



इंदिरा गांधी राष्ट्रीय मुक्त विश्वविद्यालय
विज्ञान विद्यापीठ

BCHCL-136

रसायन प्रयोगशाला-III:
विलयन, प्रावस्था साम्य, चालकत्व,
वैद्युत-रसायन और अभिलक्षकीय
समूह कार्बनिक रसायन-II

भाग क

प्रयोग 1	
वितरण विधि द्वारा अभिक्रियाओं के साम्य का अध्ययन करना	5
प्रयोग 2	
शीतलन वक्र विधि द्वारा सरल यूटेक्टिक तंत्र के प्रावस्था आरेख का विनिर्माण	24
प्रयोग 3	
प्रयोग 3: सांद्रता के साथ फीनॉल जल-तंत्र के पारस्परिक विलेयता ताप के परिवर्तन का अध्ययन करना और क्रांतिक विलयन ताप (सी.एस.टी.) का निर्धारण करना	32
प्रयोग 4	
फीनॉल-जल तंत्र के क्रांतिक विलयन ताप (सी.एस.टी.) पर उपद्रव्यों के प्रभाव का अध्ययन करना	40
प्रयोग 5	
pH-मापी प्रयोग करके दुर्बल अम्ल का वियोजन स्थिरांक का निर्धारण	45
प्रयोग 6	
अम्लों तथा क्षारकों के चालकतामितीय अनुमापन	61
प्रयोग 7	
अम्लों तथा क्षारकों के विभवमितीय अनुमापन	76

भाग ख

प्रयोग 8	
कार्बोक्सिलिक अम्लों और फीनॉलों का क्रमबद्ध गुणात्मक विश्लेषण और उनके व्युत्पन्नो का विरचन	94
प्रयोग 9	
ऐल्डिहाइडों तथा कीटोनों का क्रमबद्ध गुणात्मक विश्लेषण उनके व्युत्पन्नो का विरचन	112
प्रयोग 10	
ऐमाइड, नाइट्रो तथा ऐमीनों यौगिकों का क्रमबद्ध गुणात्मक विश्लेषण और उनके व्युत्पन्नो का विरचन	123
प्रयोग 11	
अपचायक और अनअपचायक शर्कराओं के बीच अंतर	151
प्रयोग 12	
फॉर्मिलीकरण विधि से ग्लाइसिन के विलय की सांद्रता का आकलन	159
प्रयोग 13	
स्टार्च पर लार ऐमिलेस की क्रिया और स्टार्च पर लार ऐमिलेस की क्रिया पर ताप का प्रभाव	165

कार्यक्रम अभिकल्प समिति

प्रो. जे. एम. खुराना (सेवा निवृत्त)
रसायन विभाग,
दिल्ली विश्वविद्यालय,
दिल्ली-110007

प्रो. महेन्द्र नाथ,
रसायन विभाग,
दिल्ली विश्वविद्यालय,
दिल्ली-110007

प्रो. एम. थिरूमल,
रसायन विभाग,
दिल्ली विश्वविद्यालय,
दिल्ली-110007

डॉ. विजय सारदा (सेवा निवृत्त)
रसायन विभाग,
ज़ाकिर हुसेन दिल्ली कॉलेज,
दिल्ली विश्वविद्यालय,
नई दिल्ली-110002

विज्ञान विद्यापीठ: इ.गा.रा.मु.वि

प्रो. एम. एस. नाथावत
प्रो. सुनीता मल्होत्रा
प्रो. भारत इन्द्र फौजदार
प्रो. जावेद ए. फारुकी
प्रो. संजीव कुमार
प्रो. ललिता एस. कुमार
प्रो. कमलिका बनर्जी

खंड निर्माण दल

प्रो. सुनीता मल्होत्रा (प्रयोग 3,4)
विज्ञान विद्यापीठ, इग्नू

प्रो. जावेद ए. फारुकी (प्रयोग 8,9,10)
विज्ञान विद्यापीठ, इग्नू

प्रो. कमलिका बनर्जी (प्रयोग 1,5)
विज्ञान विद्यापीठ, इग्नू

प्रो. भारत इन्द्र फौजदार (प्रयोग 11, 12,13)
विज्ञान विद्यापीठ, इग्नू

प्रो. संजीव कुमार (प्रयोग 2,6,7)
विज्ञान विद्यापीठ, इग्नू

पाठ्यक्रम समन्वयकर्ता : प्रो. जावेद ए. फारुकी और प्रो. संजीव कुमार

अनुवाद

प्रो. सुनीता मल्होत्रा

प्रो. संजीव कुमार

प्रो. भारत इन्द्र फौजदार

प्रो. कमलिका बनर्जी

सामग्री निर्माण

श्री राजीव गिरधर
सहायक कुल सचिव (प्रकाशन)
सा.नि.वि.प्र. (इग्नू)

श्री सुनील कुमार,
सहायक कुल सचिव (मुद्रण)
विज्ञान विद्यापीठ, इग्नू

श्री हेमन्त कुमार परीदा
अनुभाग अधिकारी (प्रकाशन)
सा.नि.वि.प्र. (इग्नू)

आभार: टंकण कार्य हेतु श्री दीपक कुमार और सरबजीत सिंह। सरबजीत सिंह सी.आर्.सी. के लिए। रसायन प्रयोगशाला-III (CHE 8L) और IV (CHE 11L) पाठ्यक्रमों कुछ सामग्री का उपयोग के लिए।

फरवरी, 2021

© इंदिरा गांधी राष्ट्रीय मुक्त विश्वविद्यालय, 2021

ISBN:

सर्वाधिकार सुरक्षित। इंदिरा गांधी राष्ट्रीय मुक्त विश्वविद्यालय की लिखित अनुमति के बिना इस पुस्तक के किसी भी अंश को मिमियोग्राफ अथवा किसी अन्य साधन द्वारा पुनः प्रस्तुत करने की अनुमति नहीं है।

इंदिरा गांधी राष्ट्रीय मुक्त विश्वविद्यालय के पाठ्यक्रमों के विषय में अधिक जानकारी विश्वविद्यालय के मैदान गढ़ी, नई दिल्ली स्थित कार्यालय और इग्नू वेब साइट www.ignou.ac.in से प्राप्त की जा सकती है।

इंदिरा गांधी राष्ट्रीय मुक्त विश्वविद्यालय की ओर से रजिस्ट्रार सा.नि.वि.प्र. इग्नू नई दिल्ली-111068 द्वारा मुद्रित एवं प्रकाशित मुद्रक:

रसायन प्रयोगशाला-III: विलयन, प्रावस्था साम्य, चालकत्व, वैद्युत-रसायन और अभिलक्षकीय समूह कार्बनिक रसायन-II

रसायन विज्ञान के दूसरे सत्र के प्रयोगशाला पाठ्यक्रम में आपका स्वागत है। इस प्रयोगशाला कार्य को करने के लिए पाठ्यक्रम में दिए गए विभिन्न प्रयोग कार्यों को करने के लिए आवश्यक विधियों का विवरण इस पुस्तिका में दिया गया है। इस पुस्तिका को संपूर्ण बनाने के लिए प्रत्येक प्रयोग के लिए उचित संकल्पनाओं का आधार भी सम्मिलित किया गया है।

इस प्रयोगशाला पुस्तिका के दो भाग हैं। भाग 'क' भौतिक रसायन के प्रयोगों से संबंधित है और भाग 'ख' में कार्बनिक रसायन से संबंधित प्रयोग दिए गए हैं। भाग 'क' में 7 प्रयोग हैं। इस भाग के पहले पांच प्रयोग रासायनिक व प्रावस्था साम्य पर आधारित हैं। अगले दो प्रयोगों में अम्लों व क्षारकों के चालकतामितीय व विभवमितीय अनुमापनों की क्रियाविधि का वर्णन किया गया है। इस प्रयोगों में अनुमापन के तुल्यता बिंदु के ज्ञात करने के लिए अनुमापक के फलन के रूप में क्रमशः विलयन के चालकत्व तथा विभव को मापा जाता है।

भाग 'ख' में पहले गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण के संबंध में बताया गया है। आप इस भाग में आप कुल छः प्रयोग करेंगे। गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण से संबंधित तीन प्रयोग दिए गए हैं। इन प्रयोगों में गुणात्मक वर्गीकरण परीक्षणों की प्रयोगात्मक प्रक्रियाओं तथा उन यौगिकों के व्युत्पन्नों की विरचनों के बारे में बताया जाएगा जिनके अभिलक्षकीय समूह आमतौर पर पाए जाते हैं। गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण के आधार पर इन तीन प्रयोगों के अलावा, हमने तीन और प्रयोग भी शामिल किए हैं : जो अपचायक और अनपचायक शर्कराओं के बीच अंतर स्थापित करने के लिए किए गए परीक्षण, ग्लाइसिन के निर्धारण के लिए किए गए परीक्षण और स्टार्च पर लार ऐमिलेस एंजाइम की कार्रवाई के लिए उपयोग किए गए परीक्षणों से संबंधित हैं।

इस पाठ्यक्रम के सभी तेरह प्रयोग आपको लगभग छः दिनों में करने हैं।

उद्देश्य

इस पाठ्यक्रम को पढ़ने और इसमें दिए गए प्रयोगों को करने के पश्चात्, आप

- वितरण विधि द्वारा किसी अभिक्रिया के साम्य स्थिरांक का निर्धारण कर सकेंगे;
- शीतलन वक्र विधि द्वारा नैपथलीन-बेन्ज़ोइक अम्ल तंत्र के लिए प्रावस्था आरेख बना सकेंगे
- फीनॉल जल-तंत्र के लिए क्रांतिक विलयन ताप (सी.एस.टी.) का निर्धारण कर सकेंगे तथा उस पर उपद्रव्यों के प्रभाव का अध्ययन कर सकेंगे
- pH-अनुमापन वक्र बनाकर दिए गए दुर्बल अम्ल के वियोजन स्थिरांक का निर्धारण कर सकेंगे
- चालकतामितीय (तथा विभवमितीय) अनुमापनों द्वारा HCl (अथवा ऐसीटिक अम्ल) के दिए गए नमूने की प्रबलता (सांद्रता) का परिकलन कर सकेंगे।
- चिरप्रतिष्ठित गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण द्वारा कार्बनिक यौगिकों के पहचान करने में प्रयुक्त विभिन्न पदों की व्याख्या कर सकेंगे,
- अभिलक्षकीय समूह परीक्षण तथा व्युत्पन्नों के विरचन की विधियों का वर्णन कर सकेंगे
- अज्ञात कार्बनिक यौगिकों की पहचान कर सकेंगे। दिए गए किसी नमूने में ग्लाइसिस की मात्रा का निर्धारण कर सकेंगे;
- स्टार्च और ऐमिलेस की जल-अपघटन अभिक्रिया को ताप किस प्रकार प्रभावित करता है का वर्णन कर सकेंगे है; और
- इस पाठ्यक्रम में दिए गए प्रयोगों को करने का प्रयोगशाला रिकार्ड रख सकेंगे।

अध्ययन मार्गदर्शिका

इस पाठ्यक्रम में दिए गए प्रयोगों की चर्चा का रूप प्रथम सत्र और द्वितीय सत्र के रसायन प्रयोगशाला पाठ्यक्रमों की चर्चा के समान है। इस प्रयोगशाला पाठ्यक्रम में, आप तेरह प्रयोग करेंगे। पिछले रसायन प्रयोगशाला पाठ्यक्रम के समान आप प्रयोग करेंगे, आंकड़ों को रिकार्ड करेंगे। प्रत्येक भाग में दिए गए मार्गदर्शन के अनुसार प्रयोगशाला पुस्तिका को पूरा रखेंगे। प्रयोगशाला पुस्तिका के रख-रखाव के लिए कुछ सामान्य निर्देश नीचे दिए गए हैं। याद रखिए कि प्रत्येक प्रयोग का मूल्यांकन होगा। अतः प्रयोगशाला में प्रयोग करने के लिए आने से पहले आप प्रयोगशाला पुस्तिका को पढ़ लीजिए। इससे आपको उचित प्रकार प्रयोग करने में सहायता मिलेगी।

प्रयोगशाला पुस्तिका

यह आवश्यक है कि आप किए गए कार्य का उचित रिकार्ड रखें। इस रिकार्ड में प्रयोग के विभिन्न चरणों में किए गए प्रेक्षणों को दर्शाना चाहिए। ये प्रेक्षण प्रायोगिक परिणाम की सही व्याख्या करने में सहायक सिद्ध होंगे। प्रयोगशाला पुस्तिका बनाते समय, आप निम्नलिखित बातों का ध्यान रखिए :

- प्रयोगशाला रिकार्ड रखने के लिए जिल्दवाली पुस्तिका का उपयोग कीजिए।
- आप ऐसी प्रयोगशाला रिकार्ड पुस्तिका का उपयोग कर सकते हैं जिसमें एक तरफ के पन्नों पर रेखाएँ और दूसरी तरफ के पन्नों पर नहीं।
- पुस्तिका में स्याही से लिखें। यदि कोई गलती हो जाए, तो उसे काटकर सही से दुबारा लिख दीजिए।
- विषय सूची बनाने के लिए पुस्तिका के आरंभ के कुछ पन्ने खाली छोड़ दें।
- प्रयोगशाला पुस्तिका में आलेखित ग्राफ संलग्न कीजिए।
- प्रयोगशाला पुस्तिका में किए गए सभी कार्यों का पूर्ण रिकार्ड होता है। इसमें किए गए प्रयोग की संख्या, शीर्षक, दिनांक और समय नियमित रूप से भरने चाहिए।
- पुस्तिका में सभी प्रेक्षणों और आँकड़ों को उनके लेते समय ही लिख लीजिए। अपने प्रेक्षणों जैसे पदार्थ के तोले गए भार, गलनांक आदि को लिखने के लिए कागज़ के टुकड़ों का कदापि प्रयोग न करें। ये खो सकते हैं और उन पर लिखी जानकारी एक-दूसरे के साथ बदलने द्वारा आपके लिए कठिनाई उत्पन्न कर सकते हैं।
- अपने रिकार्ड को स्पष्ट रूप से लिखें और उसे भली प्रकार व्यवस्थित रखें। इसे पढ़ने पर, यह स्पष्ट रूप से समझ आना चाहिए कि क्या किया गया है।
- यह आवश्यक नहीं है कि आप पूरी विधि प्रयोगशाला पुस्तिका में पुनः शब्दशः लिखें क्योंकि यह प्रयोगशाला पुस्तिका में दी गई है।
- आपको परिकल्पनाओं का विवरण दर्शाना आवश्यक है।
- प्रत्येक प्रयोग के लिए प्राप्त परिणामों और निष्कर्षों को दर्शाते हुए सारांश देते हुए उनकी व्याख्या भी करनी चाहिए यदि परिणाम अपेक्षित रूप से प्राप्त नहीं हुए हों।

प्रयोगशाला पुस्तिका और उसके भली-प्रकार रख-रखाव के लिए कुछ अंक निर्धारित किए गए हैं।

हम चाहते हैं कि आप प्रयोग करके सीखने के रोमांच का अनुभव करें। सीखने का इससे अच्छा कोई और तरीका नहीं है। आपको हमारी शुभकामनाएँ !

आवश्यक सूचना

- प्रयोगशाला पाठ्यक्रम में विद्यार्थी की उपस्थिति अनिवार्य है। प्रयोगशाला कार्य आम तौर पर आपके चुने हुए अध्ययन केन्द्र पर आयोजित किया जाता है।
- दो क्रेडिट के पाठ्यक्रमों को 6/7 दिनों (60 घण्टों) की अवधि में पूरा करना होगा:
 - गाइडेड प्रयोगशाला कार्य के लिए 5/6 दिन
 - अनगाइडेड प्रयोगशाला कार्य के लिए 1 दिन।
- प्रयोगशाला पाठ्यक्रम को सफलतापूर्वक करने के लिए आपको दोनों प्रकार के प्रयोगशाला कार्यों यानि कि गाइडेड और अनगाइडेड घटकों में कम से कम 35 % अंक प्राप्त करने होंगे।

प्रयोग 1

वितरण विधि द्वारा अभिक्रियाओं के साम्य का अध्ययन करना

प्रयोग की रूपरेखा

1.1	प्रस्तावना	परिणाम
	उद्देश्य	1.4
1.2	नेर्नस्ट वितरण का नियम और वितरण का सिद्धांत	प्रयोग 1b: कॉपर आयन, Cu (II) और अमोनिया के बीच संकुल गठन का अध्ययन करना और वितरण विधि का उपयोग करके संकुल के सूत्र निर्धारण करना
1.3	प्रयोग 1a: वितरण विधि द्वारा अभिक्रियाओं के साम्य स्थिरांक को स्थिर करना	$\text{Cu}^{2+} + 4\text{NH}_3 \rightarrow [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
	$\text{KI} + \text{I}_2 \rightleftharpoons \text{KI}_3$	सिद्धांत
	सिद्धांत	आवश्यकताएँ
	आवश्यकताएँ	कार्यविधि
	कार्यविधि	प्रेक्षण
	प्रेक्षण	परिकलन
	परिकलन	परिणाम
	1.5	बोध प्रश्नों के उत्तर

1.1 प्रस्तावना

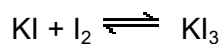
पिछले प्रायोगिक पाठ्यक्रमों में विभिन्न कार्बनिक, अकार्बनिक और भौतिक प्रयोग की मूल बातें सीखी हैं। इस प्रयोगशाला पाठ्यक्रम में, आप भौतिक प्रयोग कर रहे होंगे। इस सिद्धांत के आधार पर प्रयोगों को करने के लिए आपका नेर्नस्ट वितरण का नियम और वितरण का स्थिरांक का विवरण याद रखना होगा।

उद्देश्य

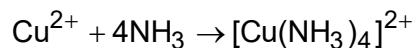
इस प्रयोग को करने के बाद, आप :

- ❖ नेर्नस्ट वितरण का नियम के सिद्धांत की व्याख्या कर सकेंगे;

- ❖ वितरण विधि द्वारा अभिक्रिया के साम्य स्थिरांक को स्थिर कर सकेंगे; और



- ❖ वितरण विधि का उपयोग करके, कॉपर आयन, Cu(II) के साथ अमोनिया के संकुल का सूत्र स्थिर कर सकेंगे:



1.2 नेर्नस्ट वितरण का नियम के सिद्धांत और वितरण स्थिरांक

नेर्नस्ट वितरण का नियम और वितरण का सिद्धांत आप पाठ्यक्रम बी.सी.एच.सी.टी. BCHCT-135 इकाई 2 भाग 2.4 में पहले से ही अध्ययन कर चुके हैं। कृपया इसे याद करने के लिए भाग 2.4 पर दोबारा गौर करें। यहाँ भी इस सिद्धांत पर संक्षेप में चर्चा की गई है ताकि आपको इस सिद्धांत के आधार पर प्रयोग करने में मदद मिले।

वितरण स्थिरांक स्थिर करना और नेर्नस्ट वितरण का नियम

जब दो अमिश्रणीय तरल (A और B) के मिश्रण के साथ एक ठोस या तरल को हिलाया जाता है और यदि विलेय दिए गए तापमान पर दोनों तरल पदार्थों में घुलनशील होता है, तो यह दो तरल पदार्थों के बीच एक निश्चित तरीके से वितरित करता है ताकि दो विलायक के बीच इसकी सांद्रता के अनुपात वितरित विलेय की मात्रा से स्वतंत्र, है, बशर्ते कि विलेय दोनों विलायक में एक ही आणविक अवस्था में हो।

तो, $K_D = \left(\frac{C_A}{C_B} \right)$ जहाँ C_A और C_B दो तरल पदार्थ के साम्य मोलर सांद्रता है। K_D एक

स्थिरांक है जिसको वितरण या विभाजन गुणांक माना जाता है। इस नियम को नेर्नस्ट वितरण का नियम या विभाजन नियम के रूप में माना जाता है। K_D का मान तंत्र के तापमान पर निर्भर करता है और दो परतों की सापेक्ष मात्रा व विलेय के मात्रा पर निर्भर नहीं करता है।

पाठ्यक्रम बी.सी.एच.सी.टी.-135(BCHCT-135) इकाई 2 में आपने वितरण का नियम की सीमाबंधन के बारे में सीखा। तो आपने अध्ययन किया है कि यह तभी मान्य है जब विलेय का वियोजन या संयोजन में कोई बदलाव नहीं आता है।

बोध प्रश्न 1

नेर्नस्ट वितरण का नियम की सीमाबंधन क्या हैं?

तरल पदार्थ (A और B) और विलेय की तंत्र के लिए अलग-अलग स्थितियां हो सकती हैं। आइए हम एक-एक करके उनकी चर्चा करें। इन मामलों में हम तरल A में 'C_A' अवियोजित विलेय की कुल सांद्रता, 'C_B' तरल B में अवियोजित विलेय की कुल सांद्रता और α_B विलेय अणुओं के तरल B में वियोजन मात्रा मानते हैं।

आइए पहले उस स्थिति पर विचार करें जहाँ विलेय सामान्य रूप से तरल A में व्यवहार करता है लेकिन तरल B में वियोजित हो जाता है:

$$K_D = \left(\frac{C_A}{C_B(1-\alpha_B)} \right) \quad \dots(1.1)$$

ऐसी स्थिति हो सकती है जहां विलेय दोनों तरल A और B में वियोजित हो जाता है, लेकिन अलग-अलग अंशों में।

$$K_D = \left(\frac{C_A(1-\alpha_A)}{C_B(1-\alpha_B)} \right) \quad \dots(1.2)$$

जहां विलेय सामान्य रूप से तरल A में व्यवहार करता है लेकिन तरल B में संयोजन हो जाता है तब तरल A में विलेय की कुल सांद्रता C_A , और तरल B में विलेय की कुल सांद्रता C_B है। तरल B में विलेय के संयोजन $nX \rightleftharpoons X_n$ जैसे हो, तब तरल B में आपको न केवल एकल अणुओं की सांद्रता मिलेगी बल्कि संयोजी अणु भी मिलेगी। तरल B में विलेय अणुओं के वियोजन मात्रा α_B है।

$$K_D = \left(\frac{C_A}{n\sqrt{C_B(1-\alpha_B)}} \right) \quad \dots(1.3)$$

अंत में, यदि विलेय तरल A में वियोजित हो जाता है और तरल B में संयोजन, तब

$$K_D = \left(\frac{C_A(1-\alpha_A)}{n\sqrt{C_B(1-\alpha_B)}} \right) \quad \dots(1.4)$$

इस प्रकार आप देखते हैं, हमने तंत्र (तरल A और B) और विलेय के लिए सभी स्थितियों से निपटा है। आगे, आप इसके आधार पर प्रयोग सीखने और करने जा रहे हैं।

बोध प्रश्न 2

वितरण गुणांक K_D क्या होगा जब विलेय सामान्य रूप से तरल A में व्यवहार करता है लेकिन तरल B में संयोजन हो जाता है?

1.3 प्रयोग 1a: वितरण विधि द्वारा अभिक्रियाओं के साम्य स्थिरांक को स्थिर करना

$$KI + I_2 \rightleftharpoons KI_3$$

वितरण का नियम के आधार पर अब आप प्रयोग सीखेंगे और करेंगे।

1.3.1 सिद्धांत

जलीय विलयन में आयोडीन विरल रूप से घुल जाता है। इसके अलावा, आयोडीन उसमें से वाष्पशील हो सकता है। जबकि, जलीय घोल में पोटैशियम आयोडाइड (KI) के साथ अभिक्रिया करता है जिससे पोटैशियम ट्राइआयोडाइड संकुल बनता है जो साम्य बिगड़ने पर आसानी से I_2 प्राप्त होते हैं।

पिछले पाठ्यक्रम BCHCL-132 में, प्रयोग 5 में, आपने आयोडोमिति का विवरण सीखा है, जिसे आपको यहां याद रखना चाहिए।

आयोडीन पर्याप्त रूप से शुद्ध अवस्था में उपलब्ध है, लेकिन यह जल में अल्पघुलनशील है। इसलिए, शुद्ध जल में इसका मानक विलयन तैयार नहीं किया जा सकता है। हालांकि, आयोडीन जल में आसानी से घुल जाता है जिसमें पोटैशियम आयोडाइड होता है जो अस्थायी ट्राइआयोडाइड संकुल बनाता है:



अब आयोडोमिति अनुमापन में त्रुटि के दो सूत्रों पर चर्चा करते हैं। वे निम्नलिखित हैं:

- (i) आयोडीन विलयन में थोड़ा अस्थायी है, और इसलिए इन अनुमापनों को गर्म विलयनों में नहीं किया जाना चाहिए।
- (ii) प्रकाश की उपस्थिति में, आयोडाइड आयन (KI से), हवा के ऑक्सीजन द्वारा ऑक्सीकृत होता है :



इसलिए, घुलित ऑक्सीजन को हटाने के लिए पोटैशियम आयोडाइड को घुलने के लिए उपयोगी जल, जिसका उपयोग आयोडीन को घुलने के लिए किया जाता है, उसको उबाला जाना चाहिए।

समीकरण 1.5 में उत्क्रमणीय अभिक्रियाओं के साम्य स्थिरांक निर्धारण करने के लिए, कार्बनिक विलायक जैसे कार्बन टेट्राक्लोराइड (CCl₄) और जल के बीच, मानक सोडियम थायोसल्फेट (Na₂S₂O₃) घोल के साथ दो परतों के विभाज्य का अनुमापन करना चाहिए।

$$K_D = \frac{C_{I_2}(\text{org})}{C_{I_2}(\text{aq})} \quad \dots(1.7)$$

K_D इस प्रकार जलीय और कार्बनिक (CCl₄) परत का उपयोग करके निर्धारित किया जाता है। I₂ तब जलीय पोटैशियम आयोडाइड (KI) विलयन और CCl₄ के साथ हिलाया जाता है। मिश्रण को तब तक खड़ा होने दिया जाता है जब तक कि साम्य स्थापित नहीं होता है। साम्य में, जलीय परत में मुक्त आयोडीन, मुक्त पोटैशियम आयोडाइड और पोटैशियम ट्राइआयोडाइड संकुल होते हैं।

दो परतों (यानी जलीय और कार्बनिक) में I₂ की सांद्रता, मानक Na₂S₂O₃ विलयन के साथ अनुमापन द्वारा निर्धारित की जाती है। साम्य स्थिरांक (K) नीचे दिया गया है।

$$K = \frac{[KI_3]}{[KI][I_2]} \quad \dots(1.8)$$

जहां [KI₃], [KI] और [I₂] किसी भी जलीय परत में साम्य सांद्रता का निरूपित करते हैं। चूंकि वितरण का नियम केवल दोनों परतों में उभयनिष्ठ स्पीशीज़ पर लागू होता है, जलीय पोटैशियम आयोडाइड में मुक्त आयोडीन की सांद्रता, कार्बनिक परत में आयोडीन

की सांद्रता से निर्धारित किया जा सकता है, यहां तक कि जब अन्य स्पीशीज़ मौजूद हैं। समीकरण 1.8 का उपयोग करके हम पाते हैं,

$$C_{I_2(aq)} = \frac{C_{I_2(org)}}{K_D} \quad \dots(1.9)$$

1.3.2 आवश्यकताएँ

उपकरण		रासायनिक द्रव्य
डाट वाली बोतल (200cm ³)	8	I ₂ , KI
ड्रॉपर	1	आसुत जल
ब्यूरेट (50cm ³)	1	सोडियम थायोसल्फेट
आयतनी फ्लास्क (250cm ³)	4	पोटैशियम डाइक्रोमेट
शंक्वाकार फ्लास्क (250cm ³)	1	CCl ₄
पिपेट (20 cm ³)	1	स्टार्च (सूचक)
मापक सिलिंडर (10 cm ³)	1	तनु सल्फयूरिक अम्ल
आसुत जल के लिए धावन बोतल	1	
तोल बोतल	1	
कीप (छोटी)	1	
आयतनी फ्लास्क (1000cm ³)	1	
ब्यूरेट स्टैंड	1	

दिए गए विलयन : आप की जानकारी के लिए इन विलयनों को बनाने की विधि दी गई है। आप के लिए ये विलयन परामर्शदाता द्वारा बनाए जाएंगे।

सोडियम थायोसल्फेट का विलयन (≈M/5):

यह विलयन आसुत जल के (उबालकर और ठंडा करके) 1 dm³ में लगभग 50 g सोडियम थायोसल्फेट क्रिस्टलों को घोलकर बनाया जाता है। इसमें 0.4g सोडियम बाइकार्बोनेट, जैसे परीरक्षक (preservative), डालकर एक साफ बोतल में रख लिया जाता है। सोडियम थायोसल्फेट का विलयन अस्थायी होता है। ऑक्सीजन तथा विलीन CO₂ के अलावा यह वायु में पाए जाने वाले बैक्टीरिया के साथ अभिक्रिया करके सल्फर मुक्त करता है। यदि विलयन में आविलता (turbidity) नजर आए तो उसे फेंक देना चाहिए।

स्टार्च का विलयन : बीकर में लगभग 150cm³ आसुत जल डालकर उबाला जाता है। इसको उबालने के दौरान, 0.5 g से 0.1 g तक विलेय स्टार्च (soluble starch) को लगभग

10 cm³ आसुत जल में घोलकर व हिलाकर एक पेस्ट बनाया जाता है। इस पेस्ट को उबल रहे जल में डालकर हिलाया जाता है तथा कुछ और मिनटों तक उबालकर ठण्डा कर लिया जाता है। यह विलयन करीब-करीब निर्मल होना चाहिए। इसको डाट वाली बोतल में रखा जाता है। (स्टार्च का विलयन इसे इस्तेमाल करने से थोड़ा पहले ही बनाना चाहिए)।

पोटैशियम आयोडाइड का विलयन :

यह विलयन आसुत जल के 100 cm³ में 5.0 g KI को घोलकर प्राप्त किया जाता है।

1.3.3 कार्यविधि

(I) **पोटैशियम डाइक्रोमेट का मानक विलयन :**

आपने BCHCL-132 में पहले ही टाइट्रीमिति के प्रयोगों के तहत ऐसा किया है। कृपया पुनर्पूजीकरण के लिए अभ्यास पर दोबारा गौर करें।

सोडियम थायोसल्फेट का विलयन की मानकीकरण करने के लिए **M/30 पोटैशियम डाइक्रोमेट का मानक विलयन** तैयार करें। एक काँच की तोल बोतल का अनुमानित द्रव्यमान ले लें। 2.45 g पोटैशियम डाइक्रोमेट को इस बोतल में डालकर सही-सही तोलें। इसे काँच की कीप द्वारा 250 cm³ क्षमता के आयतनी फ्लास्क में डालें। पोटैशियम डाइक्रोमेट को स्थानांतरित करने के बाद बोतल का यथार्थ द्रव्यमान ज्ञात कर लें। दोनों द्रव्यमानों के अंतर द्वारा स्थानांतरित पोटैशियम डाइक्रोमेट की वास्तविक मात्रा मिली जाती है। इन मानों को अपनी प्रेक्षण नोटबुक में लिख लें। अंत में अधिक आसुत जल से सावधानीपूर्वक विलयन के फ्लास्क को चिन्हित बना लें।

