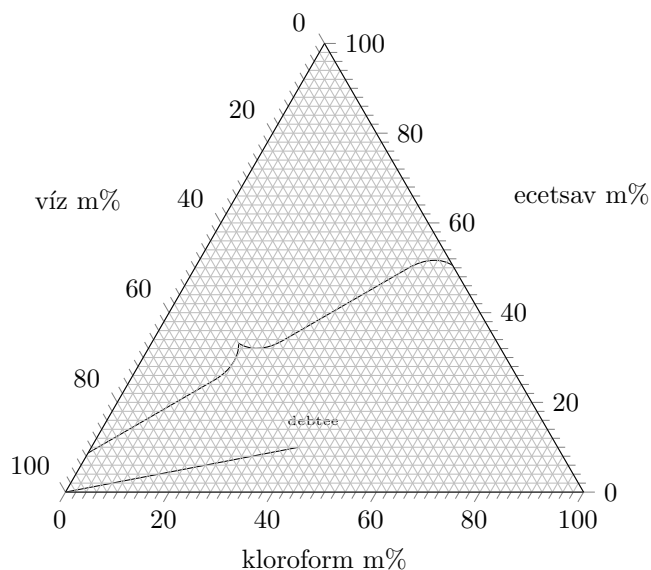


Figure 1: Terner rendszer diagramja.

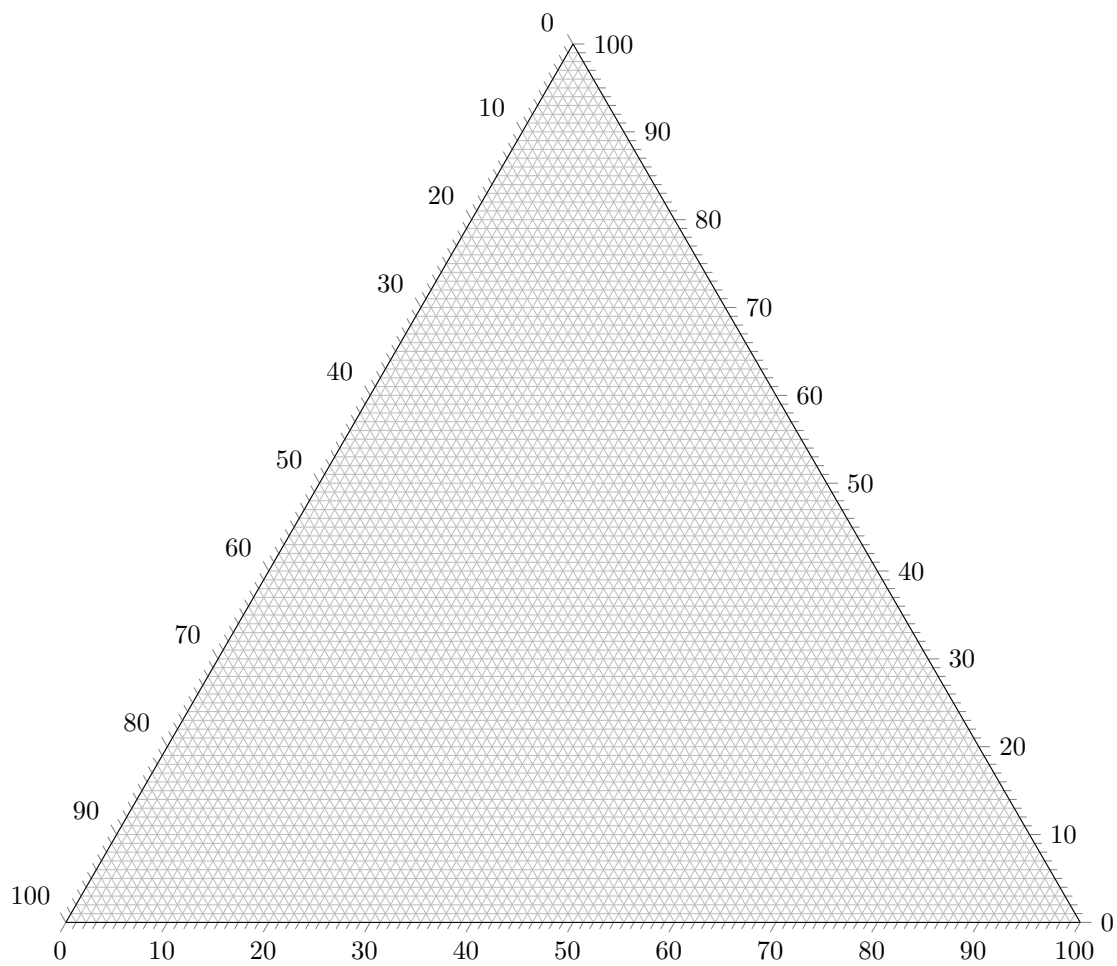
## 2 Gyógyszerbomlás sebességének hőmérséklet-függése