सोडियम थायोसल्फेट के विलयन का मानकीकरण : पोटैशियम डाइक्रोमेट विलयन का 20 cm³ को पिपेट द्वारा 250 cm³ शंक्वाकार फ्लास्क में लें। इसमें 10cm³ तनु सल्फ्यूरिक अम्ल और 1 g सोडियम हाइड्रोजनकार्बोनेट डालकर ध्यानपूर्वक हिलाइए जिससे कार्बन डाइऑक्साइड उत्पन्न हो जाए। सोडियम हाइड्रोजनकार्बोनेट द्वारा विलयन में उत्पन्न CO₂ वायु को विस्थापित करती है और वायु द्वारा आयोडाइड का ऑक्सीकरण रोकती है। अभिक्रिया $4I^- + O_2 + 4H^+ \rightleftharpoons 2H_2O + 2I_2$, प्रकाश, ऊष्मा एवं वायु द्वारा उत्प्रेरित होती है। फिर विलयन में 0.5 ग्राम पोटैशियम आयोडाइड अथवा 5% KI विलयन का 10 cm³ डालकर फ्लास्क को एक वाच-ग्लास से ढककर एक अदीप्त (dark) जगह पर 5 मिनट के लिए छोड़ दें। इस विलयन का ब्यूरेट में लिए गए सोडियम थायोसल्फेट विलयन के साथ तब तक अनुमापन करें जब तक आयोडीन का हल्का फीका पीला रंग प्राप्त न हो जाए। अब इस में 2 cm³ स्टार्च विलयन डालें और तब तक अनुमापन करें जब तक अनुमापक की केवल एक बूँद अधिक डालने पर स्टार्च-आयोडीन संकुल का नीला रंग लुप्त न हो जाए। अंत में विलयन का रंग क्रोमिणम(III) आयनों की उपस्थिति के कारण हरा हो जाता है। अनुमापन से पहले व बाद में ब्यूरेट पाठ्यांक को प्रेक्षण सारणी में लिख लें। इस अनुमापन को कम से कम दो सुसंगत फलांकों (concordant readings) के प्राप्त होने तक दोहराएँ।

250 cm³ सोडियम थायोसल्फेट का विलयन बना लें। इस M/5 Na₂S₂O₃ से, M/50 और M/500 Na₂S₂O₃ विलयन तनुकरण विधि द्वारा तैयार कर लें।

कार्बनिक परत के तनुकरण विधि द्वारा 250 सेमी³ M/50 Na₂S₂O₃ विलयन की तैयारी :

$$\frac{1}{5} \times V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{1}{50} \times 250$$

$$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{\frac{1}{50} \times 250}{\frac{1}{5}} = 25 \text{ cm}^3$$

25 cm³ M/5 Na₂S₂O₃ को 250 cm³ आयतनी फ्लास्क में 225 cm³ आसुत जल में डालना चाहिए।

(II) पानी और CCl₄ के बीच आयोडीन के वितरण स्थिरांक (K_D) का निर्धारण

- (क) चार 250 cm³ डाट वाली बोतलें लेकर, उन्हें 1, 2, 3 और 4 के रूप में लेबल करें और H₂O, I₂ और CCl₄ के विभिन्न तंत्र तैयार करें।
- (ख) विभिन्न बोतलों में 30 cm³, 40 cm³, 50 cm³ और 60 cm³ CCl₄ पिपेट करें। प्रत्येक बोतल में, आयोडीन (I₂) का 1 g जोड़ें। आयोडीन को पूरी तरह से विलयन करने के लिए बोतलों को हिलाएं।
- (ग) विभिन्न बोतलों में 60 cm³, 50 cm³, 40 cm³ और 30 cm³ आसुत जल डालना चाहिए।

सारणी 1.1

अभिकर्मक बोतल संख्या	I ₂ (g)	CCl ₄ (cm ³)	H ₂ O(cm ³)
1	1	30	60
2	1	40	50
3	1	50	40
4	1	60	30

- (घ) बोतलों को बंद करें और लगभग एक घंटे तक जोर से हिलाएं और फिर बोतल को तब तक खड़े रहने दें जब तक कि प्रत्येक बोतल की सामग्री दो अलग-अलग परतों में अलग हो जाए।

कार्बनिक परत का अनुमापन : कार्बनिक परत (CCl₄ परत/ नीचे की परत) के 5cm³ को पिपेट करें, 20 cm³ जल और एक चुटकी KI मिलाएं और इसे कुछ देर के लिए अंधरे में रखें और फिर सूचक के रूप में स्टार्च की 5 बूंदें और M/50 Na₂S₂O₃ बनाम अंत्य बिंदु तक अनुमापन करें, विलयन में जब नीले रंग गायब हो जाता है और फलाकों पर ध्यान दें। प्रेक्षण सारणी II में अनुमापन के पहले और बाद में ब्यूरेट पाठ्यांक को लिख लें। कम से कम दो सुसंगत फलाकों के प्राप्त होने तक दोहराएँ।

जलीय परत का अनुमापन : जलीय परत (ऊपरी परत) के 25 cm³ को पिपेट करें, स्टार्च सूचक की 5 बूंदें और ब्यूरेट में लिया M/500 Na₂S₂O₃ बनाम अंत्य बिंदु तक अनुमापन करें। यानी नीले रंग का गायब होना या फिर ब्यूरेट पाठ्यांक को लिख लें। [H₂O में I₂

की घुलनशीलता कम है यही कारण है कि ज्यादा जल लें यानी 25 cm³ और तनु Na₂S₂O₃ का प्रयोग अनुमापन के लिए किया जाता है। प्रेक्षण सारणी III के पहले और बाद में ब्यूरेट पाठ्यांक को लिख लें। कम से कम दो सुसंगत फलांकों के प्राप्त होने तक दोहराएँ।

प्रेक्षण को सारणीबद्ध करें और K_D आकलन करें।

(III) **ट्राइआयोडाइड साम्य का अध्ययन :**

चार 200 cm³ की डाट वाली बोतल लें ले और इन्हें 5, 6, 7 और 8 कर के लेबल करें। प्रत्येक बोतल में जलीय KI, I₂, CCl₄ के अलग-अलग तंत्र तैयार होते हैं। फिर जल में KI को घोलकर एक समान प्रयोग करें (0.1 M KI) जल की जगह। I₂ की सांद्रता को दो परतों (अर्थात् जलीय KI विलयन परत और कार्बनिक CCl₄ परत) में मानकीकृत Na₂S₂O₃ द्वारा अनुमापन करें।

सारणी 1.2

अभिकर्मक बोतल संख्या	I ₂ (g)	CCl ₄ (cm ³)	0.1 M KI का जलीय विलयन(V _{KI})
5	1	30	60
6	1	40	50
7	1	50	40
8	1	60	30

याद रखें कि, वितरण केवल दोनों परतों के लिए एक स्पीशीज़ लागू होता है, जलीय KI परत में मुक्त आयोडीन की सांद्रता, $aq\ c_{I_2(org)}$ या C_2 , कार्बनिक परत में आयोडीन की सांद्रता से निर्धारित किया जा सकता है, $c_{I_2(org)}$ या C_1 , जब अन्य स्पीशीज़ मौजूद हैं। इस प्रकार आकलन करके मिलता है:

$$c_{I_2(org)} = \frac{K_D}{c_{I_2(aq)}} \dots (1.10)$$

आयोडीन की कुल सांद्रता, अर्थात् मुक्त (I₂) और साथ ही पोटेशियम ट्राइआयोडाइड (KI₃) के साथ मिलकर सोडियम थायोसल्फेट घोल के साथ जलीय KI परत के अनुमापन से प्राप्त किया जाएगा।

मुक्त आयोडीन की सांद्रता = आयोडीन की सांद्रता - KI₃ की सांद्रता

KI के जलीय विलयन में KI की प्रारंभिक सांद्रता - संयुक्त KI की सांद्रता = मुक्त KI की साम्य सांद्रता।

1.3.4 प्रेक्षण

तोल बोतल का द्रव्यमान = $m_1 = \dots\dots g$

तोल बोतल + पोटैशियम डाइक्रोमेट = $m_2 = \dots\dots g$

तोल बोतल का द्रव्यमान (K₂Cr₂O₇ दूसरे पात्र में डालने के बाद) = $m_3 = \dots\dots g$

$$K_2Cr_2O_7 \text{ का स्थानांतरित द्रव्यमान} = m_2 - m_3 = m = \dots\dots g$$

$$\text{पोटैशियम डाइक्रोमेट का मोलर द्रव्यमान} = 294.19 \text{ g mol}^{-1}$$

$$\text{बनाया गया } K_2Cr_2O_7 \text{ का आयतन (V)} = 250 \text{ cm}^3$$

$$K_2Cr_2O_7 \text{ विलयन की मोलरता} = M_1$$

$$= \frac{m \times 4}{\text{Molar mass}} \text{ mol dm}^{-3}$$

$$= \frac{m \times 4}{294.19}$$

$$= \dots\dots \text{mol dm}^{-3}$$

प्रेक्षण सारणी I

पोटैशियम डाइक्रोमेट विलयन व सोडियम थायोसल्फेट विलयन के बीच अनुमापन

क्रम संख्या	K ₂ Cr ₂ O ₇ विलयन का आयतन (cm ³)	ब्यूरेट पाठ्यांक		Na ₂ S ₂ O ₃ विलयन का आयतन (cm ³) (अंतिम-प्रारंभिक)
		प्रारंभिक	अंतिम	
1	20			
2	20			
3	20			

प्रेक्षण सारणी II

M/50 Na₂S₂O₃ व कार्बनिक परत के बीच अनुमापन

अभिकर्मक बोतल संख्या	कार्बनिक परत के ब्यूरेट पाठ्यांक		Na ₂ S ₂ O ₃ विलयन का आयतन V _b = (V ₂ - V ₁) (cm ³)
	प्रारंभिक (V ₁)	अंतिम (V ₂)	
5			
6			
7			
8			

प्रेक्षण सारणी III

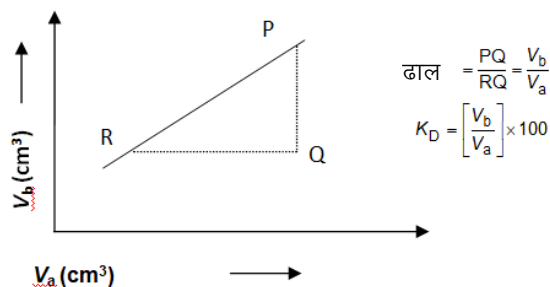
M/500 Na₂S₂O₃ व जलीय परत के बीच अनुमापन

अभिकर्मक बोतल संख्या	जलीय परत के ब्यूरेट पाठ्यांक		Na ₂ S ₂ O ₃ विलयन का आयतन V _a = (V ₂ - V ₁) (cm ³)
	प्रारंभिक (V ₁)	अंतिम (V ₂)	
5			
6			
7			
8			

प्रेक्षण सारणी IV

अभिकर्मक बोतल संख्या	V_a (जलीय परत)	V_b (कार्बनिक परत)	$K_D = \left[\frac{V_b}{V_a} \right] \times 100$
1			
2			
3			
4			

CCl_4 / H_2O में I_2 के लिए K_D का निर्धारण



1.3.5 परिकलन

सोडियम थायोसल्फेट विलयन का मानकीकरण

$K_2Cr_2O_7$ विलयन की मोलरता = $M_1 = \dots \text{mol dm}^{-3}$

$K_2Cr_2O_7$ विलयन का आयतन = $V_1 = \dots 20 \text{ cm}^3$

$Na_2S_2O_3$ विलयन का प्रयुक्त आयतन = $V_2 = \dots \text{cm}^3$

(सारणी I से)

$Na_2S_2O_3$ विलयन की मोलरता = $M_2 = ?$

निम्न मोलरता समीकरण का उपयोग करते हुए,

$M_1 V_1 = 6M_2 V_2$

$Na_2S_2O_3$ विलयन की मोलरता = $M_2 = \frac{M_1 \times V_1}{6V_2}$
= $\dots \text{mol dm}^{-3}$

जलीय परत के लिए तनुकरण विधि द्वारा 250 cm^3 $M/500$ $Na_2S_2O_3$ विलयन की तैयारी:

$$\frac{1}{5} \times V_{Na_2S_2O_3} = \frac{1}{500} \times 250$$

$$V_{Na_2S_2O_3} = \frac{\frac{1}{500} \times 250}{\frac{1}{5}} = 2.5 \text{ cm}^3$$

2.5 cm³ M/5 Na₂S₂O₃ को 250 cm³ आयतनी फ्लास्क में 247.5 cm³ आसुत जल में डालना चाहिए।

K_D वितरण (स्थिरांक) का निर्धारण

उपयोगी समीकरण : $K_D = \frac{[c_1(\text{org.})]}{[c_1(\text{aq.})]}$

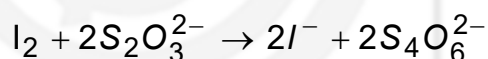
अभिकर्मक बोतल संख्या	$K_D = \frac{[c_1(\text{org.})]}{[c_1(\text{aq.})]}$
1	
2	
3	
4	
	माध्य $K_D = \underline{\hspace{2cm}}$

जलीय KI परत और कार्बनिक परत के I₂ का मोलरता आकलन :

उपयोगी समीकरण :

$$M_{I_2} \times V_{I_2} = M_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}$$

$$M_{I_2} = \frac{M_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}}{V_{I_2}}$$



1 मोल 2 मोल

1/2 मोल 1 मोल

अभिकर्मक बोतल संख्या	कार्बनिक परत में मुक्त आयोडीन की सांद्रता $M_{I_2(\text{org})} = \frac{M_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}}{V_{I_2}}$ $M_{I_2} = \frac{1/50 \times V_b}{5}$	जलीय KI परत में मुक्त आयोडीन की सांद्रता $c_{I_2(\text{aq})} = \frac{K_D}{c_{I_2(\text{org})}}$ $C_2 = \frac{K_D}{C_1}$
5		
6		
7		
8		

जलीय KI परत में KI और KI₃ का मोलरता की आकलन :

अभिकर्मक बोतल संख्या	जलीय KI परत में (I ₂ + KI ₃) की सांद्रता $M_{(I_2+KI_3)} = \frac{M_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}}{V_{(I_2+KI_3)}}$ $M_{(I_2+KI_3)} = \frac{0.005 \times V_a}{25}$ $C_3 = M_{(I_2+KI_3)}$	जलीय KI परत में KI ₃ की सांद्रता = जलीय KI परत में (I ₂ + KI ₃) की सांद्रता-जलीय KI परत में मुक्त I ₂ की सांद्रता $C_4 = C_3 - C_2$	जलीय KI परत में KI की प्रारंभिक सांद्रता $C_5 = \frac{0.1 \times V_{KI}}{90}$	जलीय KI परत में मुक्त KI की सांद्रता $C_6 = C_5 - C_4$
5				
6				
7				
8				

1.3.6 परिणाम

K_D (परिकलित) का मान है

K_D साहित्य का मान 85.52 है

$$K_D = \frac{[C_{I_2}(\text{org.})]}{[C_{I_2}(\text{aq.})]}$$

(i) CCl₄ और जल के बीच I₂ का वितरण स्थिरांक, $K_D = \dots\dots\dots^3$

(ii) KI + I₂ → KI₃ समीकरण का साम्य स्थिरांक, $K = \dots\dots\dots \text{mol}^{-1} \text{dm}^3$

साम्य स्थिरांक (K) का निर्धारण

जलीय परत के लिए [I₂], [KI] और [KI₃] के साम्य मान दे कर, साम्य स्थिरांक का परिकलन किया जा सकता है।

$$[I_2] = C_2$$

$$[KI_3] = C_4$$

$$[KI] = C_6$$

$$\text{साम्य स्थिरांक} = K = \frac{[KI_3]}{[I_2][KI]}$$

$$K = \frac{C_4}{C_2 \times C_6}$$

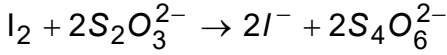
माध्य $K = \dots\dots\dots \text{mol}^{-1} \text{dm}^3$

जलीय परत में और कार्बनिक परत में I₂ के मोलरता की आकलन :

उपयोगी समीकरण :

$$M_{I_2} \times V_{I_2} = M_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}$$

$$M_{I_2} = \frac{M_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}}{V_{I_2}}$$



1 मोल 2 मोल

1/2 मोल 1 मोल

1.4 प्रयोग 1b: कॉपर आयन, Cu (II) और अमोनिया के बीच संकुल गठन का अध्ययन करना और वितरण विधि का उपयोग कर के संकुल के सूत्र का निर्धारण करना

1.4.1 सिद्धांत

वितरण विधि का उपयोग विलेय और विलायक के बीच संकुल रचना को अध्ययन करने के लिए किया जा सकता है। विभिन्न अभिक्रिया के यथार्थ साम्य सांद्रता को निर्धारित किया जा सकता है।

आइए हम (Cu(II) आयनों और NH₃ अणुओं के बीच की अभिक्रिया लें, जो गहरे नीले रंग के कुप्रामिन संकुल निर्माण करते हैं।



इस संकुल को अध्ययन करने के लिए, जल और CHCl₃ जैसे दो अमिश्रणीय विलायक को लिया जाता है। दो विलायक के बीच अमोनिया का वितरण गुणांक, K_D, के रूप में निर्धारित किया जाता है।

$$K_D = \frac{[c_{NH_3}(\text{org.})]}{[c_{NH_3}(\text{aq.})]} \quad \dots (1.13)$$

इसके बाद मानक HCl विलयन बनाम अनुमापन किया जाता है ताकि मुक्त अमोनिया की सांद्रता C₁, का आकलन कर सकें और वैसे CHCl₃ परत में मोल्स की संख्या n₁ भी आकलन करें। यदि शुरू में परतों में जोड़ा जाता अमोनिया की कुल संख्या n ज्ञात है, तब आप जलीय परत में अमोनिया के मोल्स की संख्या n₂ प्राप्त कर सकते हैं।

$$n_2 = n - n_1 \quad \dots (1.14)$$

K_D का निर्धारण करने के बाद, संकुल में NH₃ की सहसंयोजन संख्या निर्धारित करना है। यह तनु जलीय Cu(II) विलयन और CHCl₃ परत के बीच NH₃ के वितरण को अध्ययन

करके किया जा सकता है। मुक्त अमोनिया की सांद्रता, C_3 , और जलीय Cu(II) परत में NH_3 के मोल्स की संख्या, n_4 , इस प्रकार इसके वितरण गुणांक और $CHCl_3$ परत में NH_3 के मोल्स की संख्या का उत्पाद है।

$$K_D = \frac{n_{4(aq)}}{n_{3(org)}} \quad \dots (1.15)$$

$$n_4 = K_D \times n_3 \quad \dots (1.16)$$

अमोनिया की कुल संख्या के रूप में, N_T , शुरू में दो परतों में जोड़ा जाता है, संकुल रचना के लिए उपयोग किए जाने वाले अमोनिया के मोल की संख्या, $n_{complex}$ निर्धारित की जा सकती है:

$$n_{complex} = N_T - (n_3 + n_4) \quad \dots (1.17)$$

सहसंयोजन संख्या, संकुल में प्रयुक्त अमोनिया के मोल्स की संख्या और संकुल रचना के लिए Cu (II) के मोल्स की संख्या का अनुपात, x_i से प्राप्त किया जाता है और निम्नानुसार दिया जाता है :

$$x_i = \frac{n_{संकुल}}{\text{Cu(II)के मोल्स की संख्या}}$$

1.4.2 आवश्यकताएँ

उपकरण	रासायनिक वस्तुएँ
डाट वाली बोतल (200 cm ³)	6 अमोनिया विलयन (मोलर विलयन), $CHCl_3$
ड्रॉपर	1 आसुत जल
ब्यूरेट (50 cm ³)	1 HCl (0.05 M HCl)
आयतनी फ्लास्क (250 cm ³)	4 कॉपर धातु के आयनों की 0.1 मोलर विलयन
शंक्वाकार फ्लास्क (250 cm ³)	1 मिथाइल रेड (सूचक)
पिपेट (20 cm ³)	1
मापक सिलिंडर (10 cm ³)	1
आसुत जल के लिए धावन बोतल	1
तोल बोतल	1
कीप (छोटी)	1
आयतनी फ्लास्क (1000cm ³)	1
ब्यूरेट स्टैंड	1

सावधानी: लिकर अमोनिया की बोतल को बहुत सावधानी से आंखों से दूर खोला जाना चाहिए और बर्फ में पहले ठंडा करके उपयोग करें। यहां तक कि 1 M विलयन को पिपेट के साथ नहीं मापा जाना चाहिए। इससे मुंह में जलन और फेफड़ों में जलन हो सकती है।

1.4.3 कार्यविधि

अमोनिया विलयन को मानक रूप से 1 M स्टॉक (stock) विलयन को दस गुना तनु करके और इसे मानक HCl विलयन बनाम मिथाइल रेड सूचक के रूप में उपयोग कर के मानकीकृत करें।

(1) जल और CHCl_3 के बीच NH_3 के वितरण गुणांक (K_D) का निर्धारण।

(क) 1 M स्टॉक विलयन को तनु करके 0.75 M और 0.5 M अमोनिया विलयन तैयार करें।

अभिकर्मक बोतल संख्या	NH_3 की सांद्रता (M)	जलीय NH_3 के आयतन (cm^3)	CHCl_3 के आयतन (cm^3)
1	1.00	25	25
2	0.75	25	25
3	0.50	25	25

(ख) बोतलों को बंद करें और लगभग आधे घंटे के लिए जोर से हिलाएं और फिर बोतलों को तब तक खड़े रहने दें जब तक कि प्रत्येक बोतल की सामग्री दो अलग-अलग परतों में अलग हो जाए।

(ग) 250 cm^3 0.1 M HCl विलयन तैयार करें।

(घ) कार्बनिक परत का अनुमापन: 20 cm^3 CHCl_3 परत पिपेट करें और इसमें लगभग 200 cm^3 जल डालें। फिर मिथाइल रेड सूचक की 5 बूंदें डालें और अंत तक 0.5 M HCl विलयन बनाम अनुमापन करें, यानी पीले से लाल रंग में बदलाव होते और पाट्यांक लिख लें। इस पाट्यांक से, CHCl_3 परत में मुक्त अमोनिया की सांद्रता, n_1 निर्धारित की जाती है।

(ङ) तो, शुरू में दो परतों में जोड़ा कुल संख्या मोल्स n से, CHCl_3 परत में NH_3 के मोल्स की संख्या, अर्थात् n_1 , घटाकर जलीय परत में n_2 मोल्स की संख्या को निर्धारित किया जा सकता है।

(च) n_1 और n_2 के मान जानकर, CHCl_3 और H_2O में NH_3 के लिए वितरण गुणांक, K_D , का परिकलन किया जा सकता है।

$$K_D = \frac{n_{2(\text{aq})}}{n_{1(\text{org})}} \quad \dots (1.18)$$

पाट्यांक को प्रेक्षण सारणी I, II और III में लिख लें।

(2) सहसंयोजन संख्या 'x' निर्धारण करना

(क) निम्नलिखित मिश्रण को विभिन्न अभिकर्मक बोतलों में तैयार करें

अभिकर्मक बोतल संख्या	CHCl_3 के आयतन (cm^3)	1M जलीय NH_3 के आयतन (cm^3)	CuSO_4 के आयतन (cm^3)	CuSO_4 की सांद्रता (M)
4	75	25	25	0.1
5	75	25	25	0.08
6	75	25	25	0.06

- (ख) बोतलों को रोकें और लगभग आधे घंटे तक जोर से हिलाएं और फिर बोतलों को तब तक खड़े रहने दें जब तक कि प्रत्येक बोतल की सामग्री दो अलग-अलग परतों में अलग हो जाए।
- (ग) 250 cm^3 $0.1M$ HCl विलयन तैयार करें।
- (घ) कार्बनिक परत का अनुमापन: 50 cm^3 CHCl_3 परत पिपेट करें और इसमें लगभग 150 cm^3 जल डालें। फिर मिथाइल रेड सूचक की 5 बूंदें डालें और अंत तक $0.5 M$ HCl विलयन बनाम अनुमापन करें, यानी पीले से लाल रंग में बदलाव होते और पाठ्यांक लिख लें। इस पाठ्यांक से, CHCl_3 परत में मुक्त अमोनिया की सांद्रता, n_3 निर्धारित की जाती है।
- (ङ) तो, जलीय Cu(II) परत में NH_3 के मोल्स की संख्या n_4 वितरण गुणांक, K_D और CHCl_3 परत में NH_3 के मोल्स की संख्या n_3 से निर्धारित किया जा सकता है।

$$K_D = \frac{n_{4(\text{aq})}}{n_{3(\text{org})}} \quad \dots(1.19)$$

$$n_4 = K_D \times n_3 \quad \dots(1.20)$$

- (च) फिर, शुरू में दो परतों में जोड़ा गया अमोनिया के मोल्स की कुल संख्या का परिकलन करें। इससे संकुल रचना के लिए प्रयोग किए जाने वाले अमोनिया के मोल्स, $n_{\text{संकुल}}$ की संख्या निर्धारित की जा सकती है।

$$n_{\text{संकुल}} = N_{\text{NH}_3} - (n_3 + n_4) \quad \dots(1.21)$$

- (छ) फिर, Cu(II) आयनों के मोल्स की संख्या का परिकलन करें। संकुल रचना के लिए उपप्रयोग किए जाने वाले अमोनिया के मोल्स की संख्या और वर्तमान में Cu(II) के मोल्स की संख्या का अनुपात संकुल में सहसंयोजन संख्या, x , को देता है।

पाठ्यांक को प्रेक्षण सारणी IV, V, VI और VII में लिख लें।

1.4.4 प्रेक्षण

- (1) $1.0 M$ NH_3 विलयन की तैयारी।
- (2) $1.0 M$ NH_3 विलयन से $0.75 M$ और $1.50 M$ NH_3 विलयन तनुकरण विधि द्वारा तैयारी।
- (3) $0.1 M$ HCl विलयन की तैयारी।
- (4) H_2O और CHCl_3 परत के बीच NH_3 के K_D का निर्धारण।

(क) प्रेक्षण सारणी I

अभिकर्मक बोतल संख्या	CHCl ₃ के आयतन (cm ³)	NH ₃ की सांद्रता, C(M)	जलीय NH ₃ के आयतन, V(cm ³)	NH ₃ के मोल्स की कुल संख्या n = C(M) x V(cm ³)
1	25			
2	25			
3	25			

(ख) 0.1 M HCl व कार्बनिक CHCl₃ परत के बीच अनुमापन

प्रेक्षण सारणी II

अभिकर्मक बोतल संख्या	जलीय परत के ब्यूरेट पाठ्यांक		प्रयुक्त HCl के आयतन, V(cm ³)
	प्रारंभिक (V _i)	अंतिम (V _f)	
1			
2			
3			

प्रयुक्त HCl के आयतन = (V_{HCl})cm³ = V₁cm³

(ग) प्रेक्षण सारणी III

अभिकर्मक बोतल संख्या	ब्यूरेट पाठ्यांक (V _{HCl}) = V ₁ cm ³	कार्बनिक परत में NH ₃ की सांद्रता c _{NH₃} × V _{NH₃} = c _{HCl} × V _{HCl} c _{NH₃} = $\frac{01 \times (V_1)}{20}$ (M)	कार्बनिक परत में NH ₃ के मोल्स की संख्या = (कार्बनिक परत में NH ₃ की सांद्रता) × (मिश्रण में लिया कार्बनिक CHCl ₃ के आयतन) n ₁ = c _{NH₃} × V n ₁ = c _{NH₃} × $\frac{25}{1000}$	NH ₃ के मोल्स की कुल संख्या (n)	जलीय परत में NH ₃ के मोल्स की संख्या n ₂ = n - n ₁	वितरण गुणांक K _D = $\frac{n_2}{n_1}$
1						
2						
3						

माध्य K_D = -----

(क) प्रेक्षण सारणी IV

अभिकर्मक बोतल संख्या	CHCl ₃ के आयतन (cm ³)	जलीय NH ₃ के आयतन (cm ³)	NH ₃ के मोल्स की कुल संख्या M _{NH₃} = c _{NH₃} × V _{NH₃}
4	75	25	
5	75	25	
6	75	25	

(ख) प्रेक्षण सारणी V

अभिकर्मक बोतल संख्या	$\text{CuSO}_4, c_{\text{Cu}^{2+}} \text{ (M)}$ की सांद्रता	$\text{CuSO}_4, V_{\text{Cu}^{2+}} \text{ (cm}^3\text{)}$ के आयतन (cm ³)	$\text{CuSO}_4, n_{\text{Cu}^{2+}} \times V_{\text{Cu}^{2+}}$ के मोल्स की संख्या
4	0.1	25	
5	0.08	25	
6	0.06	25	

(ग) 0.1 M HCl व कार्बनिक CHCl_3 परत के बीच अनुमापन

प्रेक्षण सारणी VI

अभिकर्मक बोतल संख्या	जलीय परत के ब्यूरेट पाठ्यांक		प्रयुक्त HCl के आयतन (cm ³) $V_{\text{HCl}} = (V_f - V_i) \text{ cm}^3$ $= V_2 \text{ cm}^3$
	प्रारंभिक (V_i)	अंतिम (V_f)	
5			
6			
7			

प्रयुक्त HCl आयतन = $V_{\text{HCl}} = V_2 \text{ cm}^3$

(घ) प्रेक्षण सारणी VII

अभिकर्मक बोतल संख्या	ब्यूरेट पाठ्यांक (cm ³) $(V_{\text{HCl}}) = V_2 \text{ (cm}^3\text{)}$ $c_{\text{NH}_3} \text{ (org.)}$ $c_{\text{NH}_3} \text{ (org.)} \times V_{\text{NH}_3} \text{ (org.)} =$ $c_{\text{HCl}} \times V_{\text{HCl}}$ $c_{\text{NH}_3} \text{ (org.)} = \frac{0.1 \times (V_1)}{50}$	कार्बनिक परत में NH_3 के मोल्स की संख्या = (कार्बनिक परत में NH_3 की सांद्रता) \times (मिश्रण में लिया कार्बनिक CHCl_3 के आयतन) $n_3 = c_{\text{NH}_3} \times V = \frac{0.1 \times (V_2)}{50} \times \frac{75}{1000}$	जलीय परतमें NH_3 मोल्स की कुल संख्या (n) $n_4 = K_D \times n_3$	संकुल गठन के लिए प्रयुक्त NH_3 के मोल्स की संख्या $n_{\text{संकुल}} =$ $M_{\text{NH}_3} - (n_3 - n_4)$	सहसंयोजन संख्या $x = \frac{n_{\text{संकुल}}}{n_{\text{Cu}^{2+}}}$
1					
2					
3					

माध्य 'X' = -----

1.4.5 परिकलन

सहसंयोजन संख्या 'x' की परिकलन

1.4.6 परिणाम

कॉपर-अमोनिया के संकुल में कॉपर की सहसंयोजन संख्या, गैर-जलीय विलायक के रूप में क्लोरोफॉर्म का प्रयोग कर के निर्धारित की गई है(साहित्य मूल्य = 4)

इस प्रकार, वितरण विधि का प्रयोग करते हुए परिसर का सूत्र $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ है।

1.5 बोध प्रश्नों के उत्तर

1. भाग 1.2.2
2. समीकरण 1.3



शीतलन वक्र विधि द्वारा सरल यूटेक्टिक तंत्र के प्रावस्था आरेख का विनिर्माण

संरचना

2.1	प्रस्तावना	2.4	क्रिया-विधि
	उद्देश्य	2.5	प्रेक्षण
2.2	सिद्धांत	2.6	परिणाम
2.3	आवश्यकताएँ		

2.1 प्रस्तावना

पिछले प्रयोग में आपने वितरण विधि द्वारा संकलन साम्य का अध्ययन किया था। प्रस्तुत प्रयोग में आप एक द्विअंगी तंत्र (binary system) में ठोस-द्रव विषमांगी साम्य का अध्ययन करेंगे। यहां आप तापीय विश्लेषण (शीतलन वक्र) विधि द्वारा सरल यूटेक्टिक तंत्र के प्रावस्था आरेख के विनिर्माण बारे में सीखेंगे। आप, सरल यूटेक्टिक तंत्र के उदाहरण के रूप में नैपथलीन-बेन्जोइक अम्ल तंत्र को लेंगे व इसमें ठोस-द्रव साम्य का अध्ययन करेंगे तथा इसके लिए प्रावस्था आरेख का विनिर्माण करेंगे। ठोस-द्रव साम्य का अध्ययन इसलिए महत्वपूर्ण होता है क्योंकि यह मिश्रधातु बनने तथा क्रिस्टलीकरण (शुद्धिकरण) की प्रक्रियाओं के बारे में महत्वपूर्ण जानकारी प्रदान करता है।

अगले प्रयोग में आप फिनॉल-जल तंत्र के लिए क्रांतिक विलयन ताप के निर्धारण का अध्ययन करेंगे।

उद्देश्य

इस प्रयोग का अध्ययन करने व इसे करने के बाद, आप:

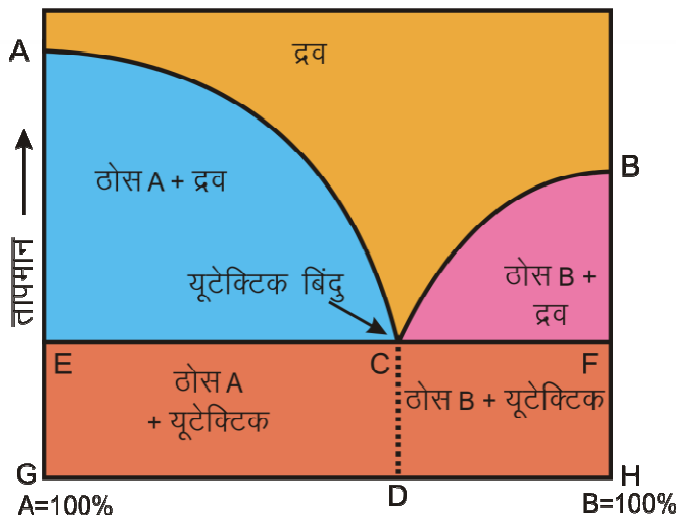
- ❖ सरल यूटेक्टिक तंत्र को परिभाषित कर सकेंगे व इसका महत्व बता सकेंगे;
- ❖ द्वि-घटकीय तंत्रों में प्रावस्था साम्य के अध्ययन के लिए तापीय विश्लेषण (शीतलन वक्र) विधि की व्याख्या कर सकेंगे;

- ❖ शीतलन वक्र को परिभाषित कर सकेंगे तथा इसमें प्रेक्षित विच्छेद तथा विराम का महत्व बता सकेंगे।
- ❖ नैफथलीन तथा बेन्जोइक अम्ल तंत्र के विभिन्न संघटनों वाले मिश्रणों के गलितों के शीतलन के लिए ताप-समय आंकड़े प्रेक्षित कर सकेंगे;
- ❖ ताप-समय आंकड़ों के आधार पर नैफथलीन-बेन्जोइक अम्ल तंत्र के विभिन्न संघटनों के मिश्रणों के लिए शीतलन वक्र बना सकेंगे;
- ❖ शीतलन वक्रों से प्राप्त आंकड़ों के आधार पर नैफथलीन-बेन्जोइक अम्ल तंत्र के लिए प्रावस्था आरेख बना सकेंगे, तथा
- ❖ नैफथलीन-बेन्जोइक अम्ल तंत्र के लिए प्राप्त प्रावस्था आरेख में यूटेक्टिक बिंदु को पहचान सकेंगे तथा उसके संगत यूटेक्टिक तापमान तथा संघटन को बता सकेंगे।

2.2 सिद्धांत

प्रावस्था आरेख मूलतः दी गई परिस्थितियों में किसी विषमांगी तंत्र में उपस्थित साम्यों की प्रकृति का आरेखिक निरूपण होता है। एकल-घटक तंत्रों में यह किसी शुद्ध पदार्थ के लिए दिए गए ताप व दाब पर तंत्र में विद्यमान विभिन्न प्रावस्थाओं की संख्या दर्शाता है। दूसरी ओर ठोस-द्रव साम्य दर्शाते द्वि-घटकीय तंत्रों में यह दिए गए ताप व संघटन की परिस्थितियों में साम्य में उपस्थित प्रावस्थाओं की प्रकृति तथा संघटन को दर्शाता है।

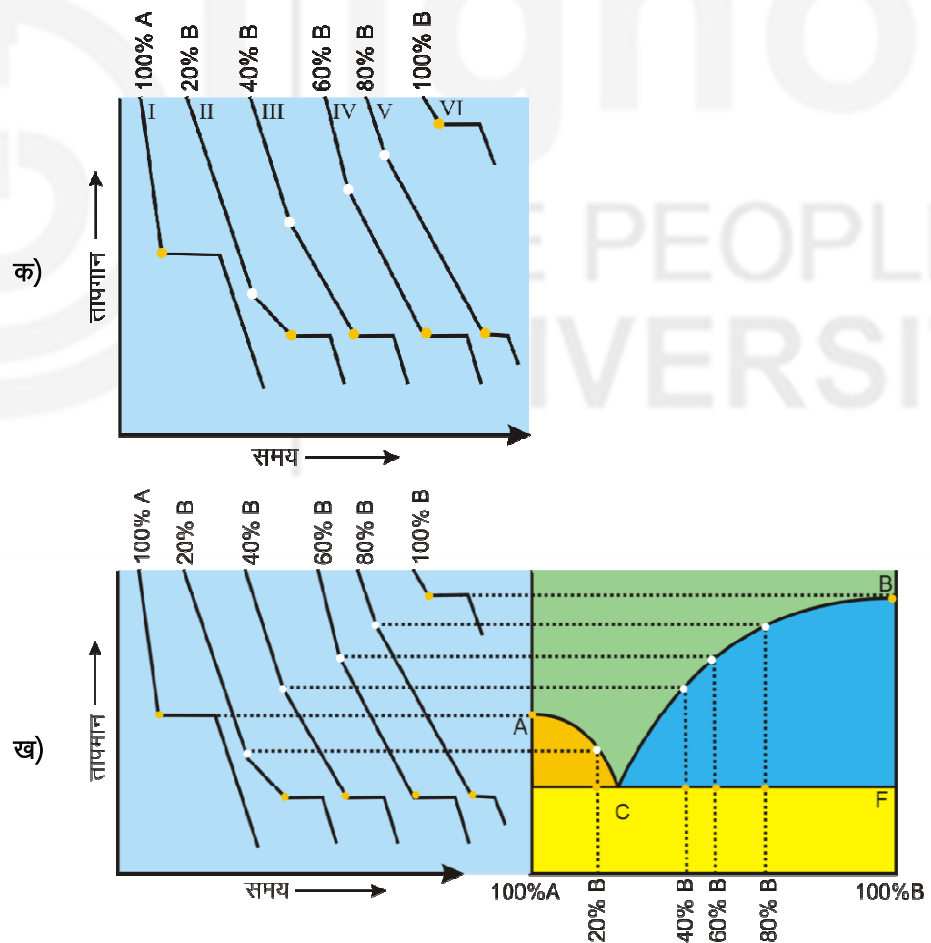
नैफथलीन तथा बेन्जोइक अम्ल एक ऐसा विषमांगी तंत्र बनाते हैं जिसके संघटक द्रव अवस्था में पूर्णतः मिश्रणीय होते हैं तथा ठोस अवस्था में पूर्णतः अमिश्रणीय होते हैं। यह एक सरल-यूटेक्टिक तंत्र का उदाहरण है जिसमें घटकों के एक निश्चित संघटन का मिश्रण निश्चित ताप पर पिघलता (अथवा जमता) है। यह ताप दो घटकों के व्यक्तिगत गलनांकों अथवा उनके किसी अन्य संघटन के मिश्रण के गलनांक से कम होता है। घटकों का यह संघटन **यूटेक्टिक संघटन** कहलाता है तथा इसके संगत ताप **यूटेक्टिक ताप** कहलाता है। ऐसे में (अर्थात् यूटेक्टिक संघटन के लिए) साम्य अवस्था में ठोस तथा द्रव प्रावस्था का संघटन एक समान होता है। सरल यूटेक्टिक तंत्र के लिए एक प्ररूपी T-c आरेख का व्यवस्थात्मक निरूपण चित्र 2.1 में दिया गया है। इसकी व्याख्या के लिए कृपया बी.सी.एच.सी.टी.-135 पाठ्यक्रम की इकाई 4 को देखें।



चित्र 2.1: सरल यूटेक्टिक तंत्र (A-B) के लिए प्रावस्था आरेख का व्यवस्थात्मक निरूपण

सरल यूटेक्टिक तंत्र के लिए प्रावस्था आरेख को बनाने के लिए हमें विभिन्न तापमानों पर साम्य में उपस्थित प्रावस्थाओं की प्रकृति तथा दो घटकों के विभिन्न संघटनों के मिश्रणों के लिए संक्रमण तापमानों की जानकारी चाहिए। क्योंकि ऐसे तंत्रों में प्रावस्था संक्रमणों के संगत एन्थैल्पी परिवर्तन उच्च होते हैं इसलिए इनका तापीय विश्लेषण विधि अथवा शीतलन वक्र विधि द्वारा सरलतापूर्वक अनुसरण किया जा सकता है। इस विधि में दो घटकों के विभिन्न संघटनों वाले मिश्रणों को गर्म कर पिघला लिया जाता है और प्राप्त गलितों को धीरे-धीरे ठंडा होने दिया जाता है। मिश्रण के ताप को समयानुसार मापा जाता है तथा प्रेक्षित आंकड़ों को फिर विभिन्न प्रावस्था परिवर्तनों के संगत तापमानों को दर्शाते शीतलन वक्रों के रूप में आरेखित कर लिया जाता है। इन शीतलन वक्रों के आधार पर विभिन्न संघटनों के मिश्रणों के लिए प्रेक्षित संक्रमण तापमानों को संगत संघटनों के अनुरूप आरेखित कर प्रावस्था आरेख का विनिर्माण किया जाता है।

इस प्रयोग में नैफथलीन-बेन्जोइक अम्ल तंत्र के लिए प्रावस्था आरेख बनाने के लिए हम शुद्ध नैफथलीन व बेन्जोइक अम्ल के विभिन्न संघटनों के संगत मिश्रण बनाएंगे। इन मिश्रणों का संघटन शुद्ध नैफथलीन से शुद्ध बैन्जोइक अम्ल तक परिवर्तित किया जाएगा। फिर इन मिश्रणों को एक-एक कर गर्म करके पिघला लिया जाएगा। फिर इन गलितों को धीरे-धीरे ठंडा होने दिया जाएगा और समय के साथ-साथ तंत्र का ताप मापा जाएगा। प्रत्येक संघटन के लिए प्राप्त आंकड़ों को फिर शीतलन वक्र अर्थात् ताप-समय आरेख के रूप में आरेखित कर लिया जाता है। एक द्वि-घटकीय तंत्र (A-B) के लिए प्ररूपी शीतलन वक्रों का व्यवस्थात्मक निरूपण चित्र 2.2 क) में दिया गया है।



चित्र 2.2: क) एक द्वि-घटकीय तंत्र (A-B) के लिए शुद्ध घटकों व उनके मिश्रणों के शीतलन वक्रों का व्यवस्थात्मक निरूपण तथा ख) शीतलन वक्रों से प्रावस्था आरेख का विनिर्माण करना

विभिन्न मिश्रणों में प्रावस्था संक्रमणों को शीतलन वक्रों की ढलानों में परिवर्तनों (विच्छेदों) तथा स्थिर ताप क्षेत्रों (विरामों) के रूप में नोट कर लिया जाता है। शीतलन वक्रों में विच्छेद गलित में से अधिक मात्रा में उपस्थित ठोस के क्रिस्टलीकरण के कारण होते हैं। ये गलित में से ठोस के क्रिस्टलीकरण के समय होने वाले ऊष्मा उत्सर्जन के कारण प्राप्त होते हैं। ऐसे में ठोस व गलित साम्य में होते हैं तथा संघनित तंत्रों के प्रावस्था नियम के अनुसार तंत्र एकचर होता है। बेन्जोइक अम्ल के कम मोल प्रतिशत वाले मिश्रणों में पहले नैपथलीन क्रिस्टलीकृत होगी जबकि बेन्जोइक अम्ल के उच्च मोल प्रतिशत वाले मिश्रणों में बेन्जोइक अम्ल का पहले क्रिस्टलीकरण होगा।

शीतलन वक्रों में विराम तब प्राप्त होता है जब तंत्र एक विशिष्ट तापमान, जिसे यूटेक्टिक तापमान कहते हैं, पर पहुंच जाता है। ऐसे में दोनों घटक क्रिस्टलीकृत होने लगते हैं तथा तापमान स्थिर हो जाता है। ऐसे में तंत्र में तीन प्रावस्थाएं साम्य में होती हैं यानि दो ठोस व एक द्रव (अथवा गलित) इसलिए संघनित तंत्रों के प्रावस्था नियम के अनुसार तंत्र **निश्चर** होता है। आप पाएंगे कि विभिन्न मिश्रणों के शीतलन वक्रों में विराम एक ही तापमान पर प्रेक्षित होता है और यह मिश्रण के संघटन पर निर्भर नहीं करता है। ऐसा इसलिए होता है क्योंकि प्राप्त होने वाले ठोस (अर्थात् यूटेक्टिक मिश्रण) का संघटन सभी मिश्रणों में एक समान होता है। प्रावस्था आरेख के विनिर्माण के लिए दिए गए संघटन के लिए प्रेक्षित विच्छेद व विराम के संगत तापमानों को ताप-संघटन आरेख में उसी संघटन के अनुरूप आरेखित किया जाता है। तंत्र (A-B) के विभिन्न संघटनों वाले मिश्रणों के लिए प्राप्त शीतलन वक्रों से प्रावस्था आरेख प्राप्त करने की विधि को व्यवस्थात्मक रूप में चित्र 2.2 ख) में दिया गया है।

2.3 आवश्यकताएँ

उपकरण	रासायन
क्वथननली	1 नैपथलीन
परखनली	12 बेन्जोइक अम्ल
रबर कार्क (परखनली के लिए)	1 द्रव पैराफिन
रबर कार्क (क्वथननली के लिए)	1
थर्मामीटर (360°)	1
विलोडक	1
बीकर (250 cm ³) अथवा पैराफिन ऊष्मक	1
क्लैप तथा स्टैंड	1
बुंसेन बर्नर	1
तार जाली	1
त्रिपाद स्टैंड	1
विराम घड़ी	1

2.4 क्रियाविधि

इस प्रयोग के निम्नलिखित चार भाग हैं।

- (क) नैपथलीन तथा बेन्जोइक अम्ल के विभिन्न संघटनों के मिश्रण बनाना
- (ख) विभिन्न संघटनों वाले मिश्रणों के गलितों के शीतलन के लिए ताप-समय आंकड़े प्रेक्षित करना
- (ग) ताप-समय आंकड़ों के आधार पर शीतलन वक्र बनाना
- (घ) शीतलन वक्रों से प्रावस्था आरेख का विनिर्माण करना

आइए इनकी क्रियाविधि को जानें।

(क) नैपथलीन तथा बेन्जोइक अम्ल के विभिन्न संघटनों के मिश्रण बनाना

1. ग्यारह परखनलियों को लेकर उन्हें 1 से 11 तक चिह्नित/अंकित करें। वैकल्पिक तौर पर आप उन्हें निम्न सारणी की चौथी पंक्ति में दिए गए संघटन द्वारा भी चिह्नित कर सकते हैं।

क्रमसंख्या	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
नैपथलीन का द्रव्यमान / g	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0
बेन्जोइक अम्ल का द्रव्यमान/ g	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
संघटन / (m/m%) नैपथलीन	100	90	80	70	60	50	40	30	20	10	0

2. 1 से 11 तक अंकित परखनलियों में ऊपर सारणी में दिए अनुसार नैपथलीन तथा बेन्जोइक अम्ल को तोल लें (आपको निश्चित संघटन के तैयार मिश्रण दिए जा सकते हैं। ऐसे में दिए गए मिश्रणों का लगभग 10-10 g को अंकित संघटन के संगत परखनली में तोल लें।)

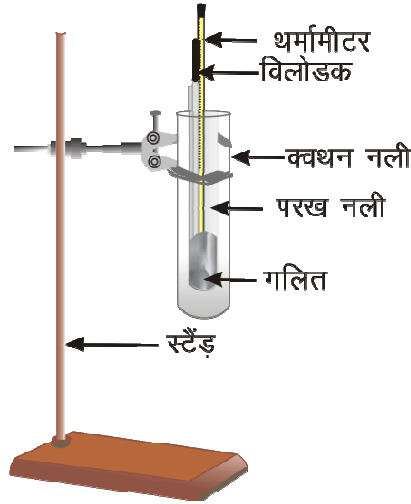
(ख) विभिन्न संघटनों के गलितों के शीतलन के लिए ताप-समय आंकड़े प्राप्त करना

नीचे दिए गए निर्देशों का पालन करते हुए आपने प्रेक्षणों को प्रेक्षण सारणी 2.1 में लिखें। (भाग 2.5)

1. 1 द्वारा अंकित पहली परखनली लें तथा इसे पैराफिन ऊष्मक (paraffin bath) में रखें। पैराफिन ऊष्मक बनाने के लिए पैराफिन को बीकर में लेकर बीकर को बुंसेन बर्नर पर रखे त्रिपाद स्टैंड (जिस पर तार जाली रखी हो) पर रख दें।
2. परखनली को गर्म करें तथा जब सारा ठोस पिघल जाए तो परखनली को बाहर निकाल कर फिल्टर पेपर से पोंछ लें तथा इसमें रबर कार्ड के बीच में विलोडक व थर्मामीटर लगा लें।
3. इस परखनली को रबर कार्ड की सहायता से क्वथन नली में चित्र 2.3 में दर्शाए अनुसार लगा लें। इस संयोजन को क्लैप की सहायता से लोहे के स्टैंड पर लगा लें।
4. गलित के तापमान को नोट कर विराम घड़ी को चला दें। मिश्रण को धीरे-धीरे हिलाते हुए ठंडा होने दें तथा प्रत्येक 1/2 मिनट के बाद

तापमान प्रेक्षित कर नोट करते रहें। यह प्रक्रिया तब तक जारी रखें जब तक संपूर्ण गलित ठोस ना बन जाए। अपने प्रेक्षणों को प्रेक्षण सारणी 2.1 में लिख लें।

5. चरण 1 से 4 को विभिन्न संघटनों सभी 11 मिश्रणों के लिए दोहराएं तथा अपने प्रेक्षणों को प्रेक्षण सारणी 2.1 में लिखें।



चित्र 2.3: नैपथेलीन-बेन्जोइक अम्ल तंत्र के शीतलन वक्र विधि द्वारा अध्ययन की प्रयोगात्मक व्यवस्था

(ग) ताप-समय आंकड़ों के आधार पर शीतलन वक्र बनाना

प्रेक्षण सारणी 2.1 में नोट किए आंकड़ों के आधार पर सभी संघटनों के लिए ताप (y-अक्ष) तथा समय (x-अक्ष) के बीच आरेख बनाएं। आप इन आरेखों को भाग 2.5 में दिए गए ग्राफ 2.1 में बना सकते हैं।

(घ) प्रावस्था आरेख का विनिर्माण

नीचे दिए गए निर्देशों का पालन करते हुए अपने प्रेक्षणों को भाग 2.5 में दी गई प्रेक्षण सारणी 2.2 में दर्ज कीजिए।

1. सभी संघटनों के लिए शीतलन वक्रों से आरंभिक ठोस बनने के संगत ताप (वक्र में विच्छेद) तथा दोनों ठोसों के गलित से अलग होने के संगत ताप (वक्र में विराम) को नोट कर सारणी 2.2 में लिख लें।
2. प्रेक्षण सारणी 2.2 में संकलित आंकड़ों से सभी संघटनों के संगत विच्छेदों तथा विरामों के तापों को भाग 2.5 में दिए गए ग्राफ 2.2 में आरेखित कर लें। विभिन्न संघटनों को x-अक्ष पर तथा उनके संगत विच्छेदों व विरामों के तापमानों को y-अक्ष पर अंकित करें।
3. चित्र 2.2 (ख) में दिए अनुसार विभिन्न विच्छेदों तथा विरामों को जोड़कर नैपथेलीन-बेन्जोइक अम्ल तंत्र के लिए प्रावस्था आरेख प्राप्त करें।

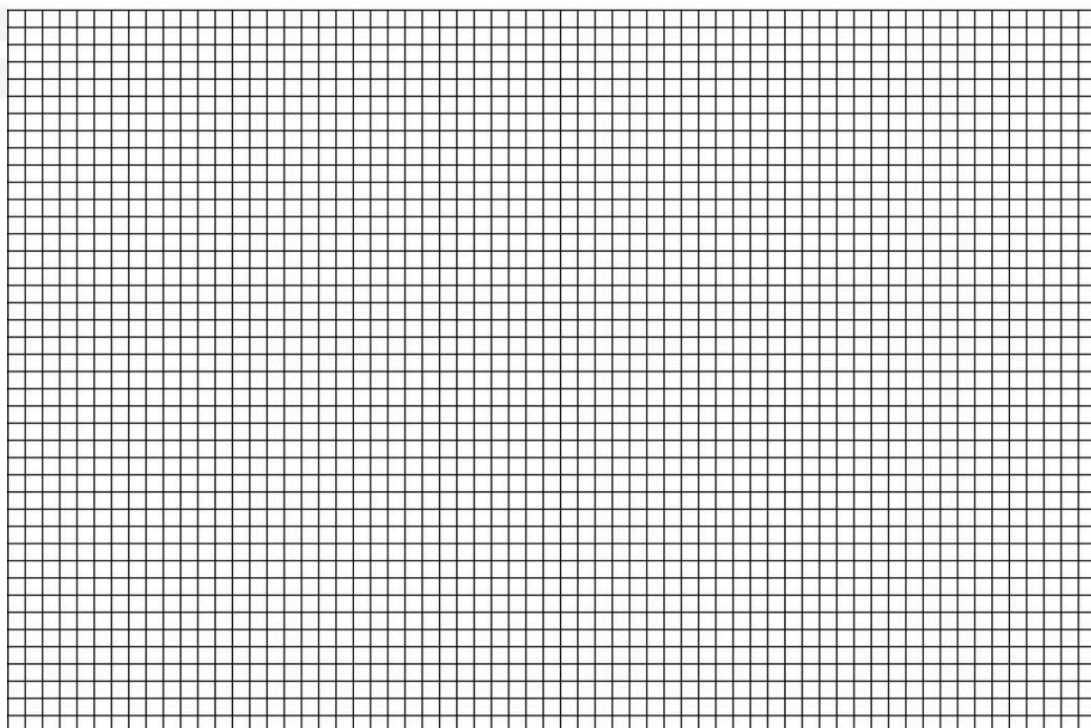
2.5 प्रेक्षण

विभिन्न संघटनों के लिए ताप-समय आंकड़ों पर अपने प्रेक्षणों को निम्नलिखित सारणी में नोट करें।

प्रेक्षण सारणी 2.1: विभिन्न संघटनों के मिश्रणों के लिए ताप-समय आंकड़े

मिश्रण संख्या समय/मिनट	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
0.5											
1.0											
1.5											
2.0											
2.5											
3.0											
3.5											
4.0											
4.5											
5.0											
5.5											
6.0											
6.5											
7.0											
7.5											
8.0											

ग्राफ 2.1: नैफथलीन-बेन्जाइक अम्ल तंत्र के विभिन्न संघटनों के लिए शीतलन वक्रों को यहां बनाएं (आवश्यकता पड़ने पर आप अतिरिक्त ग्राफ पेपर का उपयोग कर सकते हैं।)



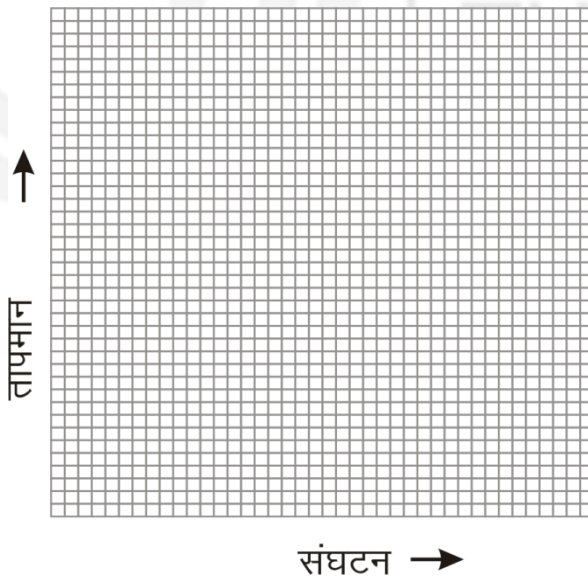
प्रेक्षण सारणी 2.2: विभिन्न संघटनों वाले मिश्रणों के शीतलन वक्रों में प्रेक्षित विच्छेदों व विरामों के संगत तापमानों का संकलन

मिश्रण की क्रमसंख्या	संघटन (नैपथलीन का द्रव्यमान %)	शीतलन वक्र में विच्छेद के संगत ताप/°C	शीतलन वक्र में विराम के संगत ताप/°C
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			

प्रावस्था आरेख का विनिर्माण

प्रेक्षण सारणी 2.2 में संकलित आंकड़ों का उपयोग करते हुए विभिन्न संघटनों (x-अक्ष) के संगत विच्छेदों व विरामों के तापमानों (y-अक्ष) को निम्नलिखित ग्राफ में अंकित कर प्रावस्था आरेख बनाएं।

ग्राफ 2.2



2.6 परिणाम

- (क) नैपथलीन-बंजोइक अम्ल सरल यूटेक्टिक तंत्र के लिए प्रावस्था आरेख प्राप्त किया तथा प्रेक्षित यूटेक्टिक ताप का मानपाया गया।
- (ख) यूटेक्टिक बिंदु के संगत संघटन इस प्रकार है:/m/m% (नैपथलीन)

सांद्रता के साथ फ़ीनॉल जल-तंत्र के पारस्परिक विलेयता ताप के परिवर्तन का अध्ययन करना और क्रांतिक विलयन ताप (सी.एस.टी.) का निर्धारण करना संरचना

प्रयोग की रूपरेखा

3.1 प्रस्तावना	3.5 प्रेक्षण
उद्देश्य	3.6 परिकलन
3.2 सिद्धांत	3.7 परिणाम
3.3 आवश्यकताएँ	3.8 अंत में कुछ प्रश्न
3.4 कार्यविधि	3.9 उत्तर

3.1 प्रस्तावना

पाठ्यक्रम बी.सी.एच.सी.टी. (BCHCT-135 Course) की इकाई 2 में आपने दो अंशतः मिश्रणीय द्रवों के क्रांतिक विलयन ताप और (critical solution temperature) और वितरण नियम (distribution law) के बारे में पढ़ा है।

आपने वितरण नियम पर आधारित दो प्रयोग अर्थात् प्रयोग 1 और प्रयोग 2 पहले कर लिए हैं। यह प्रयोग तथा अगला प्रयोग, प्रयोग 4 क्रांतिक विलयन ताप से संबंधित हैं। इस प्रयोग में, हम सांद्रता के साथ फ़ीनॉल जल-तंत्र के पारस्परिक विलेयता ताप के परिवर्तन का अध्ययन करेंगे और क्रांतिक विलयन ताप (सी.एस.टी.) का निर्धारण करेंगे।

उद्देश्य

इस प्रयोग को करने के बाद, आप

- ❖ क्रांतिक विलयन ताप की परिभाषा दे सकेंगे;
- ❖ ऐसे अंशतः मिश्रणीय द्रव युग्मों के उदाहरण दे सकेंगे जो उपरि, निम्न तथा उपरि और निम्न क्रांतिक विलयन ताप प्रदर्शित करते हों; और

- ❖ अंशतः मिश्रणीय द्रव युग्मों, जैसे फ़ीनॉल और जल के क्रांतिक विलयन ताप पर निर्धारण कर सकेंगे।

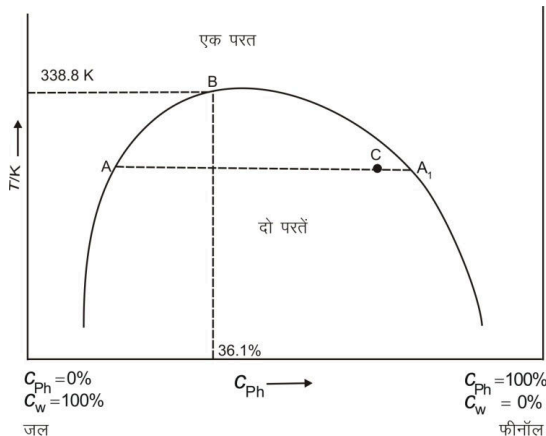
3.2 सिद्धांत

पाठ्यक्रम बी.सी.एच.सी.टी. (BCHCT-135 Course) पाठ्यक्रम की इकाई 2 में आपने पढ़ा कि कुछ द्रव्य-युग्म प्रत्येक संघटन में समांगी-विलयन नहीं बनाते हैं, ऐसे द्रव-युग्मों को *अंशतः मिश्रणीय द्रव* कहते हैं। किन्तु ताप को बढ़ाने अथवा घटाने से उनकी विलेयता में वृद्धि होने के कारण वे पूर्णतः मिश्रणीय हो जाते हैं। फ़ीनॉल और जल का उपयोग कर ऐसे द्रव-तंत्र की व्याख्या की जा सकती है।

जब सामान्य ताप पर जल में फ़ीनॉल की अल्प मात्रा मिलाई जाती है तो वह पूर्णतः घुल जाती है और एकल द्रव प्रावस्था प्राप्त होती है। किन्तु जब फ़ीनॉल को मिलाते जाते हैं और एक ऐसी अवस्था प्राप्त होती है जब फ़ीनॉल और अधिक नहीं घुलती है। इस अवस्था में दो प्रावस्थाएं अर्थात् दो द्रव परतें प्राप्त होती हैं—पहली फ़ीनॉल-संतृप्त जल की और दूसरी जल-संतृप्त फ़ीनॉल की। यदि फ़ीनॉल को मिलाना जारी रखें तो एक ऐसी अवस्था प्राप्त होती है, जब संपूर्ण उपस्थित जल के लिए फ़ीनॉल, विलायक का काम करती है और प्रावस्थाएं एक-दूसरे में विलीन होकर एकल प्रावस्था, अर्थात् फ़ीनॉल में जल का विलयन, बना लेती हैं। इस प्रकार, फ़ीनॉल और जल के समान आयतनों को परस्पर हिलाने से दो परतें प्राप्त होती हैं—पहली में जल में फ़ीनॉल का संतृप्त विलयन और दूसरी में फ़ीनॉल में जल का संतृप्त विलयन।

प्रयोगों द्वारा यह पाया गया है कि स्थिर ताप पर दो परतों का संघटन, यद्यपि एक-दूसरे से भिन्न होता है, किन्तु जब तक दो प्रावस्थाएं रहती हैं, स्थिर रहता है। एक-दूसरे के संपर्क में साथ-साथ पाए जाने वाले भिन्न संघटनों के ऐसे विलयनों को **संयुग्मी-विलयन (conjugate solutions)** कहते हैं।

फ़ीनॉल अथवा जल की अल्प मात्रा मिलाने से दो परतों का आयतन बदल जाता है किन्तु उनके संघटन नहीं बदलते। जब ताप में वृद्धि की जाती है, तो उनके व्यवहार में कोई परिवर्तन नहीं होता है, केवल उन दो प्रावस्थाओं की पारस्परिक विलेयता बढ़ जाती है। जब ताप 338.8 K हो जाता है तो परतों का संघटन समान हो जाता है और दो द्रव पूर्णतया मिश्रणीय हो जाते हैं, अर्थात् 338.8 K ताप पर और उसके ऊपर, फ़ीनॉल और जल सभी अनुपातों में एक-दूसरे में घुल जाते हैं और मिलाने पर एक द्रव परत बनाते हैं। ताप के साथ जल और फ़ीनॉल की पारस्परिक विलेयता में परिवर्तन को चित्र 3.1 में दिखाया गया है।



चित्र 3.1: फ़ीनॉल-जल तंत्र ;C_{Ph} फ़ीनॉल के संघटन और C_w जल के संघटन को व्यक्त करता है।