### 2.1 A

gyakorlat során, az Aspirin hidrolízisének kinetikailag elsőrendű reakciójának hőmérsékletfüggését vizsgáljuk. A sebességi állandója a következőképpen adható meg:  $k=1/t \ln(z/(z-x))$  ahol  $t$  az idő,  $z$  a reagens (jelen esetben a Aspirin) kezdeti koncentrációja,  $x$  pedig az elbomlott reagens koncentrációja.

A reakció sebessége vagy a sebességi állandó értéke függ a hőmérséklettől. A hőmérsékletfüggést az Arrhenius egyenlet írja le:  $d \ln k / dt = E / (RT)^2$  melynek integrált alakja:  $k = A e^{-E/(RT)}$   $\lg k = \lg A - E / (2,303 RT)$  Az egyenletben,  $A$  a preexponenciális tényező,  $E$  az aktiválási energia,  $R$  a gázállandó ( $R=8,314 \text{ J/Kmol}$ ). Az aktiválási energia meghatározható grafikus úton, ha az  $\lg k - 1/T$  függvény meredekségét megmérjük és azt szorozzuk  $2,303 \times 8,314$ -el, amikor az  $E$ -t  $\text{J/mol}$ -ban kapjuk meg. Ha két hőmérsékleten megmérjük a reakciósebességi állandót ( $k_1$ -t és  $k_2$ -t  $T_1$  és  $T_2$  hőmérsékleten) az aktiválási energia a következő képlettel számítható ki:  $E = 2,303 \times 8,314 \lg(k_1/k_2)(T_1 T_2 / (T_1 - T_2))$

2. A gyakorlat kivitelezése Az Aspirin (acetilszalicilsav) hidrolízise kinetikailag elsőrendű folyamat és az alábbiak szerint játszódik le: ábra: acetilszalicilsav és szalicilsav A reakció szobahőmérsékleten igen lassú, ezért a méréseket magasabb hőmérsékleten végezzük. A reakció sebességi állandójának meghatározásához ismerni kell a reaktáns vagy a termék koncentrációjának változását a reakcióidővel. Jelen reakcióban a képződő szalicilsav  $\text{Fe}^{3+}$  ionokkal alkotott stabil



ibolyaszínű komplexét határozzuk meg spektrofotometriás módszerrel. A lúgos közegben lejátszódó reakcióelegyből meghatározott reakcióidőnél ismert mennyiségű mintákat veszünk, a reakciót befagyasztjuk a hőmérséklet és a  $[\text{OH}^-]$  hirtelen lecsökkentésével. Az előírt hígításokat követően a szalicilsav  $\text{Fe(III)}$ -komplexének koncentrációját spektrofotometriás úton meghatározzuk. A  $t =$  végtelen reakcióidőhöz tartozó termékkoncentrációkat, amelyek megfelelnek az Aspirin kezdeti koncentrációjának, igen nagy reakcióidőnél vett mintából lehet meghatározni. A méréseket két hőmérsékleten kell végrehajtani, ezeket a gyakorlatvezető határozza meg a gyakorlat kezdetén. (A reakció Arrhenius paramétereinek meghatározása érdekében ajánlott hőmérséklet 313 és 353 K (40 és 80 °C).)

2 db Aspirint külön-külön dörzsmozsárban elporítunk, és külön-külön főzőpohárban kevés desztillált vízben oldunk, majd 25 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikokba szűrjük és jellegileg töltjük (I. és II. törzsoldat). A törzsoldatokon kívül még az alábbi oldatokat kell elkészíteni: 50-50 cm<sup>3</sup> térfogatú 0.25 M HCl, 0.25 M NaOH, és 0.1 M HCl-ben oldott 0.1 M  $\text{FeCl}_3$ .