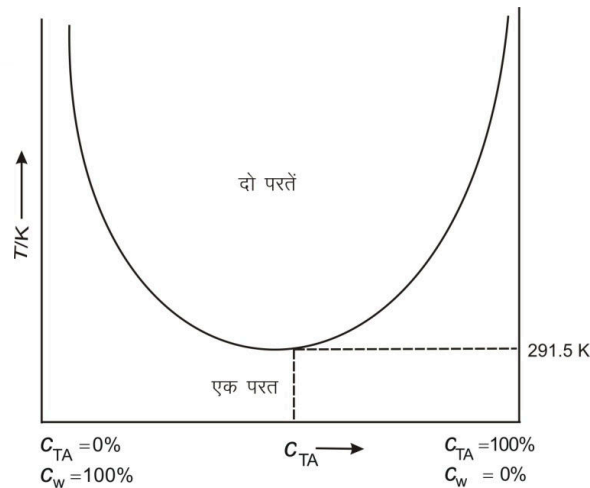
किसी विशेष ताप पर, माना 325 K पर, बिन्दु A जल-समृद्ध परत के संघटन को और बिन्दु A₁ फीनॉल-समृद्ध परत के संघटन को व्यक्त करता है जो कि A के साथ साम्यावस्था में है। इन संघटनों के बीच सभी मिश्रण A और A₁ संघटन की दो परतें बनाएंगे। इन संघटनों से भिन्न संघटनों वाले दो द्रव 325 K पर परस्पर विलेय होते हैं। 338.8 K के नीचे अन्य तापों पर भी ऐसा ही व्यवहार दिखाई देता है। अतः हम यह निष्कर्ष निकाल सकते हैं कि गुंबद आकार (dome-shaped) का क्षेत्र दो प्रावस्थाएं प्रदर्शित करता है और गुंबद के बाहर का क्षेत्र एक द्रव प्रावस्था को प्रदर्शित करता है। बिंदु B के संगत ताप को, अर्थात् उस ताप को जिस पर विलेयता पूर्ण हो जाती है, **क्रांतिक विलयन ताप** (critical solution temperature—सी. एस. टी.) अथवा **संविलेय ताप** (consolute temperature) कहते हैं।

क्योंकि तापवृद्धि के साथ फीनॉल और जल की परस्पर विलेयता बढ़ जाती है, अतः क्रांतिक विलयन ताप वक्र के शीर्ष पर होता है। इसलिए कहा जाता है कि इस प्रकार के विलयनों के **उपरि** क्रांतिक विलयन ताप अथवा संविलेय ताप होता है। इस प्रकार, फीनॉल-जल तंत्र के लिए क्रांतिक विलयन ताप 338.8 K है। 338.8 K पर और उसके ऊपर, फीनॉल और जल एक-दूसरे के साथ सभी अनुपातों में पूर्णतः मिश्रणीय होते हैं। इस ताप पर, विलयन का संघटन 36.1% फीनॉल और 63.9% जल होता है। किसी बिन्दु C पर, दो पृथक परतों का आपेक्षिक भार इस संबंध द्वारा व्यक्त किया जा सकता है:

यहाँ हम A और A₁ बिंदुओं को मिलाने से प्राप्त रेखा जिसे टाइ रेखा कहते हैं पर उपस्थित C बिंदु पर विचार करेंगे। अतः किसी बिंदु C पर दो अलग परतों में उपस्थित सापेक्ष मात्रा को निम्नलिखित संबंध द्वारा व्यक्त किया जा सकता है।

$$\frac{\text{परत A का द्रव्य मान}}{\text{परत A}_1 \text{ का द्रव्य मान}} = \frac{A_1 C}{AC} \quad \dots (3.1)$$

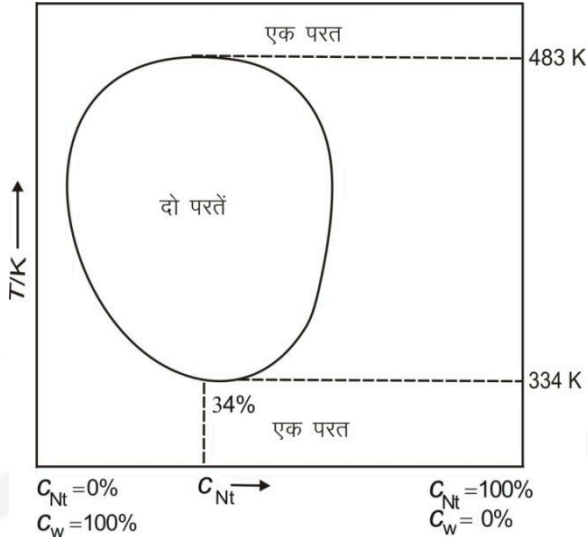
ट्राइएथिल ऐमीन-जल आदि कुछ ऐसे द्रव-युग्म हैं जिनकी पारस्परिक विलेयता ताप-वृद्धि के साथ घट जाती है और ताप घटने से पारस्परिक विलेयता बढ़ जाती है। संविलेय ताप के नीचे दो द्रव सभी अनुपातों में पूर्णतः मिश्रणीय होते हैं। ऐसे तंत्रों के संविलेय ताप कम होते हैं। ताप के साथ ट्राइएथिल ऐमीन और जल की पारस्परिक विलेयता के परिवर्तन को चित्र 3.2 में दिखाया गया है।



चित्र 3.2: ट्राइएथिल ऐमीन-जल तंत्र ; C_{TA} ट्राइएथिल ऐमीन के संघटन को व्यक्त करता है।

291.5 K से ऊपर ट्राइएथिल ऐमीन और जल को मिलाकर हिलाने से दो परतें बनती हैं, किन्तु इस ताप के नीचे दोनों एक-दूसरे के साथ सभी अनुपातों में पूर्णतया मिश्रणीय होते हैं।

निकोटीन-जल आदि कुछ द्रव-युग्म उपरि संविलेय ताप और निम्न संविलेय ताप, दोनों को प्रदर्शित करते हैं। ये द्रव-युग्म एक निश्चित ताप से ऊपर (उपरि संविलेय ताप से ऊपर) और एक निश्चित ताप से नीचे (निम्न संविलेय ताप से नीचे) पूर्णतया मिश्रणीय होते हैं। ताप के साथ निकोटीन और जल की पारस्परिक विलेयताओं में परिवर्तन को चित्र 3.3 में दिया गया है।



चित्र 3.3: निकोटीन-जल तंत्र; C_{Nt} निकोटीन के संघटन को व्यक्त करता है।

बंद क्षेत्र में, द्रव केवल अंशतः मिश्रणीय है जबकि बंद क्षेत्र के बाहर वे पूर्णतया मिश्रणीय होते हैं। उपरि और निम्न संविलेय तापों का संगत संघटन समान होता है जिसमें 34% निकोटीन होता है।

सारणी 3.1 में कुछ द्रव-युग्मों के संविलेय ताप दिए गए हैं, दो घटकों को A और B द्वारा व्यक्त किया गया है।

सारणी 3.1: कुछ द्रव-युग्मों के संविलेय ताप

घटक		संविलेय ताप / K	
A	B	ऊपरि	निम्न
जल	फ़ीनॉल	338.8	—
ऐनिलीन	हैक्सेन	333.6	—
मेथेनॉल	कार्बन डाइसल्फाइड	323.5	—
जल	डाइएथिल ऐमीन	—	316
जल	ट्राइएथिल ऐमीन	—	291.5
जल	निकोटीन	483	334
ग्लिसरॉल	मेटर-टॉलूडीन	393	280

बोध प्रश्न 1

रिक्त स्थानों में उपयुक्त शब्द लिखिए:

- i) साम्यावस्था में दो द्रव-परतों को विलयन कहते हैं।
- ii) जिस ताप पर दो अंशतः मिश्रणीय द्रव, सर्वप्रथम सभी अनुपातों में मिश्रणीय हो जाते हैं उसे ताप कहते हैं।
- iii) क्रांतिक विलयन ताप को ताप भी कहते हैं।

अब आप जानते हैं कि फीनॉल और जल, अंशतः मिश्रणीय द्रव युग्म बनाते हैं जिसका उपरि सी.एस.टी. होता है। हमारा इस प्रयोग का उद्देश्य इस तंत्र का सी.एस.टी. निर्धारित करना है।

यहाँ हम इस प्रयोग में, फीनॉल और जल के विभिन्न मिश्रणों के मिश्रणीयता तापों को निर्धारित करेंगे। तत्पश्चात् मिश्रण के प्रतिशत संघटन को x -अक्ष में और मिश्रणीयता ताप y -अक्ष में लेकर ग्राफ आलेखित किया जाता है। गुम्बदाकार वक्र में सर्वोच्च बिन्दु का संगत ताप, तंत्र का सी.एस.टी. होता है।

3.3 आवश्यकताएँ

उपकरण

1	बीकर 250 cm ³	1
2	क्वथन नलियाँ	5
3	ब्यूरेट	2
4	बर्नर	1
5	कॉर्क	1
6	अंशांकित पिपेट 10 cm ³	1
7	थर्मामीटर 100°	1
8	तार जाली	1
9	तार विलोडक	1

संभार विलयन बनाने के लिए प्रत्येक 80 g फीनॉल में 20 g आसुत जल मिलाया जाता है।

उपलब्ध संभार विलयन

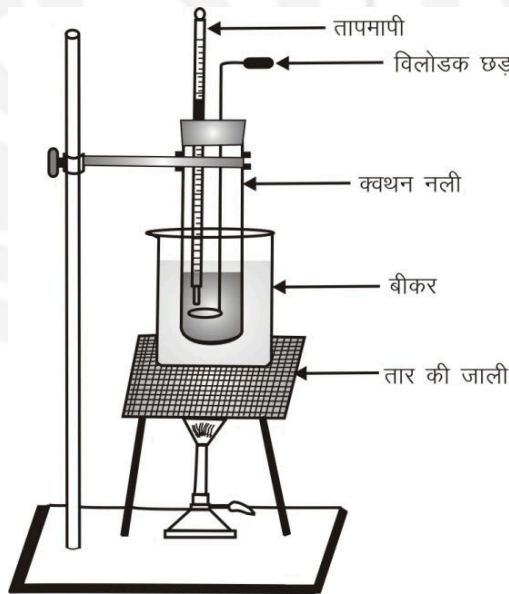
फीनॉल 80% (द्रव्यमान/द्रव्यमान)

3.4 क्रियाविधि

1. दो स्वच्छ ब्यूरेट ले लीजिए—एक फीनॉल विलयन के लिए और दूसरा आसुत जल के लिए। पांच क्वथन नलियां लीजिए और उन पर 1 से 5 तक संख्या लिख दीजिए।
2. उसके बाद, क्वथन नलियों में फीनॉल और जल के निम्नलिखित मिश्रण तैयार कीजिए:

क्वथन नली संख्या	1	2	3	4	5
80% फीनॉल विलयन (cm ³)	10.0	9.0	8.0	7.0	6.0
जल (cm ³)	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0
% फीनॉल (द्रव्यमान/द्रव्यमान)	80	72	64	56	48

3. क्वथन-नली में विलयन संख्या 1 लीजिए।
4. कॉर्क से होते हुए तार विलोडक और थर्मामीटर को क्वथन नली में स्थित करें और क्वथन-नली को जल-बाथ में रखिए। थर्मामीटर को बल्ब को फीनॉल-जल मिश्रण में डूबना चाहिए। बाथ में जल की सतह, क्वथन-नली में मिश्रण की सतह से 1 cm ऊपर होनी चाहिए, देखिए (चित्र 3.4)।



चित्र 3.4: मिश्रणीयता-ताप का निर्धारण।

5. क्वथन-नली में फीनॉल-जल मिश्रण की दो परतें प्राप्त हो सकती हैं। मिश्रण को तार-विलोडक से विलोडित करें। उससे नली में धुंधलापन और आविलता उत्पन्न हो सकते हैं।
6. मिश्रण को लगातार विलोडित करते हुए बाथ के ताप में धीरे-धीरे वृद्धि करें। जिस ताप पर धुंधलेपन का अंतिम अवशेष समाप्त हो जाए उसे नोट कर लीजिए (सारणी 3.2)।

7. अब बर्नर हटा दीजिए और फिर स्वच्छ विलयन को विलोडित करते हुए धीरे-धीरे ठंडा होने दीजिए। जिस ताप पर धुंधलापन पुनःप्राप्त होता है उसे नोट कर लीजिए।

8. ये दो ताप लगभग समान होने चाहिए। इनका औसत मिश्रण का **मिश्रणीयता ताप** कहलाता है। मिश्रण को परखनली 1 में स्थानांतरित कर दीजिए।

यदि फीनॉल-जल के मिश्रण की दो परतें प्राप्त न हों, तो इसका अर्थ है कि इस मिश्रण का मिश्रणीयता ताप, सामान्य ताप से कम है। इस मिश्रण को हिमशीतित जल से ठंडा कर लीजिए। मिश्रण को विलोडित करते रहिए। जिस ताप पर धुंधलापन उत्पन्न हो जाए उसे नोट कर लीजिए। मिश्रण को इस ताप से 4-5° नीचे तक ठंडा करें और उसके बाद शीत-बाथ को हटा दीजिए। मिश्रण को स्वतः गरम होने दीजिए और जिस ताप पर धुंधलापन समाप्त हो जाए उसे नोट कर लीजिए। दो तापों को औसत लें। यही मिश्रण का **मिश्रणीयता ताप** है।

9. इसी प्रकार, क्वथन नलियों 1 से 5 में लिए गए प्रत्येक मिश्रण का मिश्रणीयता ताप ज्ञात कर लीजिए और प्राप्त मानों को सारणी 3.2 में नोट कर लीजिए।

10. अब क्वथन नलियों 1 से 5 में लिए गए मिश्रणों में जल की समान मात्राएं (अर्थात् 10 cm³) मिलाकर तनु कर लीजिए। इस प्रकार, पांच अन्य मिश्रण (संख्या 6-10) प्राप्त हो जाएंगे जिनमें फीनॉल की मात्रा क्रमशः 40,36,32,28 और 24% होगा।

11. इनके भी मिश्रणीयता ताप ज्ञात कीजिए और प्राप्त मानों को सारणी 3.2 में नोट कर लीजिए।

प्रयोग के बाद, सब मिश्रणों को प्रयोगशाला में रखी एक बोतल में डाल दीजिए जिसमें से प्रभाजी आसवन द्वारा फीनॉल को पुनः प्राप्त किया जा सकता है।

3.5 प्रेक्षण

कक्ष ताप =.....°C

सारणी 3.2: % संघटन-मिश्रणीयता आप आंकड़े

Sl.No.	% फीनॉल	मिश्रणीयता ताप/°C		
		टाविलता प्रकट	टाविलता लुप्त	औसत
1	80			
2	72			
3	64			
4	56			
5	48			
6	40			
7	36			
8	32			
9	28			
10	24			

3.6 परिकलन

मिश्रण के प्रतिशत संघटन को x -अक्ष और मिश्रणीयता ताप को y -अक्ष में लेकर एक ग्राफ़ आलेखित कीजिए। बिन्दुओं को मिलाकर एक वक्र खींचिए। वक्र के उच्चतम बिन्दु को नोट कर लीजिए। ग्राफ़ की सहायता से उच्चतम बिन्दु पर मिश्रण का ताप और संघटन पढ़ लीजिए। ग्राफ़ में उच्चतम बिन्दु का ताप फ़ीनॉल-जल तंत्र का क्रांतिक विलयन ताप होता है।

3.7 परिणाम

फ़ीनॉल-जल तंत्र का क्रांतिक विलयन ताप (सी.एस.टी.) =°C

सावधानियाँ

1. फ़ीनॉल अत्यंत विषैला और तीव्र दाहक पदार्थ है। उससे त्वचा पर कष्टदायक छाले हो जाते हैं। इसलिए उसे अत्यंत सावधानी के साथ प्रयोग करना चाहिए।
2. यदि संयोगवश शरीर का कोई हिस्सा फ़ीनॉल के संपर्क में आ जाए तो पर्याप्त जल से धोकर वैसलीन या त्वचा पर लगाने वाली क्रीम लगा लीजिए।

3.8 अंत में कुछ प्रश्न

1. i) तंत्र का निचला क्रांतिक विलयन ताप होता है।
ii) तंत्र के उपरि और निचले दोनों क्रांतिक ताप होते हैं।

3.9 उत्तर

बोध प्रश्न

1. i) संयुग्मी
ii) क्रांतिक विलयन या संविलेय
iii) संविलेय

अंत में कुछ प्रश्न

1. i) ट्राइएथिलऐमीन-जल
ii) निकोटिन-जल

फीनॉल-जल तंत्र के क्रांतिक विलयन ताप (सी.एस.टी.) पर उपद्रव्यों के प्रभाव का अध्ययन करना

प्रयोग की रूपरेखा

4.1 प्रस्तावना	4.5 प्रेक्षण
उद्देश्य	4.6 परिकलन
4.2 सिद्धांत	4.7 परिणाम
4.3 आवश्यकताएँ	4.8 बोध प्रश्न
4.4 कार्यविधि	4.9 उत्तर

4.1 प्रस्तावना

पिछले प्रयोग में आपने यह सीखा कि फीनॉल जल-तंत्र के क्रांतिक विलयन ताप का निर्धारण किस प्रकार किया जाता है।

आपने बी.सी.एच.सी.टी.-135 पाठ्यक्रम (BCHCT-135 course) की इकाई 2 में यह भी पढ़ा कि अपद्रव्य की अल्प मात्राओं की उपस्थिति से क्रांतिक विलयन ताप में बहुत अधिक परिवर्तन हो जाता है तथा क्रांतिक विलयन ताप के मानों में परिवर्तन प्रायः अपद्रव्य की सान्द्रता का रैखिक फलन होता है। इस प्रकार, अंशतः मिश्रणीय द्रव तंत्र के क्रांतिक विलयन ताप के मानों को मापकर उसमें उपस्थित अपद्रव्य की मात्रा निर्धारित की जाती है।

इस प्रयोग में आप फीनॉल-जल तंत्र के क्रांतिक विलयन ताप (सी.एस.टी.) पर अपद्रव्य (सोडियम क्लोराइड) के प्रभाव का अध्ययन करेंगे। आप क्रांतिक विलयन ताप विधि द्वारा किसी अज्ञात सांद्रता वाले NaCl के विलयन की सान्द्रता भी निर्धारित करेंगे।

उद्देश्य

इस प्रयोग को करने के बाद, आप

- ❖ क्रांतिक विलयन ताप पर अपद्रव्यों के प्रभाव का वर्णन कर सकेंगे; और
- ❖ क्रांतिक विलयन ताप विधि द्वारा किसी विलयन में अपद्रव्यों (NaCl) की सान्द्रता का निर्धारण कर सकेंगे।

4.2 सिद्धांत

आपने पढ़ा बी.सी.एच.सी.टी.-135 पाठ्यक्रम (BCHCT-135 course) की इकाई 2 में आपने पढ़ा कि अंशतः मिश्रणीय द्रव युग्म के सी.एस.टी. पर अपद्रव्यों का विशिष्ट प्रभाव होता है।

यदि कोई अपद्रव्य एक अथवा दोनों प्रावस्थाओं में घुला हो, तो उसकी उपस्थिति से क्रांतिक विलयन ताप मानों तथा सी.एस.टी. पर द्रव प्रावस्था के संघटन में परिवर्तन हो जाता है। यदि कोई पदार्थ दो में से केवल एक द्रव में विलेयशील हों, तो उसकी उपस्थिति से उपरि सी.एस.टी. में वृद्धि हो जाती है तथा निचला सी.एस.टी. कम हो जाता है।

जो पदार्थ दोनों द्रवों में विलेयशील होते हैं वे उपरि सी.एस.टी. को कम कर देते हैं और निचले सी.एस.टी. को बढ़ा देते हैं।

सोडियम क्लोराइड केवल जल में विलेयशील है, फीनॉल में नहीं। इसलिए उसकी उपस्थिति से फीनॉल-जल तंत्र के सी.एस.टी. में वृद्धि होनी चाहिए। यहाँ हम इस संकल्पना का प्रयोग द्वारा परीक्षण करेंगे।

इस प्रयोग में, हम फीनॉल और सोडियम क्लोराइड के जलीय विलयनों के भिन्न मिश्रणों के मिश्रणीयता ताप निर्धारित करेंगे। इसके बाद, NaCl की सान्द्रता और मिश्रणीयता ताप के बीच एक अंशशोधन (calibration) वक्र (सामान्यतया एक ऋजु रेखा) आलेखित करेंगे।

साथ ही, फीनॉल और अज्ञात सान्द्रता वाले NaCl विलयन के मिश्रण का मिश्रणीयता ताप भी निर्धारित करेंगे। उसके बाद, अंशशोधन वक्रसे अज्ञात सान्द्रता वाले NaCl की विलयन की सान्द्रता भी ज्ञात की जा सकती है।

प्रयोग को करने से पहले आप निम्नलिखित बोध प्रश्नों का उत्तर दे सकते हैं।

बोध प्रश्न 1

क्रांतिक विलयन ताप पर अपद्रव्य का क्या प्रभाव होता है? व्याख्या कीजिए।

बोध प्रश्न 2

किसी तंत्र का क्रांतिक विलयन ताप किस प्रकार प्रभावित होगा, यदि अपद्रव्य

- केवल एक द्रव में विलेय हो, और
- दोनों द्रवों में विलेय हो ?

4.3 आवश्यकताएँ

उपकरण

1.	बीकर 250 cm ³	1
2.	क्वथन नलियाँ	7
3.	ब्यूरेट	2
4.	बर्नर	1
5.	कॉर्क	1
6.	अंशाकित पिपेट	1
7.	थर्मामीटर 100°	1
8.	तार विलोडक	1
9.	तार जाली	1

फीनॉल विलयन को प्रयोग 3 में वर्णित-विधि के अनुसार तैयार किया जा सकता है। सोडियम क्लोराइड विलयन बनाने के लिए प्रत्येक 100 विलयन में 1 g NaCl घोला जाता है।

उपलब्ध संभार विलयन

1.	फीनॉल	80% (द्रव्यमान/द्रव्यमान)
2.	सोडियम क्लोराइड	1% (द्रव्यमान/आयतन)

4.4 कार्यविधि

- सात क्वथन नलियाँ लेकर उन पर 1 से 7 तक के अंक लिख दीजिए। ब्यूरेट की सहायता से क्वथन नली में 80% (द्रव्यमान/द्रव्यमान) फीनॉल विलयन के 5 cm³ मिलाइए।
- दूसरी ब्यूरेट की सहायता से 2 से 6 क्रमांक वाली क्वथन नलियों में 1% NaCl विलयन के क्रमशः 1,2,3,4 और 5 cm³ मिलाइए।
- क्रमांक 7 वाली क्वथन नली में अज्ञात सान्द्रता वाले NaCl विलयन के 5 cm³ मिलाइए।
- अब 1 से 5 क्रमांक की क्वथन नलियों में क्रमशः 5,4,3,2 और 1 cm³ आसुत जल मिलाइए। इससे प्रत्येक क्वथन नली में मिश्रण का आयतन 10 cm³ हो जाता है।
- प्रत्येक क्वथन नली 1 से 7 में लिए गए मिश्रण का प्रयोग 3 की भांति मिश्रणीयता ताप ज्ञात कीजिए। प्राप्त आंकड़ों को सारणी 4.1 में नोट कर लीजिए।

4.5 प्रेक्षण

सारणी 4.1: संघटन-मिश्रणीयता ताप आंकड़े

क्वथन नली संख्या	प्रयुक्त फीनॉल विलयन का आयतन)/ cm ³	प्रयुक्त 1% का आयतन)/ cm ³	प्रयुक्त आसुत-जल का आयतन)/ cm ³	जलीय विलयन में % NaCl	मिश्रणीयता ताप/ °C		
					आविलता लुप्त	आविलता प्रकट	औसत
1	5	0.0	5.0	0.0			
2	5	1.0	4.0	0.20			
3	5	2.0	3.0	0.40			
4	5	3.0	2.0	0.60			
5	5	4.0	1.0	0.80			
6	5	5.0	0.0	1.00			
7	5	5.0	0.0	अज्ञात			

4.6 परिकलन

अब सोडियम क्लोराइड के प्रतिशत को x -अक्ष पर और मिश्रणीयता ताप को y -अक्ष पर लेकर ग्राफ आलेखित कीजिए। ग्राफ से मिश्रणीयता ताप के संगत अज्ञात सान्द्रता वाले सोडियम क्लोराइड विलयन की सान्द्रता (प्रतिशत में) ज्ञात कीजिए। इसके लिए अंतर्वेशन (interpolation) विधि का उपयोग कीजिए।

4.7 परिणाम

सोडियम क्लोराइड केवल जल में विलेयशील है, फीनॉल में नहीं। इसलिए, वह फीनॉल-जल तंत्र के सी.एस.टी. में वृद्धि हुई।

अज्ञात सान्द्रता वाले विलयन में NaCl की सान्द्रता =%

सावधानियाँ

1. फीनॉल अत्यंत विषैला और तीव्र दाहक पदार्थ है। उससे त्वचा पर कष्टदायक छाले हो जाते हैं। इसलिए उसे अत्यंत सावधानी के साथ प्रयोग करना चाहिए।
2. यदि संयोगवश शरीर का कोई हिस्सा फीनॉल के संपर्क में आ जाए तो पर्याप्त जल से धोकर वैसलीन या त्वचा पर लगाने वाली क्रीम लगा लीजिए।

4.8 अंत में कुछ प्रश्न

1. फ़ीनॉल-जल तंत्र का क्रांतिक विलयन ताप निम्नलिखित को मिलाने पर किस प्रकार प्रभावित होगा?
 - i) नैफथलीन (जल में अविलेय परंतु फ़ीनॉल में विलेय)
 - ii) KCl (जल में विलेय परंतु फ़ीनॉल में अविलेय)
 - iii) सोडियम ओलिएट (जल और फ़ीनॉल दोनों में विलेय)
2. इस प्रयोग में, फ़ीनॉल-जल तंत्र का क्रांतिक विलयन ताप मिलाए गए अपद्रव्य (अर्थात् NaCl) की सान्द्रता के साथ किस प्रकार परिवर्तित हुआ? क्या आप देखी गई प्रवृत्तियों की व्याख्या कर सकते हैं?

4.9 उत्तर

बोध प्रश्न

1. यदि कोई अपद्रव्य एक अथवा दोनों प्रावस्थाओं में घुला हो तो उसकी उपस्थिति से क्रांतिक विलयन ताप मानों तथा सी.एस.टी. पर द्रव प्रावस्था संघटन में परिवर्तन हो जाता है।
2. यदि कोई पदार्थ दो में से केवल एक द्रव में विलेयशील हो तो उसकी उपस्थिति से उपरि सी.एस.टी. में वृद्धि हो जाती है तथा निचला सी.एस.टी. कम हो जाता है। दूसरी ओर यदि अपद्रव्य दोनों द्रवों में विलेयशील हो तब उपरि सी.एस.टी. कम हो जाएगा जबकि निचला सी.एस.टी. बढ़ जाएगा।

अंत में कुछ प्रश्न

1.
 - i) उपरि सी.एस.टी. बढ़ जाएगा।
 - ii) उपरि सी.एस.टी. बढ़ जाएगा।
 - iii) उपरि सी.एस.टी. घट जाएगा और निचला सी.एस.टी. बढ़ जाएगा।
2. प्रयोग में देखी गई वास्तविक प्रवृत्तियों को देते हुए उनकी उचित व्याख्या कीजिए।

pH-मापी प्रयोग करके दुर्बल अम्ल का वियोजन स्थिरांक का निर्धारण

प्रयोग की रूपरेखा

5.1	प्रस्तावना	5.5	प्रेक्षण
	उद्देश्य	5.6	परिकलन
5.2	सिद्धांत	5.7	परिणाम
5.3	आवश्यकताएँ	5.8	बोध प्रश्नों के उत्तर
5.4	कार्यविधि		

5.1 प्रस्तावना

पिछले प्रायोगिक पाठ्यक्रम में (BCHCL-132), हमने विभिन्न प्रकार के मात्रात्मक विश्लेषण पर चर्चा की है। इसके अलावा अम्ल-क्षारक अनुमापन को भी परिभाषित किया गया था। यहां अम्ल-क्षारक अनुमापन का विस्तृत विवरण आपको प्रयोग को समझने और निष्पादन करने में मदद करने के लिए किया जाता है जिसमें आप pH मापी का उपयोग करके दुर्बल अम्ल के वियोजन स्थिरांक का निर्धारण करेंगे।

आप कृपया पाठ्यक्रम BCHCL-132, इकाई 1 की पुनरावृत्ति करें जहां अनुमापनमिति से चर्चा की जा चुकी है। वैश्लेषिक प्रतिदर्शों में अम्लीय या क्षारकीय पदार्थों का निर्धारण के लिए अम्ल-क्षारक अनुमापन एक द्रुत तथा यथार्थ विधि है। अम्लों को अनुमापन के लिए प्रबल क्षारकीय अनुमापक जैसे, सोडियम हाइड्रॉक्साइड के मानक विलयन का प्रयोग किया जाता है। क्षारकों का अनुमापन में हाइड्रोक्लोरिक अम्ल या कुछ अन्य प्रबल अम्लीय अनुमापक के मानक विलयन का प्रयोग किया जाता है। सामान्य तौर पर, अम्ल-क्षारक अनुमापन में अंत्य बिंदु का पता सूचक के रंग परिवर्तन को देखकर लगाया जाता है। फिर भी और अधिक यथार्थ परिणामों के लिए, वैद्युतरसायनिक विधियाँ, जैसे, pH-मिति और चालकमिति को तुल्यता बिंदु को ज्ञात करने के लिए प्रयोग में लाई जाती हैं।

पहले हम अम्ल व क्षारक के मूल सिद्धांत और अम्ल-क्षारक अनुमापन के सिद्धांत पर चर्चा करेंगे। उसके बाद आपको उन प्रयोगों से परिचित कराया जाएगा जिनमें आप pH मापी का उपयोग करके (एक दुर्बल अम्ल) ऐसिटिक अम्ल के वियोजन स्थिरांक का निर्धारण करेंगे।

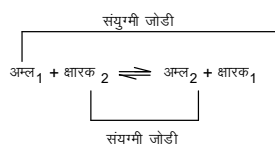
उद्देश्य

इस प्रयोग को करने के बाद, आप :

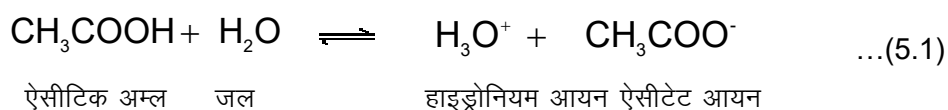
- ❖ अम्ल व क्षारक के वियोजन स्थिरांक (K_a, K_b) के परिकलन में उपयोग समीकरण व्युत्पन्न कर सकेंगे;
- ❖ दुर्बल अम्ल के संतुलन स्थिरांक और हाइड्रोजन आयन सांद्रता के बीच संबंध को अनुसरण कर सकेंगे;
- ❖ pH मापी वर्णन कर सकेंगे;
- ❖ pH अनुमापन वक्र की दिए गए दुर्बल अम्ल के वियोजन स्थिरांक का निर्धारण कर सकेंगे; और
- ❖ pH अनुमापन का प्रयोग करते हुए जो सावधानी लेनी चाहिए।

5.2 सिद्धांत

संयुग्मी अम्ल-क्षारक एक प्रोटॉन के लाभ या हानि से संबंधित हैं।



आपने पहले ही पाठ्यक्रम BCHCT-133, इकाई 7 में अम्ल और क्षारक के सिद्धांतों के बारे में अध्ययन कर लिया है। कृपया इसे पुनरावृत्ति के लिए इकाई (भाग 7.4) पर दोबारा गौर करें। यह आपको अम्ल-क्षारक अनुमापन के मूल सिद्धांत को समझने में मदद करेगा। आरेनियस (1884) के सिद्धांत पर चर्चा की गई है, जो कहता है कि अम्ल एक यौगिक है जो जल में प्रोटॉन, H^+ को विमोचित करता है तथा क्षारक ऐसे यौगिक के रूप में हो जो जल में OH^- आयन देता है। इस परिभाषा के कई सीमाएँ हैं। उदाहरणार्थ, यह परिभाषा केवल जलीय विलयनों पर लागू होती है। ब्रन्सटेड तथा लोरी (1923) सिद्धांत के अनुसार अम्ल एक प्रोटॉन दाता (donor) है और क्षारक प्रोटॉन ग्राही (acceptor) है। इस प्रकार यह जलीय और निर्जलीय दोनों विलयनों के लिए लागू होती है। लुईस (1938) की तीसरी परिभाषा में कहा गया है कि अम्ल एक ऐसा पदार्थ है जो इलेक्ट्रॉन युग्म ग्रहण कर सकता है और क्षारक इलेक्ट्रॉन युग्म दे सकता है। इसलिए अम्ल-क्षारक अवधारणा को कई कार्बनिक व अकार्बनिक अभिक्रियाओं के लिए भी किया जा सकता है जहां प्रोटॉन शामिल नहीं होते हैं। इन परिभाषाओं में से, हम पाते हैं कि ब्रन्सटेड-लोरी परिभाषा अम्ल-क्षारक अनुमापन को समझने के लिए उपयुक्त है। इस परिभाषा के अनुसार अम्ल व क्षारक आपस में अभिक्रिया करके क्रमशः संयुग्मी क्षारक (conjugate base) व संयुग्मी अम्ल (conjugate acid) देते हैं। उदाहरण के तौर पर ऐसिटिक अम्ल और जल अभिक्रिया करके निम्नलिखित अभिक्रिया देते हैं। यहां जल क्षारक है। हाइड्रोनियम आयन जल का संयुग्मी अम्ल है। ऐसिटेट आयन जो एक इलेक्ट्रॉन युग्म दान कर सकता है वह ऐसिटिक अम्ल का संयुग्मी क्षारक है।



ये अवधारणाएँ प्रयोग के सिद्धांत समझने के लिए उपयोगी होंगी। आगे बढ़ने से पहले, निम्नलिखित बोध प्रश्न का जवाब दें।

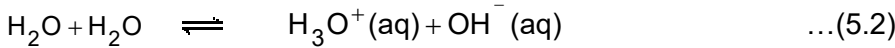
बोध प्रश्न 1

निम्नलिखित अभिक्रियाओं में संयुग्मी अम्ल-क्षारक जोड़ी को लेबल करें।

- (a) $\text{HI} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_3\text{O}^+ + \text{I}^-$
 (b) $\text{CO}_3^{2-} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{OH}^- + \text{HCO}_3^-$
 (c) $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_3\text{O}^+ + \text{CH}_3\text{COO}^-$
 (d) $\text{NH}_3 + \text{HCl} \rightleftharpoons \text{NH}_4^+ + \text{Cl}^-$

5.2.1 जल का आयनन तथा pH की संकल्पना

जल का स्वतः आयनन (autoionization) होता है, अर्थात्, जल के दो अणु आपस में अभिक्रिया करके हाइड्रोनियम व हाइड्रॉक्साइड आयन देते हैं; इस अभिक्रिया में एक अणु अम्ल और दूसरे क्षारक जैसा व्यवहार करते हैं, अर्थात्



पाठ्यक्रम BCHCT 133, भाग 7.5 में, जल का आयनी गुणनफल की चर्चा की गई है और इसे इस रूप में व्यक्त किया गया है:

$$K_w = [\text{H}_3\text{O}^+][\text{OH}^-] \quad \dots(5.3)$$

चूंकि $[\text{H}_3\text{O}^+][\text{OH}^-]$ आयनी सांद्रता का गुणनफल है, K_w को जल का आयनी गुणनफल (ionic product) कहा जाता है, यह जल का आयनन स्थिरांक (ionisation constant) या वियोजन स्थिरांक (dissociation constant) इसके मान के लिए सारणी 5.1 देखें।

इसलिए शुद्ध जल व सभी उदासीन विलयनों में,

$$[\text{H}^+] = [\text{OH}]^- = \sqrt{1 \times 10^{-14}} = 1 \times 10^{-7} \text{ mol dm}^{-3}$$

pH का संकल्पना

आपने यह देखा है कि अम्लता या क्षारकता को हाइड्रोजन आयन या हाइड्रॉक्साइड आयन की सांद्रता के रूप में अभिव्यक्त करना बहुत कठिन है। इन सांद्रताओं का मान अधिक से अधिक तथा कम से कम तक हो सकता है, उदाहरणार्थ, 10 mol dm^{-3} से $10^{-11} \text{ mol dm}^{-3}$ तक। पाठ्यक्रम BCHCT 133, इकाई 7 में आप पहले से ही pH (जिसे सोरेनसेन (1909) द्वारा प्रस्तावित किया गया था), की एक बहुत ही आसान संकल्पना के बारे में जान चुके हैं। उसने pH को नीचे दिए गए संबंध द्वारा परिभाषित किया जा सकता है।

$$\text{pH} = \log_{10} \frac{1}{[\text{H}^+]} = -\log_{10}[\text{H}^+] \quad \dots(5.4)$$

इस तरह हाइड्रॉक्साइड आयन का सांद्रता इसी तरह व्यक्त कर सकते हैं,

$$\text{pOH} = -\log [\text{OH}^-] \quad \dots(5.5)$$

NH_3 जैसे दूसरे विलायक का भी स्वतः आयनन होता है।

$$\text{NH}_3 + \text{NH}_3 \rightleftharpoons \text{NH}_4^+ + \text{NH}_2^-$$

अमोनियम आयन ऐमाइड आयन

सारणी 5.1: K_w के तापमान के साथ निर्भरता

तापमान (K)	$K_w(\text{mol}^2 \text{ dm}^{-6})$
273	0.11×10^{-14}
298	1.00×10^{-14}
323	5.47×10^{-14}
373	51.3×10^{-14}

अम्लीय विलयन में $(\text{H}^+) > (\text{OH}^-)$, i.e. $(\text{H}^+) > 10^{-7}$ और $(\text{OH}^-) < 10^{-7}$.

क्षारकीय विलयन में $(\text{OH}^-) > (\text{H}^+)$, i.e., $(\text{OH}^-) > 10^{-7}$ और $(\text{H}^+) < 10^{-7}$.

pH का संकेतन का प्रयोग मूलतः हाइड्रोजन के विभव के लिए अर्थ था। 'p' संकेतन को अन्य मात्राओं के लिए भी प्रयुक्त किया जा सकता है तथा इस का अर्थ हमेशा होता है "minus log₁₀ of", उदाहरणार्थ

$pK_a = -\log_{10}K_a$

$pK_b = -\log_{10}K_b$ इत्यादि।

pH हमें [H⁺] को व्यक्त करने के लिए एक सुविधाजनक मापन देता है।

जलीय घोल की अम्लता का मापन विलयन में हाइड्रोजन आयनों की यथार्थ सांद्रता है। दूसरी ओर, क्षारकता का माप, हाइड्रॉक्साइड आयनों की यथार्थ सांद्रता है।

इस तरह इस संकल्पना का प्रयोग करके हम जल के वियोजन के लिए साम्य व्यंजक पाते हैं,

$$\log K_w = \log[H^+] + \log[OH^-]$$

$$pK_w = pH + pOH \text{ (क्योंकि } -\log K_w = pK_w)$$

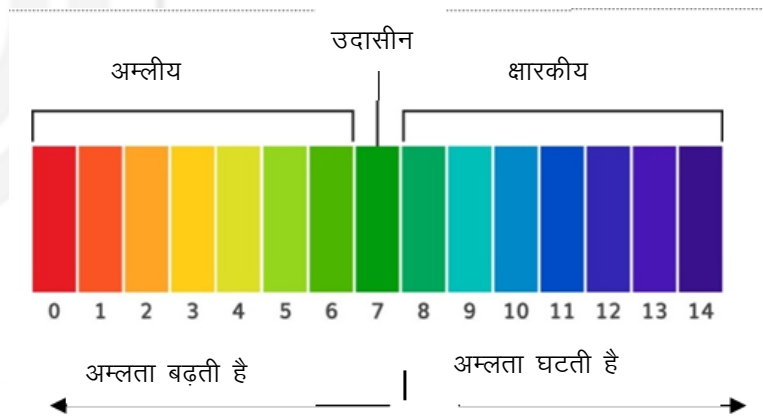
जब $K_w = 1.0 \times 10^{-14}$, $pK_w = 14.00$. तो हम पाते हैं,

$$pH + pOH = 14.00 \quad \dots(5.6)$$

pH की परिकलन के लिए पाठ्यक्रम BCHCT 133, इकाई 7.5.2 को देखें। सारणी 5.2 में, pH, pOH के मानों का सारांश अम्लीय, उदासीन और क्षारकीय विलयनों में दिया गया है।

सारणी 5.2

	[H ⁺]	[OH ⁻]	pH	pOH
अम्लीय विलयन	>10 ⁻⁷	<10 ⁻⁷	<7	>7
उदासीन विलयन	10 ⁻⁷	10 ⁻⁷	7	7
क्षारकीय विलयन	<10 ⁻⁷	>10 ⁻⁷	>7	<7



चित्र 5.1: pH मापन

उपरोक्त चर्चा से आप देख सकते हैं कि pH के संदर्भ में किसी घोल की अम्लता या क्षारकता को सुविधा से व्यक्त किया जा सकता है। अब तक हमने जल की pH संकल्पना और आयनिक साम्यवस्था पर चर्चा की गई है। अगले भाग में, हम दुर्बल अम्लों और दुर्बल क्षारकों के वियोजन पर चर्चा करेंगे।

तनु विलयन में H₂O की सांद्रता लगभग शुद्ध जल की तरह ही होती है।

5.2.2 दुर्बल अम्लों व दुर्बल क्षारकों के वियोजन

दुर्बल अम्ल या दुर्बल क्षारक के लिए, आपको पता होना चाहिए कि हाइड्रोजन या हाइड्रॉक्साइड आयनों की सांद्रता हमेशा स्टोइकोमेट्रिक अम्ल या क्षारक सांद्रता की

तुलना में जलीय घोल में कम होती हैं। दुर्बल अम्ल या क्षारक का वियोजन या आयनन की मात्रा जो संबंधित वियोजन स्थिरांक या आयनन स्थिरांक द्वारा दर्शायी जाती है, वह संबंधित आयनों को किस सीमा तक विमोचन करता है।

ऐसिटिक अम्ल, CH_3COOH , दुर्बल अम्ल का एक विशिष्ट उदाहरण है।



इस अभिक्रिया की साम्य व्यंजक है

$$K = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+][\text{CH}_3\text{COO}^-]}{[\text{CH}_3\text{COOH}][\text{H}_2\text{O}]} \quad \dots(5.7)$$

जल के सांद्रता को तनु विलयनों के लिए एक स्थिरांक के रूप में लिया जा सकता है और K के साथ शामिल किया जाता है, अर्थात्

$$K \times [\text{H}_2\text{O}] = K_a = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+][\text{CH}_3\text{COO}^-]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

जहां K_a अम्ल वियोजन स्थिरांक या आयनन स्थिरांक निरूपित करता है।

सामान्यतः किसी भी दुर्बल अम्ल HA के लिए, सरल की गई वियोजन अभिक्रिया निम्नलिखित तरीके से लिखी जा सकती है, $\text{HA} \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{A}^-$

$$K_a = \frac{[\text{H}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]} \text{ mol dm}^{-3} \quad \dots(5.8)$$

वैसे, क्षारक B के लिए, $\text{B} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{BH}^+ + \text{OH}^-$

और

$$K = \frac{[\text{BH}^+][\text{OH}^-]}{[\text{H}_2\text{O}][\text{B}]}$$

अब,

$$K_b = K[\text{H}_2\text{O}]$$

$$K_b = \frac{[\text{BH}^+][\text{OH}^-]}{[\text{B}]} \text{ mol dm}^{-3} \quad \dots(5.9)$$

जहाँ K_b क्षारक वियोजन स्थिरांक है।

हाइड्रोजन आयन सांद्रता व pH के समान K_a, K_b तथा $\text{p}K_a, \text{p}K_b$ मान भी अम्लों व क्षारकों की आपेक्षिक प्रबलता को व्यक्त करने के लिए उपयोगी होते हैं। उदाहरण के तौर पर जलीय विलयनों के लिए कुछ $K_a, \text{p}K_a, K_b$ तथा $\text{p}K_b$ मान सारणी 5.3 में दिए गए हैं।

सारणी 5.3: कुछ पदार्थों के जलीय विलयन में K_a , pK_a , K_b और pK_b मान (मुख्यतः 298K पर)

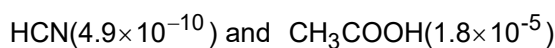
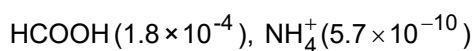
K_a या K_b के मानों से हम देखते हैं कि जितना आयनन कम होता जाता है, अम्ल या क्षारक उतना ही दुर्बल होता जाता है। दूसरी तरफ जितने मान कम होते हैं उतनी ही अम्ल या क्षारक प्रबल होता जाता है।

	K_a	pK_a
फीनॉल	1.0×10^{-10}	10.0
पैरा-ऐमीनोबेन्जोइक अम्ल	1.2×10^{-5}	4.92
ऐसीटिक अम्ल	1.8×10^{-5}	4.74
बेन्जोइक अम्ल	6.46×10^{-4}	4.19
लैक्टिक अम्ल (2-हाइड्रॉक्सी प्रोपेनाइक अम्ल)	1.4×10^{-4}	3.85
नाइट्रस अम्ल	4.6×10^{-4}	3.34
2,2-डाइक्लोरो ऐसीटिक अम्ल	3.32×10^{-2}	1.48
	K_b	pK_b
पिरिडीन	1.48×10^{-9}	8.83
अमोनिया विलयन (जलीय)	1.77×10^{-5}	4.75
कार्बोनेट आयन	2.1×10^{-4}	3.68
$(CO_3^{2-} + H_2O \rightleftharpoons HCO_3^- + OH^-)$		

यदि किसी दुर्बल अम्ल या क्षारक के लिए विलयन का pH ज्ञात हो तो समीकरण 5.8 व 5.9 का उपयोग करके साम्य स्थिरांक का परिकलन कर सकते हैं तथा यदि K_a या K_b ज्ञात हो तो अम्ल या क्षारक की दी गई सांद्रता के लिए pH या pOH का परिकलन किया जा सकता है। इस पृष्ठभूमि के साथ अगले भाग में अम्ल-क्षारक अनुमापनों के सिद्धांत की चर्चा करेंगे।

बोध प्रश्न 2

- (क) दिल्ली में वर्षा के जल के एक नमूने का pH=4 पाया गया,
- (i) यह नमूना अम्लीय है या क्षारकीय।
- (ii) इस नमूने के $[H^+]$ व $[OH^-]$ की गणना कीजिए।
- (ख) कुछ अम्लों K_a मान नीचे दिए गए हैं। इनको प्रबलता अनुसार क्रम में लिखिए तथा इनके संगत मान भी परिकलित कीजिए।



5.2.3 अम्ल-क्षारक अनुमापनों का सिद्धांत

जैसा कि पहले बताया गया है, अम्ल-क्षारक अनुमापनों में किसी अम्ल के मानक विलयन को क्षारकों के मात्रात्मक निर्धारण में उपयोग किया जा सकता है (अम्लमिति), या किसी क्षारक के मानक विलयन को अम्लों के मात्रात्मक निर्धारण में उपयोग किया जा सकता है (क्षारमिति)। सामान्यतः अम्लमिति के लिए प्रबल अम्ल, जैसे, हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के मानक विलयन तथा क्षारमिति के लिए प्रबल क्षारक, जैसे, सोडियम हाइड्रॉक्साइड के मानक विलयन का उपयोग किया जाता है। लेकिन ये पदार्थ प्राथमिक मानक नहीं हैं, और इसलिए इनके सही-सही भारों से निश्चित सांद्रता के मानक विलयन नहीं बन सकते हैं। इनको अनुमापन द्वारा मानकीकृत करना चाहिए। हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के मानकीकरण के लिए सामान्यतः सोडियम कार्बोनेट तथा सोडियम हाइड्रॉक्साइड के लिए ऑक्सैलिक अम्ल या पोटैशियम हाइड्रोजन थैलेट का उपयोग किया जाता है। मानक विलयनों के विरचन (preparation) और मानकीकरण की विधियों की चर्चा प्रयोग वाले भाग में की गई है।

पहले आप पढ़ चुके थे कि pH के एक निश्चित मान पर तुल्यता बिंदु प्राप्त होता है जब OH⁻ या H⁺ आयनों से H⁺ या OH⁻ आयनों से क्रमशः पूर्णतः अभिक्रिया करते हैं।

तुल्यता बिंदु पर pH का मान अभिक्रिया करने वाले पदार्थों, अम्ल व क्षारक की प्रकृति पर निर्भर करता है। उदाहरणार्थ के लिए एक प्रबल अम्ल व प्रबल क्षारक के बीच अनुमापन में अभिक्रिया pH=7 में पूर्ण हो जाता है। इसलिए तुल्यता बिंदु pH=7 पर होना चाहिए। लेकिन दुर्बल अम्ल व प्रबल क्षारक के अनुमापन में क्षारक को डालने पर प्राप्त लवण के जल-अपघटन से, तुल्यता बिंदु pH=7 के बजाय pH >7 पर प्राप्त होता है। उदाहरण के लिए ऐसीटिक अम्ल (0.1 mol dm⁻³) के सोडियम हाइड्रॉक्साइड (0.1 mol dm⁻³) के साथ अनुमापन में, तुल्यता बिंदु pH=8.72 पर प्राप्त होगा। इस प्रकार हम कह सकते हैं कि भिन्न-भिन्न स्थितियों में अनुमापन अभिक्रिया करने वाले अम्ल व क्षारक की प्रकृति पर निर्भर करते हुए, भिन्न-भिन्न pH मानों पर पूर्ण होगा। ऐसे अनुमापनों में विलयन के तुल्यता बिंदु पर सही pH दुर्बल अम्ल या दुर्बल क्षारक के आयनन स्थिरांक (K_a या K_b) और अम्ल क्षारक अनुमापन के समय प्राप्त लवण की सांद्रता (c) द्वारा परिकलित किया जा सकता है। इनके लिए निम्नलिखित समीकरणों का उपयोग किया जाता है।

दुर्बल अम्ल व प्रबल क्षारक

$$pH = \frac{1}{2}pK_w + \frac{1}{2}pK_a + \frac{1}{2} \log c \quad \dots(5.10)$$

दुर्बल क्षारक व प्रबल अम्ल

$$pH = \frac{1}{2}pK_w - \frac{1}{2}pK_b - \frac{1}{2} \log c \quad \dots(5.11)$$

दुर्बल अम्ल व दुर्बल क्षारक

$$pH = \frac{1}{2}pK_w + \frac{1}{2}pK_a - \frac{1}{2}pK_b \quad \dots(5.12)$$

भाग 5.2.4 में आप जानेंगे कि कैसे अनुमापन वक्र का प्रयोग करके हम तुल्यता बिंदु पाते हैं।

तुल्यता बिंदु ज्ञात करने की अन्य विधियाँ pH मिति या विभवमिति तथा चालकतामिति हैं। अब हम अम्ल-क्षारक अनुमापन वक्र की चर्चा करेंगे।

अम्ल-क्षारक विधि के द्वारा अनुमापन में, अनुमापक एक प्रबल अम्ल या प्रबल क्षारक होना चाहिए क्योंकि यदि अनुमापक व टाइट्रेंट दोनों दुर्बल अम्ल या दुर्बल क्षारक हों तो सूचक विधि द्वारा सही-सही अंत्य बिंदु ज्ञात नहीं किया जा सकता है।

प्रबल अम्ल व क्षारक का तुल्यता बिंदु सांद्रता पर निर्भर नहीं करता है। लेकिन दुर्बल अम्ल या क्षारक का तुल्यता बिंदु अम्ल व क्षारक की सांद्रता पर निर्भर करता है।

यदि एक दुर्बल अम्ल, 0.1 mol dm⁻³ ऐसीटिक अम्ल का अनुमापन एक प्रबल क्षारक, 0.1 mol dm⁻³ सोडियम हाइड्रॉक्साइड के साथ किया जाए तो तुल्यता बिंदु पर 0.05 mol dm⁻³ सोडियम ऐसीटेट प्राप्त होगा। समीकरण 5.12 तब तुल्यता बिंदु पर देते हैं: pH = 7.0 + 2.37 - 0.65 = 8.72.

5.2.4 अम्ल-क्षारक अनुमापन वक्र

तुल्यता बिंदु से पहले धीरे-धीरे बढ़ते चपटे क्षेत्र को उभय प्रतिरोधी क्षेत्र कहा जाता है।

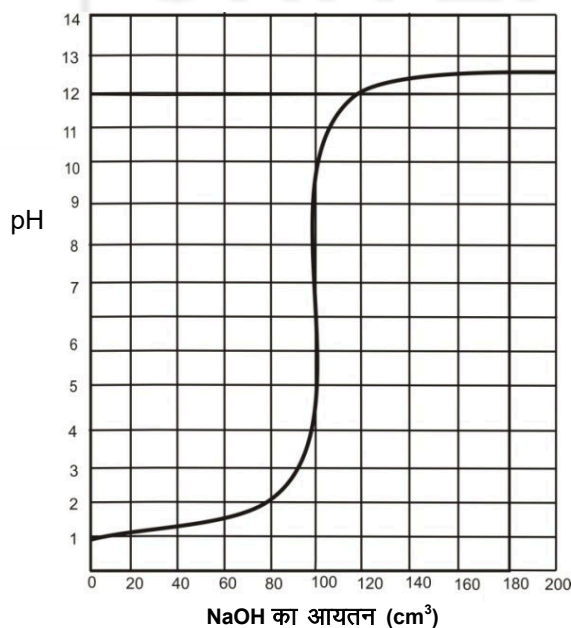
यदि अनुमापन के समय टाइट्रैंड के pH को मॉनीटर किया जाए तब pH और अनुमापक की मात्रा के बीच एक ग्राफ खींचा जा सकता है। इससे प्राप्त वक्र **अम्ल-क्षारक अनुमापन वक्र** या **उदासीनीकरण वक्र** कहलाता है। इस वक्र से, तुल्यता बिंदु को ज्ञात होती है। उदाहरण तौर पर आइए अब हम एक प्रबल अम्ल के प्रबल क्षारक से अनुमापन पर गौर करें। मान लिया कि हम 100 cm³ हाइड्रोक्लोरिक अम्ल (1 मोलर) का 1 मोलर सोडियम हाइड्रॉक्साइड के साथ अनुमापन करते हैं। अनुमापन के समय सोडियम हाइड्रॉक्साइड छोटे-छोटे हिस्सों में डाला जाता है तथा इसके साथ-साथ pH बदलता रहता है। pH का निर्धारण pH मापी द्वारा किया जाता है। सारणी 5.4 में pH आँकड़ों को दिया गया है। आँकड़ों का लेखा-चित्र, चित्र 5.2 में दर्शाया गया है। इस वक्र की महत्वपूर्ण विशेषता यह है कि इसमें तुल्यता बिंदु के पास काफी स्पष्ट तथा तीव्र pH परिवर्तन होता है, जो इस वक्र में pH = 7 पर है।

सारणी 5.4: 100 cm³ HCl(1M) का NaOH(1M) के साथ अनुमापन

NaOH का आयतन (cm ³)	pH	NaOH का आयतन (cm ³)	pH
0	0.0	100.1	10.7
50	0.5	100.2	11.0
75	0.8	100.5	11.4
90	1.3	101	11.7
98	2.0	102	12.0
99	2.3	110	12.7
99.5	2.6	125	13.0
99.8	3.0	150	13.3
99.9	3.3	200	13.5
100.0	7.0		

सारणी 5.5: दुर्बल अम्ल का प्रबल क्षारक के साथ अनुमापन।

NaOH का आयतन (cm ³)	pH	NaOH का आयतन (cm ³)	pH
0	2.9	99.9	7.7
10	3.8	100.0	8.7
25	4.3	100.2	10.0
50	4.7	100.5	10.4
90	5.7	101	11.7
99.0	6.7	125	12.0
99.5	7.0	150	12.3
99.8	7.7	200	12.5

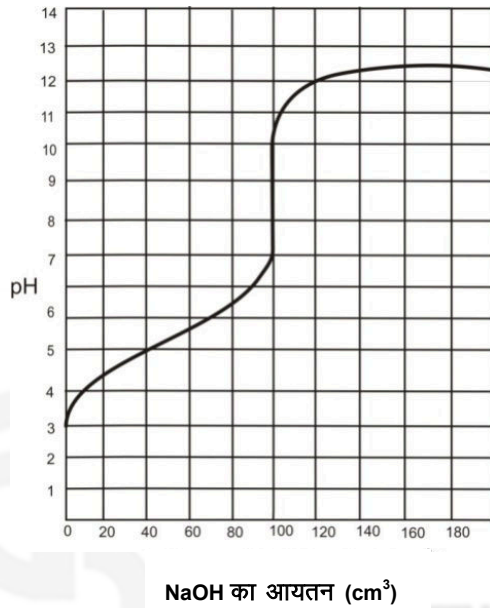


चित्र 5.2: प्रबल अम्ल व क्षारक का अनुमापन वक्र

अब हम दुर्बल अम्ल का प्रबल क्षारक के साथ अनुमापन चर्चा करेंगे। अगर 100 cm^3 0.1 M ऐसीटिक अम्ल विलयन का 0.1 M सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन के साथ अनुमापन किया गया तब जो परिणाम प्राप्त होते हैं, वे सारणी 5.5 में दिए गए हैं व चित्र 5.3 में ग्राफ दर्शाया गया है। इस अनुमापन में तुल्यता बिंदु $\text{pH}=8.7$ पर है।

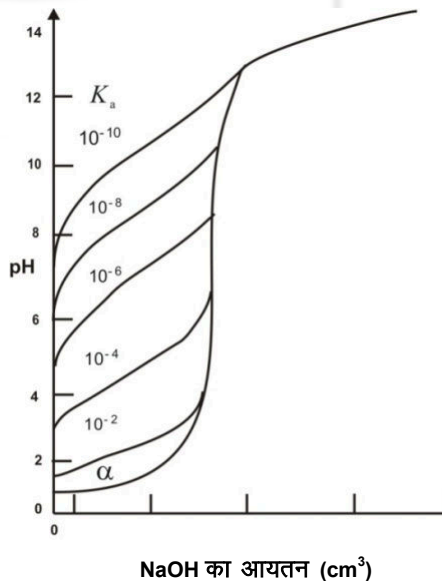
जैसा कि आप जानते हैं, कि वह विलयन जिसमें दुर्बल अम्ल व उसका संयुग्मक क्षारक दोनों काफी मात्रा में उपलब्ध हों और जिसकी pH थोड़ी मात्रा में क्षारक डालने से प्रभावित नहीं होती उसे **उभय प्रतिरोधी** या **बफर विलयन** कहते हैं।

ध्यान दीजिए (सारणी 5.5 कि 25 cm^3 से 90 cm^3 तक NaOH डालते समय विलयन में अवियोजित ऐसीटिक अम्ल (दुर्बल अम्ल) और ऐसीटेट आयन (संयुग्मी दुर्बल क्षारक) दोनों काफी मात्रा में विद्यमान रहते हैं। इसलिए वक्र के इस क्षेत्र में विलयन उभय प्रतिरोधित (buffered) हो जाता है जैसा कि चित्र 5.3 में दिखाया गया है। क्षारक के डाले गए आयतन में 25 cm^3 से 90 cm^3 तक की बढ़ोतरी से pH में कोई खास परिवर्तन नहीं होता है।

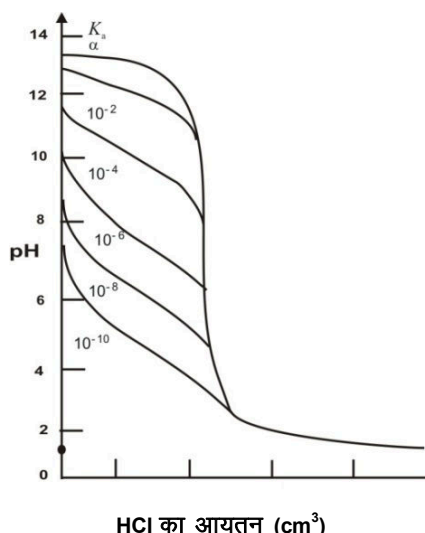


चित्र 5.3: दुर्बल अम्ल के साथ प्रबल क्षारक का अनुमापन वक्र

तुल्यता बिंदु के करीब pH परिवर्तन पर अम्ल या क्षारक प्रबलता का प्रभाव संक्षेप में क्रमशः चित्र 5.4 और 5.5 में दिया गया है।



चित्र 5.4: दुर्बल अम्ल के साथ प्रबल क्षारक अनुमापन वक्रों पर K_a का प्रभाव

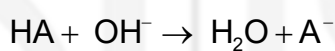


चित्र 5.5: दुर्बल क्षारक के साथ प्रबल अम्ल अनुमापन वक्रों पर K_a का प्रभाव

तो ऊपर दिए गए चित्रों से आप क्या निष्कर्ष निकालते हैं? ये कि अम्लों व क्षारकों की भिन्न-भिन्न सांद्रताओं और प्रबलताओं के लिए भिन्न-भिन्न आकार के अनुमापन वक्र प्राप्त होते हैं।

अनुमापन वक्र का विश्लेषण—आधा—तुल्यता बिंदु पर pH का महत्व

हम उस प्रयोग जहां एक प्रबल क्षारक (उदाहारणार्थ, एक ब्यूरेट से) एक दुर्बल अम्ल (ब्यूरेट के नीचे बीकर में) मिलाया जाता है। जो अभिक्रिया होती है वह इस प्रकार है:



अनुमापन के दौरान पर विचार करें :

1. किसी भी क्षारक (OH^-) डालने से पहले: यदि आप उस क्षण को लेते हैं जो अम्ल में प्रबल क्षारक डालने से ठीक पहले है, तो फ्लास्क में केवल अम्ल HA होगा।
2. जब तुल्यता बिंदु पहुँच जाता है: तुल्यता बिंदु पर, अम्ल (HA) व क्षारक (OH^-) सभी उपयोग हो जाता है और केवल उत्पाद A^- बीकर में मौजूद होगा।
3. जब तुल्यता बिंदु पर लाने के लिए आवश्यक क्षारक को आधा डाला है, आधा अम्ल HA रहेगा व आधा अम्ल A^- में बदल गया होगा (इसके संयुग्मक क्षारक)। दूसरे शब्दों में, $[HA] = [A^-]$ ।

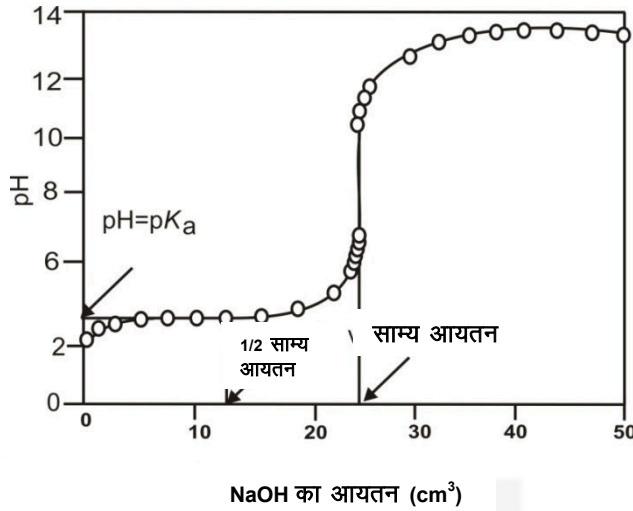
इस प्रयोग में आप प्रबल क्षारक बनाम दुर्बल अम्ल का अनुमापन करने जा रहे हैं और आप pH मापी द्वारा अनुमापन के दौरान pH परिवर्तन को मापेंगे जिससे ऐसिटिक अम्ल का pK_a मान pH अनुमापन वक्र के आलेख रचने से निर्धारित होगा। जब दुर्बल अम्ल HA जल में वियोजित हो जाता है, तो निम्नलिखित साम्य स्थापित होता है।