Reakció alacsonyabb hőmérsékleten, pl. 313-323 K-en (a gyakorlatvezető határozza meg)

a) Az Aspirin kezdeti koncentrációjának ( $z$ ) meghatározása: Az I. sz. törzsoldatból 2 cm<sup>3</sup> mintát csiszolatos dugós Erlenmeyer lombikba pipetázunk, hozzáadunk 3 cm<sup>3</sup> 0.25 M NaOH oldatot és a lombikot behelyezzük a pontosan ismert hőmérsékletű termosztátba. A 60. percben a reakciót befagyasztjuk (a lombikot jeges vízbe és kevés desztillált vízzel mossuk, atot és desztillált vízzel 100 cm<sup>3</sup>-re hígítjuk).

b) A  $t$  időpillanatig elbomlott Aspirin ( $x$ ) koncentrációjának meghatározása: Az I. törzsoldat maradékát a mérőlombikból csiszolatos dugós Erlenmeyer lombikba töltjük át (nem mossuk!), termosztátba helyezzük ( $t=0$  perc), és a lombik kivétele nélkül a bomlás 15, 20, 25, 30 és 35. percében 2 cm<sup>3</sup>-es mintákat veszünk, amelyet az előkészített 25 cm<sup>3</sup>-s mérőlombikokba töltünk. A mintákhoz hozzáadunk 0.5 cm<sup>3</sup> 0.25 M HCl-at, 0.5 cm<sup>3</sup> 0.1 M  $\text{FeCl}_3$ -at és 25 cm<sup>3</sup> összterfogatúra hígítjuk őket desztillált vízzel.

Reakció magasabb hőmérsékleten, pl. 333-343 K-en (a gyakorlatvezető határozza meg)

a) Az Aspirin kezdeti koncentrációjának meghatározása: A II. sz. törzsoldatból 2 cm<sup>3</sup>-t csiszolatos dugós Erlenmeyer lombikba pipetázunk, hozzáadunk 0.6 cm<sup>3</sup> 0.25 M NaOH-t és 15 cm<sup>3</sup> desztillált vizet, majd a lombikot behelyezzük az ismert hőmérsékletű termosztátba. A 60. percben a reakciót befagyasztjuk, mintához lombik tartalmát 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba töltjük és kevés desztillált vízzel átmoszuk, s a mintához hozzáadunk 1 cm<sup>3</sup> 0.25 M HCl-t, 2 cm<sup>3</sup> 0.1 M  $\text{FeCl}_3$ -at, majd desztillált vízzel 25 cm<sup>3</sup>-re hígítjuk.

b) A  $t$  időpontig elbomlott Aspirin koncentrációjának meghatározása: A II. törzsoldat maradékát a mérőlombikból csiszolatos dugós Erlenmeyer lombikba töltjük át (nem mossuk!), termosztátba helyezzük ( $t = 0$  perc) és a lombik kivétele nélkül a bomlás 10, 15, 20, 25 és 30. percében 2 cm mintákat veszünk. A 10, 15 és 20. percben vett mintákhoz hozzáadunk 0.5 cm<sup>3</sup> 0.25 M HCl-t és 0.5 cm<sup>3</sup> 0.1 M  $\text{FeCl}_3$ -at és 25 cm<sup>3</sup>-re hígítjuk desztillált vízzel. Figyelem! A kísérleteket célszerű úgy végezni, hogy a megadott térfogatú mérőlombikba előre

bepipettázzuk a megfelelő mennyiségű sósavat és a  $\text{FeCl}_3$  oldatot, a lombikot 2/3-ad részéig feltöltjük desztillált vízzel, s jeges vízbe állítjuk. Az összes minta fogadására szükséges mérőlombikot készítjük így elő és tegyük őket jeges vízbe.

#### Fényabszorpció mérése

Mind a kezdeti, mind a  $t$  időpillanatban lévő koncentráció meghatározása spektrofotometriásan történik. A spektrofotométer kezelési leírása a készülék mellett megtalálható.

#### 3. Beadandó eredmények

1. táblázat: A mérési és számított adatok táblázatosan 2. táblázat: A sebességi állandó hőmérsékletfüggése 3. A sebességi állandó hőmérsékletfüggéséből határozzuk meg a sebességi állandó értékét 20 °C-on (293 K) grafikusán, ábrázolva a  $\lg k$  - az  $1/T$  függvényében. 4. Az Arrhenius egyenlet integrált alakjába történő behelyettesítéssel számítsuk ki az  $E$  aktiválási energiát és a pre-exponenciális tényezőt:  $E$  [kJ mol<sup>-1</sup>]  $\lg A$  [s<sup>-1</sup>]  $A$  [s<sup>-1</sup>]

\*standard deviáció számítása  $s = \dots$