जहाँ, HA (जलीय) दुर्बल अम्ल है, H^+ (जलीय) हाइड्रोजन आयन है और A^- संयुग्मी क्षारक है। इस अभिक्रिया के लिए साम्य स्थिरांक K_a के रूप में अम्ल HA के वियोजन

स्थिरांक कहा जाता है जैसे समीकरण 5.8: $K_a = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]}$

K_a आकलन करने के लिए हमें $[H^+]$, $[A^-]$ और $[HA]$ को जानना होगा। हाइड्रोजन आयन की सांद्रता को मापकर सीधे निर्धारित की जाती है। एक दुर्बल अम्ल के आधे उदासिनीकरण पर pH को प्रबल क्षारक के प्रत्येक योग के बाद pH मापी के साथ pH को मापने और अनुमापन वक्र बनाने के द्वारा निर्धारित किया जा सकता है जो नीचे चित्र 5.6 में दिखाए गए के जैसा दिखता है। जब तुल्यता बिंदु पर पहुंच जाता है, तो pH को तुल्यता बिंदु तक आधा पढ़ा जा सकता है। जिससे वियोजन स्थिरांक का आकलन किया जा सकता है।



चित्र 5.6: pH अनुमापन वक्र: 0.10 NaOH के साथ 0.10 ऐसिटिक अम्ल का अनुमापन

अगले भाग में हम pH मापी के कार्य पर चर्चा करेंगे।

बोध प्रश्न 3

चित्र 5.2 में दिए गए अनुमापन वक्र में उभय प्रतिरोधी क्षेत्र चिन्हित कीजिए।

pH को मापने के लिए एक pH मापी का प्रयोग किया जाता है क्योंकि अम्ल विलयन के लिए छोटे वेतन वृद्धि (जिसे एलिकोट्स कहा जाता है) में क्षारक जोड़ा जाता है।

5.2.5 pH मापी के कार्य



चित्र 5.7: pH मापी

आसुत जल में इलेक्ट्रोड न रखें क्योंकि इससे आयनों को ग्लास बल्ब से बाहर क्षरण होगा और जिससे इलेक्ट्रोड बेकार हो जाएगा।

BCHCT-135 के पिछले पाठ्यक्रम में, वैद्युतरसायन की इकाई में आपने विभिन्न प्रकार के इलेक्ट्रोड के बारे में जानकारी ली है। pH-मापी में आपको ग्लास इलेक्ट्रोड की आवश्यकता होगी। pH-मापी के काम करने की प्रक्रिया नीचे दी गई है :

सबसे पहले pH मापी का स्विच चालू करें। फिर 10 मिनट तक प्रतीक्षा करें। अच्छी तरह से संयुक्त ग्लास इलेक्ट्रोड को साफ करें। इसे pH मापी के पीछे इनपुट के

pH मापन के दौरान यह सुनिश्चित कर लें कि कांच/संयोजन कांच के इलेक्ट्रोड का बल्ब पूरी तरह से विलयन में डुबा हुआ है।

टर्मिनल से जोड़ें। किसी अज्ञात विलयन का pH-मापने से पहले pH-मापी का अंशांकन करना होगा। इसके लिए ग्लास इलेक्ट्रोड को आपको ज्ञात pH बफर के उपयुक्त उभयप्रतिरोधी विलयन में ग्लास इलेक्ट्रोड को डुबाना होगा। उभयप्रतिरोधी विलयन का मान उसके pH के बराबर होना चाहिए। इसके द्वारा pH मापी को अंशांकन किया जाता है। इसके पश्चात् नमूना विलयन लें और pH ज्ञात करें। जब आपने प्रयोग पूरा कर लिया जाता है, तो संयोजन ग्लास इलेक्ट्रोड को 0.1M HCl या नल के पानी में छोड़ दें। (ये कांच इलेक्ट्रोड का विवरण पहले ही BCHCL-134 के प्रयोग 6 में चर्चा कर चुका है।)

5.3 आवश्यकताएँ

उपकरण

pH मापी संयोजन इलेक्ट्रोड के साथ, आयतनी फ्लास्क (100 cm³), बीकर (100 cm³), ब्यूरेट।

रासायनिक द्रव्य

ऑक्सालिक अम्ल विलयन, 0.10 M सोडियमहाइड्रॉक्साइड विलयन*, 0.10 M ऐसीटिक अम्ल विलयन*, फीनॉलपथेलिन सूचक, मानक उभयप्रतिरोधी विलयन, आसुत जल। *ये विलयन प्रयोगशाला सहायकों द्वारा बनाकर आपको उपलब्ध कराए जाएंगे।

5.4 कार्यविधि

भाग A: सोडियमहाइड्रॉक्साइड व ऐसीटिक अम्ल के विलयनों का मानकीकरण :

1. ऑक्सालिक अम्ल का विलयन (0.1 M) ऑक्सालिक अम्ल की सटीक मात्रा 100 cm³ आसुत जल में घोलकर 100 cm³ के एक आयतनी फ्लास्क में बनाया जाता है। ये मानक विलयन से सोडियम हाइड्रॉक्साइड का विलयन (0.1M) का मानकीकरण कर लें। प्रेक्षण सारणी I में ब्यूरेट पाठ्यांक को लिख लें।
2. उसी तरह, उपरोक्त NaOH के विलयन को द्वितीयक मानक जैसे प्रयोग करें और ऐसीटिक अम्ल विलयन का मानकीकरण करें। प्रेक्षण II में ब्यूरेट पाठ्यांक को लिख लें।

भाग B: pH मापी का अंशांकन करना:

आपके परामर्शदाता (counsellor) से कृपया अनुरोध करें प्रयोगशाला में प्रयोग में आने वाले pH-मापी के परिचालन/निर्देश पुस्तिका आपको दें, और इसके संचालन का अध्ययन करें। pH-मापी के अंशांकन की एक सामान्य विधि यहां दी गई है।

- i. संयोजन इलेक्ट्रोड को pH मापी से जोड़कर, pH मापी को चालू कर लें। फिर स्थिर होने के लिए इसे लगभग 10–15 मिनट तक छोड़ दें।
- ii. pH=7.0 के मानक उभयप्रतिरोधी विलयन को एक साफ बीकर में लेकर pH-इलेक्ट्रोड को इसमें डुबा लें। धीरे-धीरे विलयन को हिलाकर pH के मान को

नोट कर लें। यह मान 7.0 होना चाहिए। अगर यह मान 7 नहीं है तो कैलीब्रेशन नोब (calibration nob) की मदद से 7.0 मान प्राप्त कर लेने चाहिए। इसी तरह pH मापी का अंशकन मानक उभयप्रतिरोधी विलयन के साथ किया जाना चाहिए।

भाग C: ऐसीटिक अम्ल के K_a आकलन:

1. सोडियम हाइड्रॉक्साइड का विलयन को ब्यूरेट में लेकर मानकीकरण किया जाता है और अंत्य बिंदु का पता लगाने के लिए फीनॉलपथेलिन सूचक के साथ 10 cm³ ऐसीटिक अम्ल अनुमापन किया जाता है।
2. उसके बाद 100 cm³ बीकर में 25 cm³ ऐसीटिक अम्ल लें, इसमें 20-25 cm³ आसुत जल डालें और pH मापी का प्रयोग करके प्रारंभिक pH मापने के लिए pH-इलेक्ट्रोड को डुबोएं। NaOH (जिसे मानकीकृत किया गया है) को ब्यूरेट में लिया जाता है और pH बहुत कम मात्रा (1-2 cm³) में डालने के बाद दर्ज किया जाता है। जैसे ही आप NaOH डालते हैं, वैसे ही अच्छे से हिलाते हैं और अंत्य बिंदु के पास आने पर NaOH की सिर्फ 0.1 - 0.5 cm³ की मात्रा डालनी चाहिए। याद रखें कि जब आप लगभग अंत्य बिंदु पर होते हैं, तो pH में अचानक परिवर्तन होगा। अनुमापन को तब तक किया जाना चाहिए जब तक pH का मान स्थिर न हो जाए। ब्यूरेट पाठ्यांक प्रेक्षण सारणी-III लिख लें। प्रयोगशाला में यदि आप pH पाठ्यांक के लिए एक सही अनुमापन वक्र प्राप्त नहीं होता है तो दोहराएं।
3. pH (y-अक्ष) बनाम NaOH का आयतन (x-अक्ष) का एक आलेख आलेखित करें। आलेख से तुल्यता बिंदु निर्धारण करें। ऐसीटिक अम्ल को पूरी तरह से उदासीनीकरण के लिए इस्तेमाल होने वाले NaOH की मात्रा का पता लगाएं। प्लॉट किए गए वक्र से NaOH और pH की मात्रा (cm³ में) ऐसीटिक अम्ल के आधे उदासीनीकरण होने का पता लगाते हैं। आप K_a के मान की परिकलन करने के लिए समीकरण $pK_a = pH$ का प्रयोग कर सकते हैं।

5.5 प्रेक्षण

1. 100 cm³ मानक फ्लास्क में मानक ऑक्सैलिक अम्ल विलयन की तैयारी ऑक्सैलिक अम्ल का आणविक भार = 126 g mol⁻¹

100 cm³ मानक फ्लास्क में (M/20)

विलयन तैयार करने के लिए आवश्यक ऑक्सैलिक अम्ल का द्रव्यमान = 1.26 g

तोल बोतल का द्रव्यमान = $m_1 = \dots\dots\dots$ g

तोल बोतल + ऑक्सैलिक अम्ल = $m_2 = \dots\dots\dots$ g

तोल बोतल का द्रव्यमान (ऑक्सैलिक अम्ल दूसरे पात्र में डालने के बाद) = $m_3 = \dots\dots\dots$ g

ऑक्सैलिक अम्ल का स्थानांतरित द्रव्यमान = $m_2 - m_3 = w = \dots\dots\dots$ g

ऑक्सालिक अम्ल का विलयन की मोलरता :

$$M_{\text{oxalic acid}} = \frac{m}{126} \times 10 = \dots\dots\dots M$$

2. प्रेक्षण सारणी I: NaOH का मानकीकरण

क्र.सं.	ऑक्सालिक अम्ल विलयन का आयतन (cm ³)	ब्यूरेट पाठ्यांक		NaOH विलयन का आयतन (cm ³)
		प्रारंभिक	अंतिम	
1	10			
2	10			
3	10			

अंत्य बिंदु पर जोड़ा गया NaOH का आयतन = $V_{\text{NaOH}} = \dots\dots\dots \text{cm}^3$

$$M_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} = M_{\text{oxalic acid}} \times V_{\text{oxalic acid}}$$

$$\text{NaOH की मोलरता} = M_{\text{NaOH}} = \dots\dots\dots M$$

प्रेक्षण सारणी II: ऐसीटिक अम्ल विलयन का मानकीकरण

क्र.सं.	ऐसीटिक अम्ल विलयन का आयतन (cm ³)	ब्यूरेट पाठ्यांक		NaOH विलयन का आयतन (cm ³)
		प्रारंभिक	अंतिम	
1	10			
2	10			
3	10			

अंत्य बिंदु पर डाले गए NaOH का आयतन = $V_{\text{NaOH}} = \dots\dots\dots \text{cm}^3$

मानकीकृत NaOH की मोलरता = M_{NaOH}

$$M_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} = M_{\text{acetic acid}} \times V_{\text{acetic acid}}$$

ऐसीटिक अम्ल की परिकल्पित मोलरता = $\dots\dots\dots M$

प्रेक्षण सारणी III: CH₃COOH का K_a आकलन

क्र.सं.	NaOH का आयतन (cm ³)	pH
1	0.0	
2	2.0	
3	4.0	
4	6.0	
5	8.0	
6	10.0	
7	12.0	
8	14.0	

9	16.0	
10	18.0	
11	20.0	
12	22.0	
13	24.0	
14	24.5	
15	25.0	
16	26.5	
17	27.0	
18	27.5	
19	28.0	

NaOH के pH बनाम आयतन को ग्राफ को प्लॉट करें जो चित्र 5.3 की तरह दिखता है।

5.6 परिकलन

तुल्यता बिंदु पर पहुंचने के लिए NaOH का आयतन cm³

(प्लॉट किए गए ग्राफ से)

आधे उदासीनीकरण के लिए NaOH का आयतन cm³

आधे उदासीनीकरण पर pH

$pK_a = pH$

$K_a = \text{antilog}(-pK_a) = \text{antilog}(-pH)$

$K_a = \dots\dots\dots$

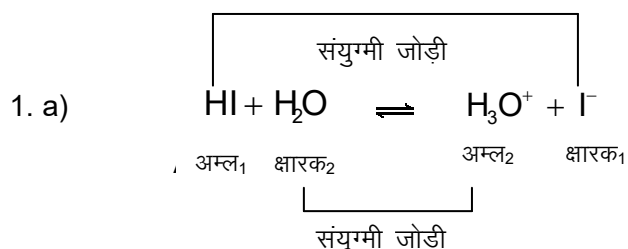
5.7 परिणाम

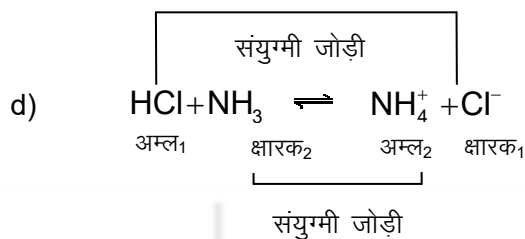
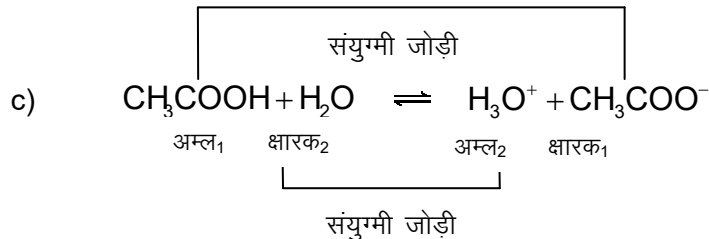
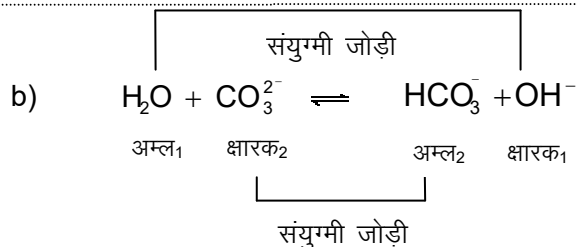
उदासीनीकरण विधि से प्राप्तका मान =

K_a का साहित्य मान =

प्रतिशत त्रुटि =

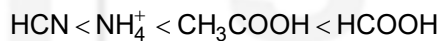
5.8 बोध प्रश्नों के उत्तर





2. a) (i) अम्लीय (ii) $(\text{H}^+) = 1 \times 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3}$, $(\text{OH}^-) = 1 \times 10^{-10} \text{ mol dm}^{-3}$

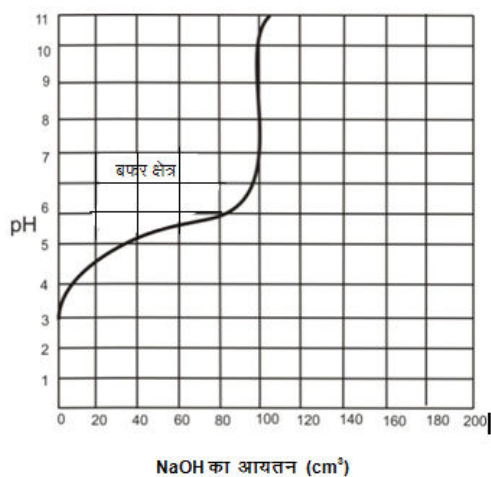
b) अम्लता बढ़ते हुए क्रम में:



$$\begin{aligned} \text{HCOOH का } pK_a &= -\log K_a \\ &= -\log 1.8 \times 10^{-4} \\ &= -(1.8 + 10^{-4}) \\ &= -(0.2553 - 4) \end{aligned}$$

HCN का $pK = 9.31$, NH_4^+ का $pK_a = 9.24$, CH_3COOH का $pK_a = 4.74$.

3. चित्र 5.2 का अनुमापन वक्र में बफर क्षेत्र।



अम्लों तथा क्षारकों के चालकतामितीय अनुमापन

संरचना

6.1 प्रस्तावना	6.4 क्रिया विधि
उद्देश्य	6.5 प्रेक्षण
6.2 सिद्धांत	6.6 परिकलन
6.3 आवश्यकताएँ	6.7 परिणाम

6.1 प्रस्तावना

पिछले प्रयोग में आपने pH मापी द्वारा दुर्बल अम्ल के आयनन स्थिरांक के निर्धारण का अध्ययन किया था। इस प्रयोग में आप अम्लों व क्षारकों के बीच चालकतामितीय अनुमापन के बारे में सीखेंगे व उन्हें करेंगे। चालकतामिती अर्थात् चालकता मापन, अनुमापनों में तुल्यता बिंदु के निर्धारण में उपयोग में आनेवाली एक सामान्य यंत्रिय विधि है। तुल्यता बिंदु ज्ञात करने की यह विधि निम्न सांद्रता के नमूनों अथवा गहरे रंग के नमूनों के विश्लेषण जैसे कि औद्योगिक बहिःस्राव (effluents) के विश्लेषण में महत्वपूर्ण हो जाती है क्योंकि ऐसे में दृश्य सूचकों (visual indicators) का उपयोग करना संभव नहीं होता है। आप यहां दो चालकतामितीय अम्ल-क्षारक अनुमापनों के बारे में सीखेंगे व करेंगे। इनमें से पहला अनुमापन HCl (एक प्रबल अम्ल) तथा NaOH (एक प्रबल क्षारक) के बीच तथा दूसरा CH₃COOH (एक दुर्बल अम्ल) तथा NaOH (एक प्रबल क्षारक) के बीच है। यद्यपि इन दोनों अनुमानों का सिद्धांत एक ही है परन्तु इनमें प्राप्त अनुमापन वक्रों की प्रकृति भिन्न होती है। हम इनके कारणों की व्याख्या करेंगे तथा आप स्वयं इन अनुमापनों को करके इनका सत्यापन कर सकेंगे।

अगले प्रयोग में आप अम्ल-क्षारक अनुमापनों के तुल्यता बिंदु के निर्धारण में एक अन्य यंत्रिय विधि अर्थात् विभवमिती का उपयोग करेंगे।

उद्देश्य

इस प्रयोग का अध्ययन करने व इसे करने के बाद, आप :

- ❖ चालकतामितीय अनुमापनों को परिभाषित कर सकेंगे तथा उनका महत्व बता सकेंगे;

- ❖ एक प्रबल (अथवा दुर्बल) अम्ल तथा प्रबल क्षारक के बीच चालकतामितीय अनुमापन वक्रों की प्रकृति की व्याख्या कर सकेंगे;
- ❖ ऑक्सैलिक अम्ल का मानक विलयन बना सकेंगे व उसका उपयोग कर सोडियम हाइड्रॉक्साइड के दिए गए विलयन का मानकीकरण कर सकेंगे;
- ❖ HCl (अथवा ऐसीटिक अम्ल) तथा NaOH के बीच चालकतामितीय अनुमापन कर सकेंगे;
- ❖ HCl (अथवा ऐसीटिक अम्ल) तथा NaOH के बीच अनुमापन के दौरान चालकत्व में होने वाले परिवर्तनों को आरेखित कर सकेंगे;
- ❖ प्राप्त अनुमापन वक्र से अनुमापन के तुल्यता बिंदु का निर्धारण कर सकेंगे, तथा
- ❖ HCl (अथवा ऐसीटिक अम्ल) के दिए गए नमूने की प्रबलता (सांद्रता) का परिकलन कर सकेंगे।

6.2 सिद्धांत

आप जानते हैं कि किसी विलयन का विद्युत चालकत्व उसमें उपस्थित आयनों की विद्युत धारा के वहन की क्षमता का माप होता है। यह विलयन में उपस्थित आयनों की प्रकृति तथा सांद्रता द्वारा निर्धारित होता है। चालकतामितीय अनुमापनों के हम विश्लेषित विलयन की चालकता को अनुमापक के आयतन के फलन के रूप में मापते हैं तथा इसमें परिवर्तन की प्रवृत्ति के आधार पर अनुमापन के तुल्यता बिंदु का निर्धारण करते हैं।

चालकतामितीय अनुमापन में जिस स्पीशीज़ का निर्धारण करना होता है उसे उपयुक्त अभिकर्मक के साथ अभिक्रिया द्वारा अनआयनिक रूप में बदल दिया जाता है। उदाहरण के लिए, अम्लीय विलयनों के निर्धारण में क्षारक एक उपयुक्त अभिकर्मक होता है जो अम्लीय विलयन में उपस्थित हाइड्रोजन आयनों को अनआयनित जल के अणुओं में परिवर्तित कर देता है। इस प्रक्रिया में जिस आयन का निर्धारण करना होता है वह एक अन्य आयन द्वारा प्रतिस्थापित हो जाता है। उदाहरण के लिए NaOH द्वारा HCl के अनुमापन में हाइड्रोजन आयन Na^+ आयनों द्वारा प्रतिस्थापित होते हैं। अच्छे परिणामों के लिए यह अपेक्षित है कि हम एक ऐसे अभिकर्मक का उपयोग करें जिससे जिस आयन का निर्धारण करना है तथा वह आयन जो इसको प्रतिस्थापित करता है, दोनों की चालकता में पर्याप्त अंतर हो।

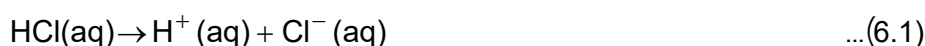
एक प्ररूपी चालकतामितीय अनुमापन में हम अनुमाप्य (titrand) अर्थात् जिस विलयन का अनुमापन करना होता है को एक बीकर में लेकर उसमें चालकता सेल डुबो देते हैं। अनुमापक (titrant) के विलयन को ब्यूरेट से अनुमाप्य के विलयन में डाला जाता है तथा अनुमापक के आयतन के विभिन्न मानों के लिए विलयन के चालकत्व को मापा जाता है। फिर इन मानों को अनुमापक के आयतन के अनुरूप आरेखित कर अनुमापन वक्र (titration curve) प्राप्त कर लिया जाता है।

आपने बी.सी.एच.सी.टी.-135 पाठ्यक्रम की इकाई 5 में सीखा है कि चालकत्व मापन की प्रक्रिया में हम चालकता सेल में दो इलेक्ट्रोडों के बीच विद्यमान विलयन में उपस्थित सभी आयनों के चालकत्व का मापन करते हैं। अनुमापन के दौरान मुख्यतः अनुमाप्य व

अनुमापक के बीच अभिक्रिया के कारण इस क्षेत्र में आयनों की सांद्रता में होने वाले परिवर्तनों के परिणाम स्वरूप मापित चालकत्व में परिवर्तन होता है। इसके अलावा अनुमापन के दौरान विलयन के तनुकरण से भी इन आयनों की सांद्रता तथ तदनुसार विलयन के चालकत्व में परिवर्तन होता है। इसलिए यह सलाह दी जाती है कि अनुमापक की सांद्रता अनुमाप्य की अपेक्षित सांद्रता से अधिक होनी चाहिए। सामान्यतः चालकतामितीय अनुमापनों में अनुमापक (ब्यूरेट में लिए गए विलयन) की सांद्रता अनुमाप्य (बीकर में लिए गए विलयन) की सांद्रता से लगभग 10 गुणा अधिक होनी चाहिए ताकि तनुकरण के प्रभाव को न्यूनतम किया जा सके।

HCl तथा NaOH के बीच अनुमापन

HCl (प्रबल अम्ल) से NaOH (प्रबल क्षारक) के अनुमापन के आरंभ में अनुमाप्य के विलयन में हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के आयनन से प्राप्त हाइड्रोजन तथा क्लोराइड आयन उपस्थित होते हैं। उच्च चालकता (छोटे आकार व ग्रोथस चालन के कारण) वाले हाइड्रोजन आयनों के कारण विलयन का चालकत्व उच्च होता है।



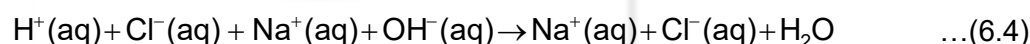
जब हम हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के विलयन में सोडियम हाइड्रॉक्साइड का विलयन डालते हैं तो वह निम्नलिखित प्रकार से विघटन द्वारा सोडियम आयन व हाइड्रॉक्साइड आयन उपलब्ध कराता है।



इन दो आयनों में से हाइड्रॉक्साइड आयनों का चालकत्व उच्च होता है जबकि सोडियम आयन धीमें गति करते हैं। ये हाइड्रॉक्साइड आयन विलयन में उपलब्ध हाइड्रोजन आयनों का उदासीनीकरण कर वस्तुतः अनायनित जल के अणु बना देते हैं।



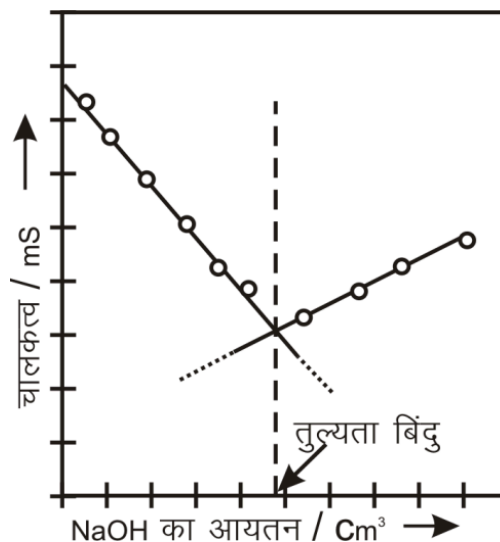
कुल अभिक्रिया को निम्न प्रकार दिया जा सकता है।



इसका अर्थ यह है कि HCl के विलयन में NaOH का विलयन डालने पर वह विलयन में से कुछ हाइड्रोजन आयनों को निकाल कर उनके स्थान पर सोडियम आयन उपलब्ध करा देता है। चूंकि सोडियम आयनों का चालकत्व हाइड्रोजन आयनों के चालकत्व की तुलना में काफी कम होता है इसलिए विलयन का चालकत्व कम हो जाता है। NaOH का और विलयन डालते रहने पर और हाइड्रोजन आयनों का उदासीनीकरण होता जाएगा व विलयन की चालकत्व कम होता जाएगा। यह प्रक्रिया तब तक जारी रहेगी जब तक सभी हाइड्रोजन आयनों का उदासीनीकरण न हो जाए अर्थात् तुल्यता बिंदु (equivalence point) तक।

ऐसे में NaOH के विलयन की केवल एक बूंद डालने पर वह विलयन में अतिरिक्त सोडियम आयन तथा हाइड्रॉक्साइड आयन उपलब्ध कराएगा। इसके परिणाम स्वरूप विलयन का चालकत्व बढ़ना आरंभ हो जाएगा। यह प्रक्रिया और अधिक NaOH डालते रहने पर जारी रहेगी। यदि हम विलयन के चालकत्व तथा NaOH के विलयन के

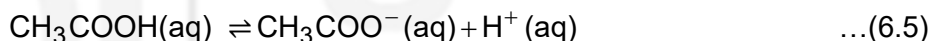
आयतन के बीच आरेख बनाएं तो हमें चित्र 6.1 में दिए गए अनुमापन वक्र जैसा आरेख प्राप्त हो जाएगा।



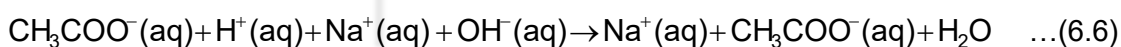
चित्र 6.1: HCl और NaOH के बीच अनुमापन के लिए चालकतामितीय अनुमापन वक्र का व्यवस्थात्मक निरूपण

ऐसीटिक अम्ल तथा NaOH के बीच अनुमापन

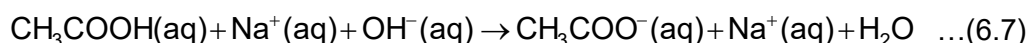
ऐसीटिक अम्ल (एक दुर्बल अम्ल) और NaOH (एक प्रबल क्षारक) के बीच चालकतामितीय अनुमापन के आरंभ में अनुमाप्य के विलयन में ऐसीटिक अम्ल के निम्न प्रकार आयनन से प्राप्त कुछ हाइड्रोजन आयन व ऐसीटेट आयन उपलब्ध होंगे।



आप जानते हैं कि ऐसीटिक अम्ल एक दुर्बल अम्ल है और बहुत कम मात्रा में आयनित होता है; इसलिए विलयन का चालकत्व कम होगा। अनुमापन के आरंभ में NaOH के विलयन की कुछ बूंदें डालने पर विलयन में उपस्थित हाइड्रोजन आयन हाइड्रॉक्साइड आयनों से क्रिया कर अनायनित जल के अणु बनाएंगे

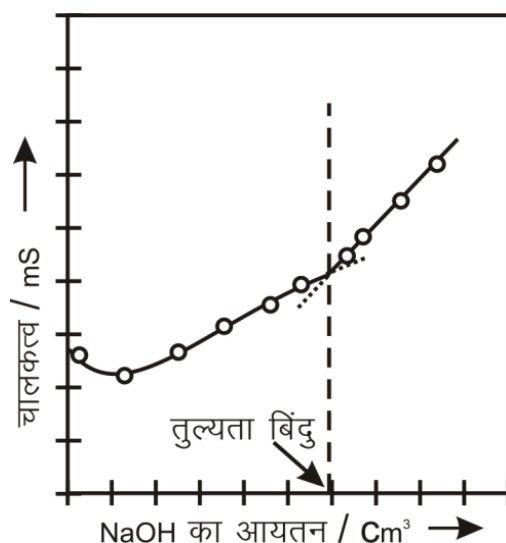


इस प्रक्रिया में उच्च गतिशीलता वाले हाइड्रोजन आयनों के निम्न गतिशीलता वाले सोडियम आयनों द्वारा प्रतिस्थापन के कारण विलयन का चालकत्व कुछ कम हो जाएगा। जब विलयन में उपस्थित सभी मुक्त हाइड्रोजन आयनों का उदासीनीकरण हो जाएगा तब और NaOH डालने पर पह अनायनित ऐसीटिक अम्ल से निम्न प्रकार अभिक्रिया द्वारा सोडियम ऐसीटेट लवण बनाता है।



इसके परिणामस्वरूप विलयन में आयनों की मात्रा व तदनुसार विलयन का चालकत्व बढ़ना आरंभ हो जाएगा। और अधिक सोडियम हाइड्रॉक्साइड का विलयन डालते रहने पर यह प्रक्रिया जारी रहेगी तथा विलयन का चालकत्व तुल्यता बिंदु तक इसी प्रकार बढ़ता रहेगा। तुल्यता बिंदु (अर्थात् जब ऐसीटिक अम्ल का पूर्ण उदासीनीकरण हो जाएगा) के बाद जो भी NaOH डाला जाएगा वह अतिरिक्त सोडियम आयन तथा

हाइड्रॉक्साइड आयन उपलब्ध कराएगा तथा विलयन का चालकत्व बढ़ेगा। क्योंकि हाइड्रॉक्साइड आयनों की गतिशीलता काफी अधिक होती है इसलिए अब चालकत्व में बढ़ोतरी की दर बढ़ जाएगी। विलयन के चालकत्व में बढ़ोतरी की दर में यह परिवर्तन अनुमापन का तुल्यता बिंदु दर्शाता है। ऐसीटिक अम्ल व सोडियम हाइड्रॉक्साइड के बीच अनुमापन का प्ररूपी चालकतामितीय अनुमापन वक्र चित्र 6.2 में दिया गया है।



चित्र 6.2: ऐसीटिक अम्ल व NaOH के बीच अनुमापन के लिए चालकतामितीय अनुमापन वक्र का व्यवस्थात्मक निरूपण

6.3 आवश्यकताएँ

उपकरण		रासायन
चालकतामापी	1	ऑक्सैलिक अम्ल
चालकता सेल	1	ऐसीटिक अम्ल
आयतनी फ्लास्क (50 cm ³)	1	हाइड्रोक्लोरिक अम्ल
ब्यूरेट (50 cm ³)	1	सोडियम हाइड्रॉक्साइड
पिपेट (10 cm ³ तथा 20 cm ³)	प्रत्येक 1	फीनॉलपथेलिन
शंक्वाकार फ्लास्क(100 cm ³)	1	चालकता जल
ब्यूरेट स्टैंड तथा क्लैप	1	
बीकर (50 cm ³)	1	
तोल बोतल	1	
विश्लेषिक तुला	1	
भार पेटी	1	
कीप	1	

उपलब्ध विलयन (निम्नलिखित विलयन आपके परामर्शदाता द्वारा उपलब्ध कराए जाएंगे)

1. **चालकता जल:** यह बार-बार आसवित जल होता है जिसकी वैद्युत चालकता 0.01 mS m^{-1} से कम होती है। इसे उपयोग से पहले उबालना वांछित होता है ताकि इसमें CO_2 की मात्रा न्यूनतम हो जाए।
2. **सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन ($\sim 0.1\text{M}$):** इसे $100\text{-}200 \text{ cm}^3$ चालकता जल में लगभग 4 g NaOH को घोलकर तथा फिर उसे 1 लीटर आयतन तक तनु कर बनाया जाता है।
3. **हाइड्रोक्लोरिक अम्ल ($\sim 0.01\text{M}$):** इसे लगभग 100 cm^3 चालकता जल में लगभग 1 cm^3 सांद्र हाइड्रोक्लोरिक अम्ल मिला कर और उसे 1 लीटर आयतन तक तनु कर बनाया जाता है।
4. **ऐसीटिक अम्ल विलयन ($\sim 0.01 \text{ M}$):** इसे लगभग 100 cm^3 चालकता जल में लगभग 0.6 cm^3 ऐसीटिक अम्ल मिलकार और उसे 1 लीटर आयतन तक तनु करके बनाया जाता है।
5. **फीनॉलपथेलिन सूचक:** इसे 1 g फीनॉलपथेलिन को 100 cm^3 एथेनॉल में घोलकर व उसमें 100 cm^3 जल मिलकार बनाया जाता है। यदि कोई अवक्षेप प्राप्त हो तो उसका निस्संदन कर लिया जाता है।

6.4 क्रियाविधि

आप यहां दो चालकतामितीय अनुमापन करेंगे। इन दोनों की क्रियाविधि एक समान ही है जैसा नीचे दिया गया है। पहले आप हाइड्रोक्लोरिक अम्ल तथा NaOH के बीच चालकतामितीय अनुमापन करेंगे। इसकी क्रियाविधि में निम्नलिखित चरण होते हैं।

- (क) ऑक्सैलिक अम्ल का मानक विलयन बनाना
- (ख) ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन से अनुमापन द्वारा सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन का मानकीकरण करना
- (ग) चालकतामापी का अंशांकन करना
- (घ) दिए गए हाइड्रोक्लोरिक (अथवा ऐसीटिक) अम्ल के विलयन का सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन से चालकतामितीय अनुमापन करना
- (ङ) दिए गए हाइड्रोक्लोरिक (या ऐसीटिक) अम्ल के विलयन की सांद्रता का परिकलन करना

प्रयोग 6.1: HCl का NaOH द्वारा चालकतामितीय अनुमापन

हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के दिए गए विलयन की सांद्रता का चालकतामितीय विधि द्वारा निर्धारण करने के लिए नीचे दी गई क्रियाविधि का चरणबद्ध तरीके से अनुपालन करें

(क) **0.05 M ऑक्सैलिक अम्ल का 100 cm^3 मानक विलयन तैयार करना**

- (i) जैसा आप जानते हैं कि मानक विलयन बनाने के लिए पहले हमें पदार्थ की आवश्यक मात्रा का परिकलन करना होता है। 0.05 M सांद्रता का 100 cm^3 विलयन बनाने के लिए ऑक्सैलिक अम्ल ($M_m = 126 \text{ g mol}^{-1}$) की मात्रा को निम्न प्रकार परिकलित किया जा सकता है।

$$\text{mass (ग्राम में)} = \frac{MVM_m}{1000} = \frac{0.05 \text{ mol dm}^{-3} \times 100 \text{ cm}^3 \times 126 \text{ g mol}^{-1}}{1000 \text{ cm}^3 \text{ dm}^{-3}} = 0.63 \text{ g}$$

- (ii) एक रफ तुला पर लगभग 0.65 g ऑक्सैलिक अम्ल को तोल कर साफ व शुष्क तोल बोतल में स्थानांतरित कर ऑक्सैलिक अम्ल सहित तोल बोतल को यथार्थ रूप से तोल लें।
- (iii) तोले गए आक्सैलिक अम्ल को कांच की कीप की सहायता से एक 100 cm³ क्षमता वाले स्वच्छ आयतनी पलास्क में स्थानांतरित कर लें।
- (iv) तोल बोतल (जिसमें शायद कुछ ऑक्सैलिक अम्ल बचा हो) को फिर से तोल लें तथा इस भार को ऑक्सैलिक अम्ल सहित तोल बोतल के भार (चरण ii) से घटा कर स्थानांतरित किए गए ऑक्सैलिक अम्ल के यथार्थ भार को ज्ञात कर लें।
- (v) आयतनी पलास्क में लगभग 30-40 cm³ आसुत जल डालकर ऑक्सैलिक अम्ल को घोल लें। फिर उसमें और आसुत जल मिलाकर आयतन को 100 cm³ के चिन्ह तक लें जाएं।

(ख) मानक ऑक्सैलिक अम्ल के विलयन से अनुमापन द्वारा सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन का मानकीकरण करना

- (i) एक कीप की सहायता से दिए हुए सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन को ब्यूरेट में भर लें और ब्यूरेट को स्टैंड में लगा लें। ब्यूरेट में पाठ्यांक को पढ़ कर प्रेक्षण सारणी 6.1 में प्रारंभिक पाठ्यांक के कॉलम में नोट कर लें।
- (ii) ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन के 10 cm³ को ध्यानपूर्वक पिपेट कर लें और एक 100 cm³ क्षमता वाले शंक्वाकार पलास्क में स्थानांतरित कर लें। इस इसमें फीनॉलपथेलिन सूचक की 1-2 बूंदें डालें।
- (iii) रंगहीन विलयन को लगातार हिलाते हुए NaOH के विलयन से तब तक अनुमापित करें जब तक एक ऐसा स्थाई गुलाबी रंग प्राप्त न हो जाए जो विलयन को हिलाने पर फीका न हो। ब्यूरेट के पाठ्यांक को प्रेक्षण सारणी 6.1 में अंतिम पाठ्यांक के कॉलम में नोट कर लें।
- (iv) अनुमापन को दो सुसंगत (concordant) पाठ्यांक प्राप्त करने तक दोहराएं तथा उन्हें सारणी 6.1 में नोट कर लें।

(ग) चालकतामापी का अंशांकन

- (i) चालकतामापी को बिजली की सप्लाई से जोड़कर लगभग 10-15 मिनट तक स्थायी होने के लिए छोड़ दें।
- (ii) उपकरण की निर्देश पुस्तिका में दिए गए निर्देशों का अनुसरण कर उसका अंशांकन कर लें। इस कार्य में आपके परामर्शदाता आपकी सहायता करेंगे।

(घ) सोडियम हाइड्रॉक्साइड के मानक विलयन द्वारा हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के विलयन का चालकतामितीय अनुमापन

- (i) अनुमापन का आरंभ करने से पहले आप ब्यूरेट का बूंद आयतन (drop volume) ज्ञात कर लें। इसके लिए NaOH के विलयन से भरी ब्यूरेट के पाठ्यांक को किसी निश्चित मान (माना 0) पर ले जाएं और उसे

नोट कर लें। फिर ध्यानपूर्वक विलयन की 100 बूंदों को गिनकर एक बीकर में निकाल लें और ब्यूरेट के पाट्यांक को फिर से नोट कर लें। इन दो पाट्यांकों के अंतर को 100 से भाग कर बुंद आयतन परिकलित कीजिए।

- (ii) हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के 20 cm³ विलयन को ध्यानपूर्वक पिपेट कर 50 cm³ क्षमता के बीकर में स्थानांतरित कर लें तथा उसमें चालकता मापी से जुड़े चालकता सेल को डाल दें। ध्यान रखें कि चालकता सेल के इलैक्ट्रोड विलयन में ठीक से डूबे हों। यदि ऐसा न हो तो हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के विलयन का 10 cm³ और पिपेट कर बीकर में डाल दें।
- (iii) चालकतामापी की सहायता से विलयन के चालकत्व को माप लें (चालकत्व मापन के लिए उपकरण की निर्देश पुस्तिका का अनुसरण करें) और उसे प्रेक्षण सारणी 6.2 में नोट कर लें।
- (iv) ब्यूरेट से NaOH के विलयन की दो बूंदों को बीकर में डालकर विलयन को कांच की छड़ की सहायता से अच्छे से हिला लें। विलोडक को विलयन से उपर रखते हुए विलयन के चालकत्व को फिर से मापकर प्रेक्षण सारणी 6.2 में नोट कर लें।
- (v) चरण (iv) को दोहराते रहें और अपने प्रेक्षणों को प्रेक्षण सारणी 6.2 में नोट करते रहें। आप देखेंगे कि विलयन के चालकत्व का मान NaOH का विलयन मिलाने पर हर बार कम होता जाता है। एक स्थिति के बाद विलयन के चालकत्व का मान बढ़ना (NaOH के अधिक्य के कारण) आरंभ हो जाएगा। इसके बाद 4-5 प्रेक्षण और कीजिए।
- (vi) विलयन के चालकत्व व NaOH के आयतन (बूंदों की संख्या में) के बीच आरेख बनाएं।
- (vii) प्राप्त आरेख से अनुमापन के तुल्यता बिंदु का निर्धारण कीजिए। इसके लिए उस बिंदु को ज्ञात कीजिए जहां पर हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के उदासीनीकरण के कारण चालकत्व के कम होने के संगत आरेख तथा NaOH के अधिक्य के कारण चालकत्व में बढ़ोतरी के संगत आरेख आपस में मिलते हैं। ऐसा करने के लिए इन दो रेखाओं का बर्हिवेशन कीजिए व उस बिंदु को ज्ञात कीजिए जहां ये रेखाएं परस्पर काटती हैं।

(ड) हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की सांद्रता का परिकलन करना

तुल्यता बिंदु पर NaOH के विलयन के आयतन (बूंदों की संख्या में) को ब्यूरेट के बुंद आयतन द्वारा गुणा कर इसके आयतन को cm³ के मात्रकों में परिवर्तित कीजिए। फिर मोलरता समीकरण में सोडियम हाइड्रॉक्साइड की सांद्रता के साथ-साथ NaOH व HCl के आयतनों का मान रखते हुए दिए गए HCl के विलयन की सांद्रता परिकलित कीजिए। प्राप्त परिणाम को रिपोर्ट कीजिए।

प्रयोग 6.2: CH₃COOH का NaOH के साथ चालकतामितीय अनुमापन

इस प्रयोग की क्रियाविधि के चरण क) से ग) तक HCl के अनुमापन के लिए ऊपर दिए चरणों के समान ही हैं। आपको उन्हीं का अनुसरण करना होगा। उसके उपरांत नीचे दी गई क्रियाविधि का चरणबद्ध अनुसरण कर आप दिए गए ऐसीटिक अम्ल के विलयन की सांद्रता का परिकलन कर सकते हैं।

(घ) सोडियम हाइड्रॉक्साइड के मानक विलयन द्वारा ऐसीटिक अम्ल के विलयन का चालकतामितीय अनुमापन

- (i) ऐसीटिक अम्ल के 20 cm^3 विलयन को ध्यानपूर्वक पिपेट कर 50 cm^3 क्षमता वाले बीकर में स्थानांतरित कर लें तथा उसमें चालकतामापी से जुड़े चालकता सेल को डाल दें। ध्यान रखें कि चालकता सेल के इलैक्ट्रोड विलयन में ठीक से डुबे हों। यदि ऐसा न हो तो हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के विलयन का 10 cm^3 और पिपेट कर बीकर में डाल दें।
- (ii) चालकता मापी की सहायता से विलयन की चालकता के माप लें (चालकता मापन के लिए चालकतामापी की निर्देश पुस्तिका का अनुसरण करें) और अपने प्रेक्षण सारणी 6.3 में नोट कर लें।
- (iii) ब्यूरेट से NaOH के विलयन की एक बुंद को बीकर में डाल कर विलयन को कांच की छड़ से अच्छे से हिला लें। विलोडक को विलयन से उपर रखते हुए विलयन के चालकत्व को मापकर प्रेक्षण सारणी 6.3 में नोट कर लें।
- (iv) चरण (iii) को NaOH की दो-दो बुंदे को लेते हुए दोहराते रहें व अपने प्रेक्षणों को प्रेक्षण सारणी 6.3 में नोट करते रहें। आप प्रेक्षित करेंगे कि हर बार NaOH के विलयन को डालने पर विलयन के चालकत्व का मान धीरे-धीरे बढ़ता जाता है। एक स्थिति के बाद आप पाएंगे कि यह मान NaOH के अधिक्य के कारण तीव्रता से बढ़ना आरंभ हो जाएगा। इसके बाद 4-5 प्रेक्षण और कीजिए।
- (v) विलयन के चालकत्व व NaOH के आयतन (बुंदों की संख्या में) के बीच आरेख बनाएं।
- (vi) प्राप्त आरेख से ऐसीटिक अम्ल के उदासीनीकरण व NaOH के अधिक्य के संगत आरेखों मिलने के स्थान को ज्ञात कर अनुमापन के तुल्यता बिंदु को ज्ञात कीजिए। ऐसा करने के लिए इन दो रेखाओं का बहिर्वेशन कीजिए व उस बिंदु को ज्ञात कीजिए जहां ये रेखाएं परस्पर काटती हैं।

(ङ) ऐसीटिक अम्ल की सांद्रता का परिकलन

तुल्यता बिंदु पर NaOH के विलयन के आयतन (बुंदों की संख्या में) को ब्यूरेट के बुंद आयतन द्वारा गुणा कर इसके आयतन को cm^3 के मात्रकों में परिवर्तित कीजिए। फिर मोलरता समीकरण में सोडियम हाइड्रॉक्साइड की सांद्रता के साथ-साथ NaOH व CH_3COOH के आयतनों का मान रखते हुए दिए गए ऐसीटिक अम्ल के विलयन की सांद्रता परिकलित कीजिए। प्राप्त परिणाम को रिपोर्ट कीजिए।

6.5 प्रेक्षण**0.05M ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन का 100 cm^3 बनाना**

तोल बोतल + ऑक्सैलिक अम्ल का द्रव्यमान = $m_1 \text{ g} = \dots\dots\dots \text{g}$

ऑक्सैलिक अम्ल के स्थानांतरण के बाद तोल बोतल का द्रव्यमान = $m_2 \text{ g} = \dots\dots\dots \text{g}$

(ख) ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन से अनुमापन द्वारा NaOH के विलयन का मानकीकरण

शंक्वाकार फ्लास्क में लिए गए ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन का आयतन = $V_0 = \dots \text{cm}^3$

ब्यूरेट में विलयन = सोडियम हाइड्रॉक्साइड

प्रयुक्त सूचक = फीनॉलफ्थैलिन

प्रेक्षणी सारणी 6.1: सोडियम हाइड्रॉक्साइड का मानकीकरण

क्रम संख्या	ऑक्सैलिक अम्ल का आयतन (cm^3 में)	ब्यूरेट पाठ्यांक		अनुमाप्य मान (cm^3 में) (अंतिम-आरंभिक पाठ्यांक)
		आरंभिक	अंतिम	
1				
2				
3				
4				
5				
सुसंगत मान				

(ड) हाइड्रोक्लोरिक (अथवा ऐसीटिक) अम्ल का सोडियम हाइड्रॉक्साइड से चालकतामितीय अनुमापन

ब्यूरेट का बुंद आयतन परिकलित करने के लिए निम्नलिखित पाठ्यांकों को नोट कीजिए।

ब्यूरेट का आरंभिक पाठ्यांक = $R_1 = \dots\dots\dots$

विलयन की 100 बुंदों के निष्कासन के बाद ब्यूरेट का पाठ्यांक = $R_2 = \dots\dots\dots$

1 बुंद का आयतन = $\frac{(R_2 - R_1)}{100} = \dots\dots\dots \text{cm}^3$

बीकर में लिए गए हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के विलयन का आयतन = $V_H = \dots \text{cm}^3$

बीकर में लिए गए ऐसीटिक अम्ल के विलयन का आयतन = $V_A = \dots \text{cm}^3$

ब्यूरेट में विलयन = सोडियम हाइड्रॉक्साइड

सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन की मोलरता = M_N (मानकीकरण द्वारा प्राप्त की जानी है।)

प्रेक्षणी सारणी 6.2: HCl व NaOH के बीच चालकतामितीय अनुमापन

क्रम संख्या	NaOH की बुंदों की संख्या	चालकत्व (mS m ⁻¹ में)	क्रम संख्या	NaOH की बुंदों की संख्या	चालकत्व (mS m ⁻¹ में)
1			16		
2			17		
3			18		
4			19		
5			20		
6			21		
7			22		
8			23		
9			24		
10			25		
11			26		
12			27		
13			28		
14			29		
15			30		

प्रेक्षणी सारणी 6.3: ऐसीटिक अम्ल व NaOH के बीच चालकतामितीय अनुमापन

क्रम संख्या	NaOH की बुंदों की संख्या	चालकत्व (mS m ⁻¹ में)	क्रम संख्या	NaOH की बुंदों की संख्या	चालकत्व (mS m ⁻¹ में)
1			16		
2			17		
3			18		
4			19		
5			20		
6			21		
7			22		
8			23		
9			24		
10			25		
11			26		
12			27		
13			28		
14			29		
15			30		

6.6 परिकलन

ऊपर रिकार्ड किए गए प्रेक्षणों के आधार पर निम्नलिखित परिकलन कीजिए। इन परिकलनों को चरणबद्ध तरीके से करने की आवश्यकता है। आइए चरण क) से आरंभ करते हैं।

क) **0.05M ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन का 100 cm³ बनाना**

(ऑक्सैलिक अम्ल के बनाए गए विलयन की मोलरता को निम्न प्रकार परिकलित कर सकते हैं।)

$$\text{तोल बोतल + ऑक्सैलिक अम्ल का द्रव्यमान} = m_1 \text{ g} = \dots\dots\dots\text{g}$$

$$\text{ऑक्सैलिक अम्ल के स्थानांतरण के बाद तोल बोतल का द्रव्यमान} \\ = m_2 \text{ g} = \dots\dots\dots\text{g}$$

$$\text{स्थानांतरित ऑक्सैलिक अम्ल का द्रव्यमान} = m_1 - m_2 = m \text{ g} = \dots\dots\text{g}$$

$$\text{ऑक्सैलिक अम्ल का मोलर द्रव्यमान; } M_m = 126 \text{ g mol}^{-1}$$

$$\text{ऑक्सैलिक अम्ल विलयन का प्राप्त आयतन} = 100 \text{ cm}^3$$

ऑक्सैलिक अम्ल के विलयन की मोलरता,

$$M_o = \frac{m \times 1000}{126 \times 100} = \frac{10m}{126} = \dots\dots\dots M$$

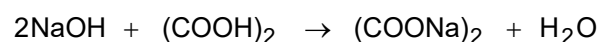
(ख) ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन से अनुमापन द्वारा सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन का मानकीकरण

$$\text{शंक्वाकार फ्लास्क में लिए गए ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन का आयतन} \\ = V_o = \dots\dots\dots \text{cm}^3$$

$$\text{NaOH का प्रयुक्त आयतन (प्रेक्षण सारणी 6.1 से प्राप्त सुसंगत मान)} = \\ V_N = \dots\dots\dots \text{cm}^3$$

दिए गए सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन की सांद्रता को निम्न प्रकार प्राप्त किया जा सकता है।

अनुमापन में होने वाली अभिक्रिया



$$\text{मोलरता समीकरण } M_N V_N = 2M_o V_o$$

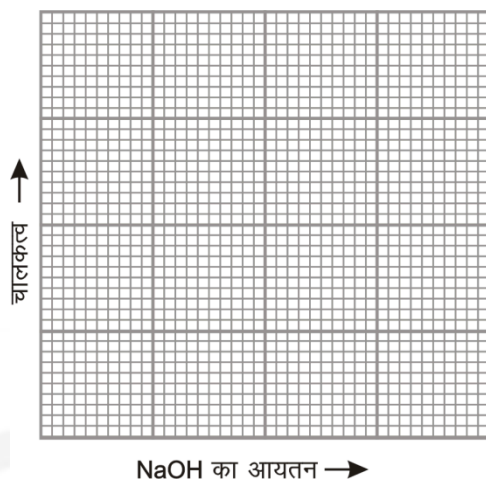
$$\text{सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन की मोलरता } M_N = \frac{2M_o V_o}{V_N} = \dots\dots\dots M$$

$$= M_N = \dots\dots\dots M$$

तुल्यता बिंदु का निर्धारण

HCl व NaOH के बीच अनुमापन

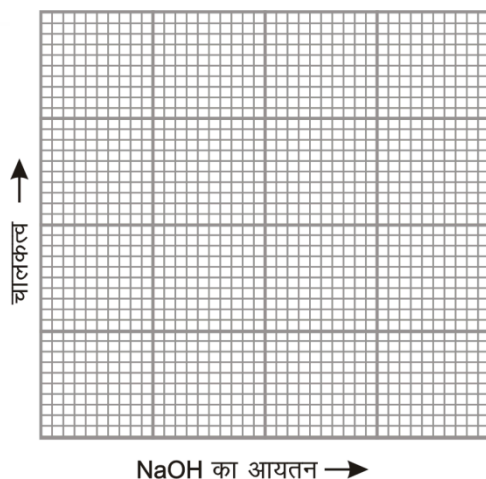
प्रेक्षण सारणी 6.2 में नोट किए गए आंकड़ों के आधार पर मापित चालकत्व (y-अक्ष) और NaOH के आयतन (बुंदों की संख्या में; x-अक्ष) के बीच आरेख बनाए। तुल्यता बिंदु से पहले चालकत्व के कम होने तथा तुल्यता बिंदु के बाद चालकत्व के बढ़ने के संगत रेखाओं के बिर्हिवेशन द्वारा तुल्यता बिंदु को ज्ञात किया जा सकता है। तुल्यता बिंदु इन दो रेखाओं के परस्पर काटने के स्थान पर स्थित होता है। तुल्यता बिंदु से ग्राफ के x-अक्ष पर एक लंब बनाकर तुल्यता बिंदु पर प्रयुक्त NaOH के आयतन को ज्ञात कीजिए।



आरेख 1: HCl व NaOH के बीच चालकतामितीय अनुमापन

ऐसीटिक अम्ल व NaOH के बीच अनुमापन

प्रेक्षण सारणी 6.3 में नोट किए गए आंकड़ों के आधार पर मापित चालकत्व (y-अक्ष) और NaOH के आयतन (बुंदों की संख्या में; x-अक्ष) के बीच आरेख बनाए। ऐसीटिक अम्ल के उदासीनीकरण के कारण चालकत्व के बढ़ने व NaOH के अधिक्य के कारण चालकत्व के तीव्रता से बढ़ने के संगत आरेखों के बिर्हिवेशन द्वारा तुल्यता बिंदु ज्ञात कीजिए। तुल्यता बिंदु इन दो रेखाओं के परस्पर काटने के स्थान पर स्थित होता है। तुल्यता बिंदु से x-अक्ष पर लंब बना कर तुल्यता बिंदु पर NaOH के प्रयुक्त आयतन को ज्ञात कीजिए।



आरेख 2: CH₃COOH व NaOH के बीच चालकतामितीय अनुमापन

हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की सांद्रता का परिकलन

बीकर में लिए गए हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के विलयन का आयतन = $V_H = \dots \text{cm}^3$

प्रयुक्त सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन की मोलरता (मानकीकरण द्वारा प्राप्त) = M_N

$$= \dots M$$

सोडियम हाइड्रॉक्साइड का प्रयुक्त आयतन (बुंदों की संख्या में) (आरेख 1 से)

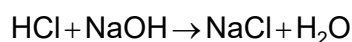
सोडियम हाइड्रॉक्साइड आयतन (cm^3 में) = बुंदों की संख्या X एक बुंद का आयतन

$$= \dots \text{cm}^3$$

माना हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के विलयन की मोलरता

$$= M_H = \dots M$$

अनुमापन में होने वाली अभिक्रिया



मोलरता समीकरण $M_H V_H = M_N V_N$

हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के विलयन की मोलरता: $M_H = \frac{M_N V_N}{V_H}$

मानों को रखते हुए, हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के विलयन की मोलरता

$$= M_H = \dots M$$

हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की प्रबलता = मोलरता x मोलर द्रव्यमान

$$= M_H \text{ mol dm}^{-3} \times 36.5 \text{ g mol}^{-1} = \dots \text{g dm}^{-3}$$

ऐसीटिक अम्ल की सांद्रता का परिकलन

बीकर में लिए गए ऐसीटिक अम्ल के विलयन का आयतन = $V_A = \dots \text{cm}^3$

प्रयुक्त सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन की मोलरता (मानकीकरण से प्राप्त) = M_N

$$= \dots M$$

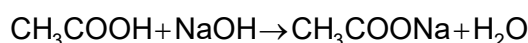
सोडियम हाइड्रॉक्साइड का प्रयुक्त आयतन (बुंदों की संख्या में) (आरेख 2 से)

सोडियम हाइड्रॉक्साइड का आयतन (cm^3 में) =

$$\text{बुंदों की संख्या} \times 1 \text{ बुंद का आयतन} = V_N = \dots \text{cm}^3$$

माना ऐसीटिक अम्ल की मोलरता = M_A

अनुमापन में होने वाली अभिक्रिया



मेलरता समीकरण: $M_A V_A = M_N V_N$

$$\text{ऐसीटिक अम्ल की मोलरता} = M_A = \frac{M_N V_N}{V_A}$$

मानों को रखते हुए, ऐसीटिक अम्ल की मोलरता: $M_A = \dots M$

ऐसीटिक अम्ल की प्रबलता = मोलरता x मोलर द्रव्यमान

$$= M_A \text{ mol dm}^{-3} \times 60 \text{ g mol}^{-1} = \dots \text{g dm}^{-3}$$

6.7 परिणाम

1. दिए गए हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की NaOH से चालकतामितीय अनुमापन द्वारा निर्धारित प्रबलता =g dm⁻³
2. दिए गए ऐसीटिक अम्ल विलयन की NaOH से चालकतामितीय अनुमापन द्वारा निर्धारित प्रबलता =g dm⁻³



अम्लों तथा क्षारकों के विभवमितीय अनुमापन

संरचना

7.1	प्रस्तावना	7.4	क्रिया विधि
	उद्देश्य	7.5	प्रेक्षण
7.2	सिद्धांत	7.6	परिकलन
7.3	आवश्यकताएँ	7.7	परिणाम

7.1 प्रस्तावना

पिछले प्रयोग में आपने अम्लों तथा क्षारकों के चालकतामितीय अनुमापन के बारे में सीखा था। इनमें अनुमापन की प्रगति के दौरान विलयन के चालकत्व में होने वाले परिवर्तन का अनुसरण किया जाता है तथा उसका उपयोग अनुमापन के तुल्यता बिंदु को ज्ञात करने के लिए किया जाता है। प्रस्तुत प्रयोग में आप अम्ल-क्षारक अनुमापन में तुल्यता बिंदु को ज्ञात करने के लिए एक अन्य यंत्रिय विधि का अध्ययन करेंगे। इस विधि को विभवमिती कहा जाता है इस विधि में अनुमापन का तुल्यता बिंदु ज्ञात करने के लिए अनुमापन की प्रगति के दौरान जिस विलयन का विश्लेषण करना होता है उससे विनिर्मित गैल्वैनी सेल के EMF का अनुसरण किया जाता है। चालकतामिती की तरह विभवमिती विधि भी गहरे रंग के अथवा आविल (turbid) विलयनों के विश्लेषण में महत्वपूर्ण होती है जहां पर उपयुक्त दृश्य सूचक (visual indicators) उपलब्ध नहीं होते हैं। आप यहां पर दो अम्ल-क्षारक विभवमितीय अनुमापनों के बारे में सीखेंगे व उन्हें करेंगे। इनमें से पहला अनुमापन HCl (एक प्रबल अम्ल) तथा NaOH (एक प्रबल क्षारक) तथा दूसरा अनुमापन CH₃COOH (एक दुर्बल अम्ल) व NaOH (एक प्रबल क्षारक) के बीच है।

अगले प्रयोग में आप विभिन्न अभिलक्षकीय समूहों वाले कार्बनिक यौगिकों के गुणात्मक विश्लेषण के बारे में सीखेंगे।

उद्देश्य

इस प्रयोग का अध्ययन करने व उसे करने के बाद, आप :

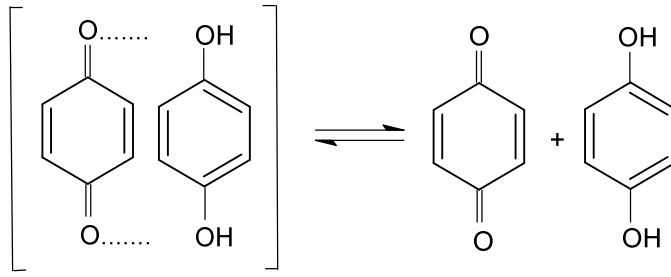
- ❖ विभवमितीय अनुमापनों को परिभाषित कर सकेंगे तथा उनका महत्व बता सकेंगे;

- ❖ एक प्रबल (अथवा दुर्बल) अम्ल व एक प्रबल क्षारक के बीच विभवमितीय अनुमापन वक्र की प्रकृति की व्याख्या कर सकेंगे;
- ❖ ऑक्सैलिक अम्ल का मानक विलयन बना सकेंगे तथा उसके उपयोग द्वारा सोडियम हाइड्रॉक्साइड के दिए गए विलयन का मानकीकरण कर सकेंगे;
- ❖ HCl (अथवा ऐसीटिक अम्ल) तथा NaOH के बीच विभवमितीय अनुमापन कर सकेंगे;
- ❖ HCl (अथवा ऐसीटिक अम्ल) तथा NaOH के बीच अनुमापन के दौरान सेल emf में परिवर्तन का आरेख (अनुमापन वक्र) बना सकेंगे;
- ❖ अवकलन आरेख बनाकर अनुमापन वक्र से अनुमापन का तुल्यता बिंदु ज्ञात कर सकेंगे; तथा
- ❖ दिए गए HCl (अथवा ऐसीटिक अम्ल) के विलयन की प्रबलता परिकलित कर सकेंगे।

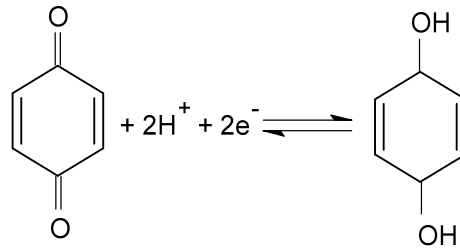
7.2 सिद्धांत

जैसा ऊपर बताया गया है कि जब विश्लेषित किया जाने वाला विलयन गहरे रंग का अथवा आविल (turbid) हो तो हम दृश्य सूचकों का उपयोग नहीं कर सकते हैं क्योंकि वह दृश्य सूचक में रंग परिवर्तन को प्रच्छादित (mask) कर देते हैं। ऐसे में, अनुमापन की एक वैकल्पिक विधि का उपयोग किया जाता है जिसमें हम एक उपकरण की सहायता से निकाय के किसी भौतिक गुण में परिवर्तन का अनुसरण करते हैं। जिस विलयन का निर्धारण करना होता है उससे प्राप्त इलैक्ट्रोड का विभव भी एक ऐसा भौतिक गुण है तथा विभवमापी उसे मापने का उपकरण है। ऐसे अनुमापनों को हम **विभवमितीय अनुमापन (potentiometric titration)** कहते हैं। आप जानते हैं कि किसी प्ररूपी अम्ल-क्षारक अनुमापन के दौरान हाइड्रोजन आयनों की सांद्रता परिवर्तित होती है। इसलिए ऐसी कोई भी विधि, जिससे हम विलयन में हाइड्रोजन आयनों की सांद्रता को प्रभावी रूप से माप सकते हैं, उसका उपयोग अनुमापन की प्रगति का अनुसरण करने के लिए किया जा सकता है। आपने अपनी पिछली कक्षाओं तथा बी.सी.एच.सी.टी. -135 पाठ्यक्रम की इकाई 7 व 8 में सीखा है कि यदि हाइड्रोजन आयनों के प्रति उत्क्रमणीय इलैक्ट्रोड को किसी जलीय विलयन में डुबोते हैं तो उसका विभव विलयन में हाइड्रोजन आयनों की सांद्रता के समानुपाती होता है। इस प्रकार के तीन इलैक्ट्रोडों को सामान्यतः विलयन में हाइड्रोजन आयनों की सांद्रता (तदनुसार pH) के निर्धारण के लिए किया जाता है। ये हैं; हाइड्रोजन इलैक्ट्रोड, कांच का इलैक्ट्रोड तथा क्विनहाइड्रोन इलैक्ट्रोड।

इनमें से हाइड्रोजन इलैक्ट्रोड हालांकि बहुत प्रभावी होता है परन्तु इसका उपयोग रोजमर्रा के pH मापन में नहीं किया जाता क्योंकि इसको स्थापित करना जटिल होता है। क्विनहाइड्रोन इलैक्ट्रोड अपेक्षाकृत सस्ता होता है और इसको बनाना भी सरल होता है। इस प्रयोग में हम इसी इलैक्ट्रोड का उपयोग करेंगे। इस विधि में हम जिस विलयन का विश्लेषण करना होता है उसमें क्विनहाइड्रोन यौगिक (जिसे Q.QH₂ द्वारा दर्शाया जाता है) डालते हैं।



क्विनहाइड्रोन जल में अल्प विलेय होता है तथा विलयन में उपचयित स्पीशीज़, क्विनोन (Q) तथा अपचयित स्पीशीज़, हाइड्रोक्विनोन (QH₂) की बराबर सांद्रताएं उपलब्ध कराता है। क्विनोन तथा हाइड्रोक्विनोन के मिश्रण वाले विलयन में प्लैटिनम इलेक्ट्रोड को डुबोने पर हमें एक अपचयोपचय इलेक्ट्रोड (redox electrode) प्राप्त होता है जिसे **क्विनहाइड्रोन इलेक्ट्रोड** कहते हैं तथा यह हाइड्रोजन आयनों के प्रति उत्क्रमणीय होता है। इस इलेक्ट्रोड की अभिक्रिया में क्विनोन तथा हाइड्रोक्विनोन के बीच इलेक्ट्रॉनों का स्थानांतरण होता है तथा इसे निम्न प्रकार दर्शाया जा सकता है।



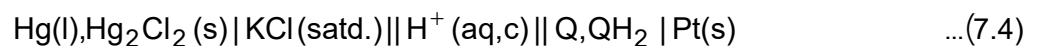
क्विनहाइड्रोन इलेक्ट्रोड का विभव निम्नलिखित समीकरण द्वारा दिया जा सकता है।

$$E_{Q|QH_2} = E_{Q|QH_2}^0 - \frac{RT}{2F} \ln \frac{[QH_2]}{[Q][H^+]^2} \quad \dots(7.2)$$

298 K पर क्विनहाइड्रोन इलेक्ट्रोड का मानक विभव 0.6994 V पाया गया है। इसके अलावा विलयन में उपचयित व अपचयित स्पीशीज़ की सांद्रताएं बराबर होती है। इन तथ्यों का उपयोग करने पर समीकरण 7.2 निम्न प्रकार सरलीकृत हो जाता है।

$$E_{Q|QH_2} = (0.6994 - 0.0592 \text{ pH})V \quad \dots(7.3)$$

इस प्रकार हम देख सकते हैं कि क्विनहाइड्रोन इलेक्ट्रोड का विभव विलयन की pH के मान पर निर्भर करता है। यानि विलयन के pH मान के बढ़ने पर इलेक्ट्रोड का विभव कम होता है। अब चूंकि हम एकल इलेक्ट्रोड का विभव नहीं माप सकते हैं इसलिए हम इसे किसी मानक इलेक्ट्रोड (सामान्यतः संतृप्त कैलोम इलेक्ट्रोड, SCE) अथवा Ag-AgCl इलेक्ट्रोड) के साथ संयोजित कर एक गैल्वैनी सेल का विनिर्माण करते हैं। इस प्रकार प्राप्त सेल को निम्न प्रकार दर्शाया जा सकता है।



सेल emf, $E_{\text{सेल}}$ को निम्न प्रकार दिया जा सकता है

$$E_{\text{cell}} = E_R - E_L \quad \dots(7.5)$$

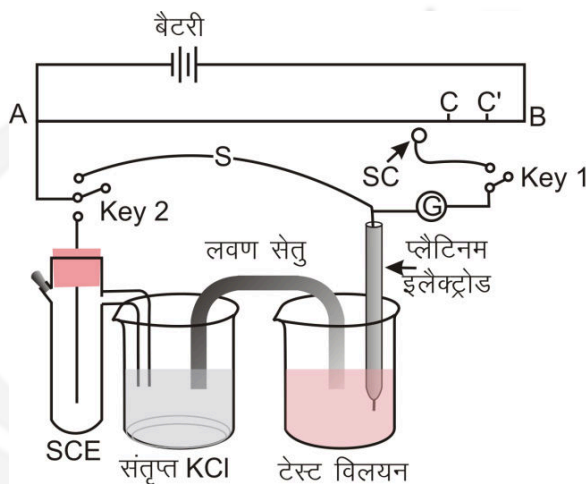
298 K पर संतृप्त कैलोमेल इलेक्ट्रोड का मानक विभव 0.2682 V होता है। समीकरण (7.3) में मानों को रखते हुए हम पाते हैं ।

$$E_{\text{cell}} = (0.6994 - 0.0592 \text{ pH}) \text{ V} - 0.2682 \text{ V} = (0.4312 - 0.0592 \text{ pH}) \text{ V} \quad \dots(7.6)$$

इस प्रकार आप देख सकते हैं कि टेस्ट विलयन से प्राप्त क्विनहाइड्रोन इलेक्ट्रोड व संतृप्त कैलोमेल इलेक्ट्रोड के संयोजन से विनिर्मित गैल्वैनी सेल के emf का मान विलयन की pH से संबंधित होता है। विलयन की pH के बढ़ने पर सेल emf का मान घटता है। इस समीकरण को हाइड्रोजन आयनों की सांद्रता के रूप में निम्न प्रकार दिया जा सकता है।

$$E_{\text{cell}} = (0.4312 + 0.0592 \log [H^+]) \text{ V} \quad \dots(7.7)$$

एक प्ररूपी अम्ल-क्षारक विभवमितीय अनुमापन में हम अम्ल के विलयन को एक बीकर में लेकर उसमें चुटकी भर क्विनहाइड्रोन डालकर व प्लैटिनम की तार को डुबोकर क्विनहाइड्रोन इलेक्ट्रोड प्राप्त करते हैं। फिर इस इलेक्ट्रोड को संतृप्त कैलोमेल इलेक्ट्रोड (SCE) अथवा Ag-AgCl इलेक्ट्रोड जैसे संदर्भ इलेक्ट्रोड से लवण सेतु द्वारा संयोजित कर गैल्वैनी सेल प्राप्त कर लेते हैं। फिर विभवमापी की सहायता से इस प्रकार प्राप्त सेल के emf को अनुमापक के आयतन के फलन के रूप में मापा जाता है। अनुमापन के आयतन के फलन के रूप में प्राप्त सेल emf के आंकड़ों को आरेखित कर विभवमितीय अनुमापन वक्र प्राप्त किया जाता है।



चित्र 7.1: सेल के emf मापन की प्रायोगिक व्यवस्था का व्यवस्थात्मक निरूपण।

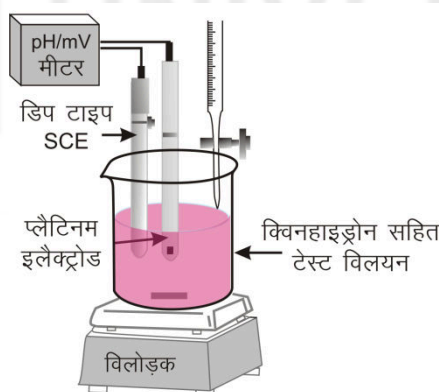
इस प्रकार विभवमितीय विश्लेषण के लिए व्यवस्थित गैल्वैनी सेल की प्ररूपी प्रयोगात्मक व्यवस्था में तीन घटक होते हैं। ये हैं: एक सूचक इलेक्ट्रोड (indicator electrode), एक संदर्भ इलेक्ट्रोड (reference electrode), तथा लवण सेतु (salt bridge)। सूचक इलेक्ट्रोड वह होता है जिसका विभव विश्लेषित नमूने की सांद्रता में परिवर्तन से परिवर्तित होता है। प्रस्तुत प्रयोग में क्विनहाइड्रोन इलेक्ट्रोड सूचक इलेक्ट्रोड का कार्य करता है। दूसरी ओर संदर्भ इलेक्ट्रोड वह होता है जिसका विभव ज्ञात होता है और जो दिए गए ताप पर स्थिर रहता है तथा विश्लेषित विलयन के संघटन पर निर्भर नहीं करता है। यहां पर SCE अथवा Ag-AgCl संदर्भ इलेक्ट्रोड हैं। यहां यह नोट करना महत्वपूर्ण है कि सेल व्यवस्थित करते हुए संदर्भ इलेक्ट्रोड को सेल चित्र में सदैव बाईं ओर का इलेक्ट्रोड बनाते हैं। तीसरे घटक, यानि लवण सेतु का कार्य यह होता है कि वह टेस्ट विलयन तथा संदर्भ इलेक्ट्रोड के विलयनों को एक दूसरे से मिलने से रोकता है। सेल emf के विभवमितीय मापन की प्रायोगिक व्यवस्था को चित्र 7.1 में दिया गया है।

सेल emf को विभवमापी (potentiometer) द्वारा मापा जाता है जो एक एकरूप प्रतिरोधक तार (AB), एक बैटरी जिसका emf मापित सेल के emf अधिक हो, ज्ञात emf का एक मानक सेल (S), दो कुंजियां, एक गैल्वैनोमीटर (G) तथा एक सरक जोड़ (sliding contact, SC) के मिलकर बना होता है। ये अवयव चित्र 7.1 के अनुरूप व्यवस्थित होते हैं।

सेल emf के मापन के लिए जिस सेल के emf का मापन करना होता है उसे कुंजी 2 (यह एक दो तरफ़ी कुंजी होती है) का उपयुक्त रूप से उपयोग कर परिपथ में लाया जाता है। सेल के दूसरे सिरे को गैल्वैनोमीटर (G) से होते हुए एक सरक जोड़ (SC) के साथ जोड़ा जाता है। सरक जोड़ की स्थिति को परिवर्तित कर उस स्थिति (माना बिंदु C) तक लाया जाता है जहां पर गैल्वैनोमीटर शुन्य विद्युत धारा प्रवाह को दर्शाता है अर्थात् गैल्वैनोमीटर में कोई विक्षेपण (deflection) नहीं होता है। इसे शुन्य विक्षेपण बिंदु (null point) कहते हैं। इस बिंदु C की स्थिति को नोट कर लिया जाता है। ऐसे में सेल का emf लंबाई AC के समानुपाती होता है। फिर कुंजी 2 की स्थिति परिवर्तित कर ज्ञात विभव वाले मानक सेल (S) को परिपथ में लाया जाता है। एक बार फिर उसी प्रक्रिया को दोहराकर शुन्य विक्षेपण बिंदु (माना C') को ज्ञात कर लिया जाता है। ऐसे में मानक सेल के emf का मान लंबाई AC' के समानुपाती होगा। ऐसे में हम लिख सकते हैं कि

$$\frac{E_{\text{cell}}}{E_s} = \frac{AC}{AC'} \Rightarrow E_{\text{cell}} = E_s \times \frac{AC}{AC'}$$

यद्यपि आजकल लगभग सभी प्रयोगशालाओं में सीधे पठन वाले विभवमापियों का उपयोग होता है। सामान्यतः यथाता में ज्यादा हानि के बिनाए उपलब्ध व्यवसायिक pH मापी का उपयोग भी विभवमापी के रूप में किया जा सकता है। इन्हें व्यवस्थित करना व उपयोग करना अत्यंत सरल होता है। और यदि हम डिप प्ररूपी (dip type) संतृप्त कैलोमेल इलैक्ट्रोड का उपयोग करें तो प्रयोगात्मक व्यवस्था और भी सरल हो जाती है। ऐसे में हमे लवण सेतु तथा KCl वाले दूसरे बीकर का उपयोग करने की आवश्यकता भी नहीं होती है तथा विभवमितीय अनुमापन की प्रयोगात्मक व्यवस्था सरलीकृत होकर चित्र 7.2 में दिए अनुसार हो जाती है।



चित्र 7.2: pH मापी तथा डिप प्ररूपी संतृप्त कैलोमेल इलैक्ट्रोड का उपयोग कर विभवमितीय अनुमापन की प्रायोगिक मापन की प्रायोगिक व्यवस्था का व्यवस्थात्मक निरूपण।

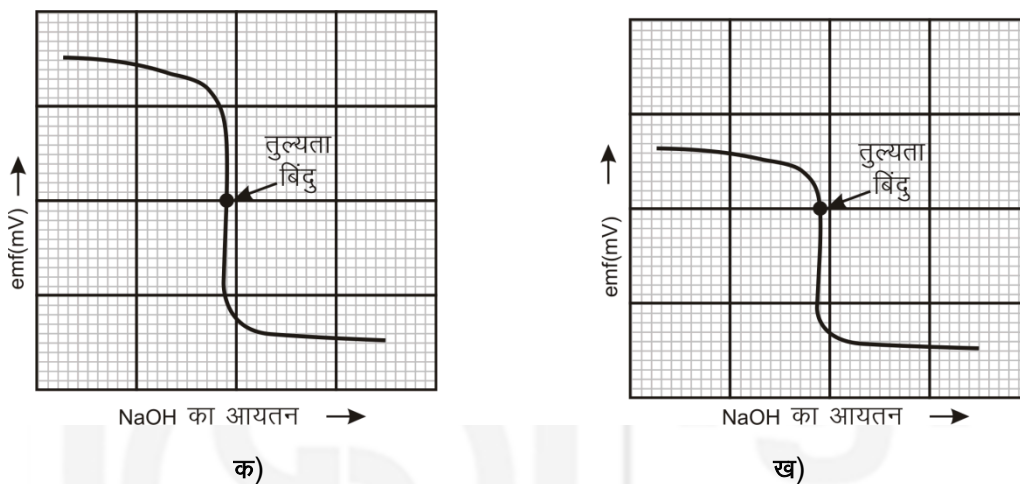
HCl तथा NaOH के बीच अनुमापन

समीकरण 7.7 के अनुसार सेल emf तथा हाइड्रोजन आयनों की सांद्रता निम्न प्रकार संबंधित होती हैं।

$$E_{\text{cell}} = (0.4312 + 0.0592 \log [H^+])V$$

HCl और NaOH के बीच अनुमापन के आरंभ में विलयन में हाइड्रोजन आयनों की सांद्रता अधिक होगी व उसके संगत E_{cell} का कुछ मान होगा। NaOH से अनुमापन के दौरान हाइड्रोजन आयनों की सांद्रता निरंतर घटती जाएगी तथा सेल emf का मान धीरे-धीरे कम होता जाएगा। तुल्यता बिंदु के समीप हाइड्रोजन आयनों की सांद्रता तेजी से कम हो जाएगी जिससे emf के मान में भी तीव्र कमी हो जाएगी। तुल्यता बिंदु के बाद एक बार फिर सेल emf में परिवर्तन धीमा हो जाता है। इन परिवर्तनों को अनुमापन वक्र के रूप में दर्शाया जा सकता है।

अनुमापन वक्र की प्रकृति इस पर निर्भर करती है कि अम्ल प्रबल है या दुर्बल तथा प्रयुक्त क्षारक की प्रकृति कैसी है। दुर्बल अम्लों (व क्षारकों) के लिए अनुमापन वक्र की प्रकृति अम्ल (अथवा क्षारक) के आयनन स्थिरांक पर भी निर्भर करती है। प्रबल अम्ल (तथा दुर्बल अम्ल) के प्रबल क्षारक के साथ अनुमापन के संगत अनुमापन वक्रों को चित्र 7.3 में दर्शाया गया है।



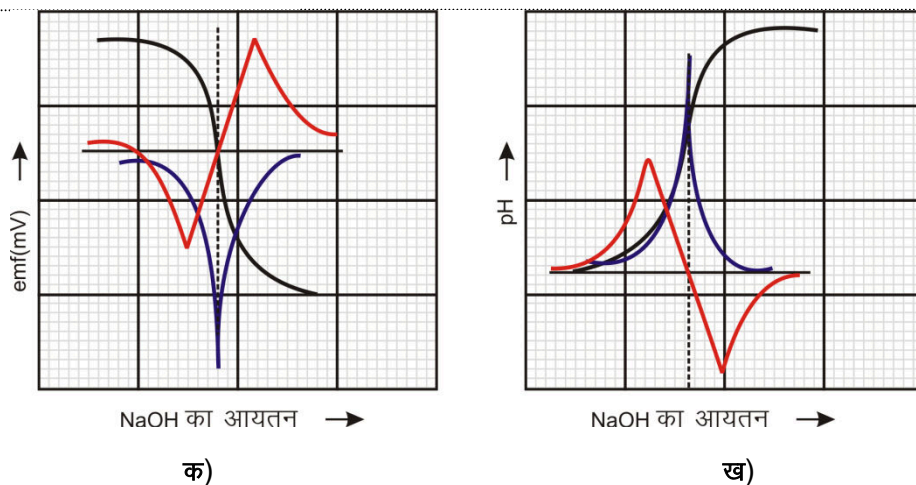
चित्र 7.3: क) HCl व NaOH के बीच तथा ख) CH_3COOH व NaOH के बीच अम्ल-क्षारक अनुमापन के प्ररूपी विभवमितीय अनुमापन वक्र।

आप अनुमापन वक्र की लघु-गुणकीय प्रकृति को नोट कर सकते हैं। वह स्थान जहां पर वक्र की ढलान अधिकतम ऋणात्मक होती है नति परिवर्तन बिंदु (inflection point) कहलाता है तथा अनुमापन के तुल्यता बिंदु को दर्शाता है। परन्तु वक्र को देखकर इसे ढूँढना सरल नहीं होता है। इसके लिए हमें अवकलन आरेख बनाने की आवश्यकता

होती है जो दो प्रकार के होते हैं। प्रथम अवकलन का आरेख $(\frac{\Delta \text{emf}}{\Delta V}$ बनाम V)

अनुमापक के आयतन के फलन के रूप में प्रति इकाई आयतन emf में परिवर्तन की दर को दर्शाता है। एक विभवमितीय अनुमापन वक्र के प्ररूपी अवकलन आरेख को चित्र 7.4 क) में दर्शाया गया है। इस आरेख का न्यूनतम तुल्यता बिंदु को दर्शाता है। कभी-कभी प्रथम अवकलन आरेख का न्यूनतम काफी विस्तृत (फैला हुआ) होता है तथा तुल्यता बिंदु को यथाता पूर्ण ज्ञात करना संभव नहीं हो पाता है। ऐसे में हम द्वितीय अवकलन आरेख $(\frac{\Delta(\Delta \text{emf})}{\Delta(\Delta V)}$ बनाम V) बनाते हैं। इस केस में तुल्यता बिंदु पर emf का मान तीव्रता से

ऋणात्मक मान से धनात्मक मान में परिवर्तित होता है। वह बिंदु जहां यह आरेख x-अक्ष से मिलता है अनुमापन का तुल्यता बिंदु दर्शाता है। कभी-कभी विभवमितीय अनुमापनों में हम सेल emf के बजाए विलयन की pH को मापते हैं। ऐसे में अनुमापन वक्र को विलयन की pH तथा अनुमापक के आयतन के बीच बनाया जाता है। इस प्रकार का अनुमापन वक्र व उसके संगत अवकलन आरेखों को चित्र 7.4 ख) में दर्शाया गया है।



चित्र 7.4: क) व्यवस्थात्मक विभवमितीय अनुमापन वक्र (काला); व उसके संगत प्रथम अवकलन (नीला) तथा द्वितीय अवकलन (लाल) वक्र ख) व्यवस्थात्मक pH अनुमापन वक्र (काला) व उसके संगत प्रथम अवकलन आरेख (नीला) व द्वितीय अवकलन आरेख (लाल)।

आइए जानते हैं कि अवकलन आरेखों को बनाने के लिए उपयुक्त आंकड़ों को किस प्रकार परिकलित किया जाता है। मान लीजिए कि किसी विभवमितीय अनुमापन में अनुमापक के आयतन तथा उसके संगत प्रेक्षित सेल emf के मानों को सारणी 7.1 में कॉलम 2 व 3 में दिया गया है।

प्रथम अवकलन आरेख बनाने के लिए आंकड़ों का परिकलन

V' अर्थात् x-अक्ष पर अंकित करने वाले मानों को दो लगातार आयतनों के औसत के रूप में लिया जाता है।

$$V_1' = \frac{(V_1 + V_2)}{2}$$

इसी प्रकार F' , अर्थात् y-अक्ष पर अंकित करने वाला मान दो emf मानों के अंतर व उनके संगत अनुमापक के आयतनों के अंतर का अनुपात होता है अर्थात्

$$F_1' = \frac{(E_2 - E_1)}{(V_2 - V_1)}$$

द्वितीय अवकलन आरेख बनाने के लिए आंकड़ों का परिकलन

V'' अर्थात् x-अक्ष पर अंकित करने वाले मान दो V' मानों का औसत होते हैं

$$V_1'' = \frac{(V_1' + V_2')}{2}$$

इसी प्रकार F'' का मान दो F' मानों के अंतर व उनके संगत V' मानों के अंतर का अनुपात होता है।

$$F_1'' = \frac{(F_2' - F_1')}{(V_2' - V_1')}$$

आप सारणी 7.1 में दिए परिकलन के नमूने के आधार पर अपने प्रेक्षणों के लिए इन मानों को परिकलित कर सकते हैं।

सारणी 7.1: अवकलन आरखों के लिए आंकड़े परिकलित करने का नमूना

S.No	Vol, V	emf, E	V'	$F' = \frac{\Delta emf}{\Delta v}$	V''	$F'' = \frac{\Delta emf}{\Delta(\Delta v)}$
1	V ₁	E ₁				
			$V'_1 = \frac{(V_1 + V_2)}{2}$	$F'_1 = \frac{(E_2 - E_1)}{(V_2 - V_1)}$		
2	V ₂	E ₂			$V''_1 = \frac{(V'_1 + V'_2)}{2}$	$F''_1 = \frac{(F'_2 - F'_1)}{(V'_2 - V'_1)}$
			$V'_2 = \frac{(V_2 + V_3)}{2}$	$F'_2 = \frac{(E_3 - E_2)}{(V_3 - V_2)}$		
3	V ₃	E ₃			$V''_1 = \frac{(V'_2 + V'_3)}{2}$	$F''_2 = \frac{(F'_3 - F'_2)}{(V'_3 - V'_2)}$
			$V'_3 = \frac{(V_3 + V_4)}{2}$	$F'_3 = \frac{(E_4 - E_3)}{(V_4 - V_3)}$		
4	V ₄	E ₄			$V''_3 = \frac{(V'_3 + V'_4)}{2}$	$F''_3 = \frac{(F'_4 - F'_3)}{(V'_4 - V'_3)}$
			$V'_4 = \frac{(V_4 + V_5)}{2}$	$F'_4 = \frac{(E_5 - E_4)}{(V_5 - V_4)}$		
5	V ₅	V ₅			$V''_4 = \frac{(V'_4 + V'_5)}{2}$	$F''_4 = \frac{(F'_5 - F'_4)}{(V'_5 - V'_4)}$
			$V'_5 = \frac{(V_5 + V_6)}{2}$	$F'_5 = \frac{(E_6 - E_5)}{(V_6 - V_5)}$		
6	V ₆	E ₆			$V''_5 = \frac{(V'_5 + V'_6)}{2}$	$F''_5 = \frac{(F'_6 - F'_5)}{(V'_6 - V'_5)}$
			$V'_6 = \frac{(V_6 + V_7)}{2}$	$F'_6 = \frac{(E_7 - E_6)}{(V_7 - V_6)}$		
7	V ₇	E ₇				

7.3 आवश्यकताएँ

उपकरण		रासायन
ब्यूरेट (50 cm ³)	1	हाइड्रोक्लोरिक अम्ल
पिपेट (10 cm ³ तथा 20 cm ³)	प्रत्येक 1	सोडियम हाइड्रॉक्साइड
आयतनी फ्लास्क (100 cm ³)	1	ऐसीटिक अम्ल
शंक्वाकार फ्लास्क (100 cm ³)	1	ऑक्सैलिक अम्ल

बीकर (50 cm ³)	2	फीनॉलपथेलिन
ब्यूरेट स्टैंड तथा क्लैप	1	क्विनहाइड्रोन
चुंबकीय विलोडक (चुंबकीय सुई सहित)	1	आसुत जल
तोल बोतल	1	
विश्लेषिक तुला	1	
भार पेटी	1	
कीप	1	
विभवमापी / मापी	1	
संतृप्त कैलोमेल इलैक्ट्रोड / Ag-AgCl इलैक्ट्रोड	1	
प्लैटिनम की तार	1	
संयोजी तारें	कुछ	

उपलब्ध विलयन (निम्नलिखित विलयन आपके परामर्शदाता द्वारा उपलब्ध कराए जाएंगे)

1. **सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन (~0.1M):** इसे 100-200 cm³ आसुत जल में लगभग 4 g NaOH को घोलकर तथा फिर उसे 1 लीटर आयतन तक तनु कर बनाया जाता है।
2. **हाइड्रोक्लोरिक अम्ल (~0.01M):** इसे लगभग 100 cm³ आसुत जल में लगभग 1 cm³ सांद्र हाइड्रोक्लोरिक अम्ल मिला कर और उसे 1 लीटर आयतन तक तनु कर बनाया जाता है।
3. **ऐसीटिक अम्ल विलयन (~0.01 M):** इसे लगभग 100 cm³ आसुत जल में लगभग 0.6 cm³ ऐसीटिक अम्ल मिलकार और उसे 1 लीटर आयतन तक तनु करके बनाया जाता है।
4. **फीनॉलपथेलिन सूचक:** इसे 1 g फीनॉलपथेलिन को 100 cm³ एथेनॉल में घोलकर व उसमें 100 cm³ जल मिलकार बनाया जाता है। यदि कोई अवक्षेप प्राप्त हो तो उसका निस्संदन कर लिया जाता है।

7.4 क्रियाविधि

जैसा प्रस्तावना में बताया गया है आप यहां दो विभवमितीय अनुमापन करेंगे। इन दोनों अनुमापनों की क्रियाविधि एक समान है जो कि नीचे दी गई है। पहले आप हाइड्रोक्लोरिक अम्ल तथा NaOH के बीच विभवमितीय अनुमापन करेंगे। इस प्रयोग की क्रियाविधि के निम्नलिखित चरण हैं।

- (क) ऑक्सैलिक अम्ल का मानक विलयन बनाना
- (ख) ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन से अनुमापन द्वारा सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन का मानकीकरण करना

- (ग) pH मापी / विभवमापी का अंशांकन करना
- (घ) दिए गए हाइड्रोक्लोरिक (अथवा ऐसीटिक) अम्ल के विलयन का मानकीकृत सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन से विभवमितीय अनुमापन करना
- (ङ) दिए गए हाइड्रोक्लोरिक (या ऐसीटिक) अम्ल के विलयन की सांद्रता का परिकलन करना

प्रयोग 7.1: NaOH द्वारा HCl का विभवमितीय अनुमापन

हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के दिए गए विलयन की सांद्रता का निर्धारण करने के लिए नीचे दी गई क्रियाविधि का चरण बद्ध तरीके से अनुपालन करें

(क) 0.05 M ऑक्सैलिक अम्ल का 100 cm³ मानक विलयन तैयार करना

- (i) जैसा आप जानते हैं कि मानक विलयन बनाने के लिए पहले हमें पदार्थ की आवश्यक मात्रा का परिकलन करना होता है। 0.05 M सांद्रता का 100 cm³ मानक विलयन बनाने के लिए ऑक्सैलिक अम्ल ($M_m = 126 \text{ g mol}^{-1}$) की मात्रा को निम्न प्रकार परिकलित किया जा सकता है।

$$\text{mass (ग्राम में)} = \frac{MVM_m}{1000} = \frac{0.05 \text{ mol dm}^{-3} \times 100 \text{ cm}^3 \times 126 \text{ g mol}^{-1}}{1000 \text{ cm}^3 \text{ dm}^{-3}} = 0.63 \text{ g}$$

- (ii) एक रफ तुला पर लगभग 0.65 g ऑक्सैलिक अम्ल को तोल कर साफ व शुष्क तोल बोतल में स्थानांतरित कर ऑक्सैलिक अम्ल सहित तोल बोतल को यथार्थ रूप से तोल लें।
- (iii) तोले गए ऑक्सैलिक अम्ल को कांच की कीप की सहायता से एक 100 cm³ क्षमता वाले स्वच्छ आयतनी फ्लास्क में स्थानांतरित कर लें।
- (iv) तोल बोतल (जिसमें शायद कुछ ऑक्सैलिक अम्ल बचा हो) को फिर से तोल लें तथा इस भार को ऑक्सैलिक अम्ल सहित तोल बोतल के भार से घटा कर स्थानांतरित किए गए ऑक्सैलिक अम्ल के यथार्थ भार को ज्ञात कर लें।
- (v) आयतनी फ्लास्क में लगभग 30-40 cm³ आसुत जल डालकर ऑक्सैलिक अम्ल को घोल लें। फिर उसमें और आसुत जल मिलाकर आयतन को 100 cm³ के चिन्ह तक लें आएं।

(ख) ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन से अनुमापन द्वारा सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन का मानकीकरण करना

- (i) एक कीप की सहायता से दिए हुए सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन को ब्यूरेट में भर लें और ब्यूरेट को स्टैंड में लगा लें। ब्यूरेट में पाठ्यांक को पढ़ कर प्रेक्षण सारणी 7.1 में प्रारंभिक पाठ्यांक के कॉलम में नोट कर लें।
- (ii) ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन के 10 cm³ को ध्यानपूर्वक पिपेट कर लें और एक 100 cm³ क्षमता वाले शंक्वाकार फ्लास्क में स्थानांतरित कर लें। इसमें फीनॉलपथेलिन सूचक की 1-2 बूंदें डालें।

- (iii) रंगहीन विलयन को लगातार हिलाते हुए NaOH के विलयन से तब तक अनुमापित करें जब तक एक स्थाई गुलाबी रंग प्राप्त न हो जाए जो विलयन को हिलाने पर फीका न हो। ब्यूरेट के पाठ्यांक को प्रेक्षण सारणी 7.1 में अंतिम पाठ्यांक के कॉलम में नोट कर लें।
- (iv) अनुमापन को दो सुसंगत (concordant) पाठ्यांक प्राप्त करने तक दोहराएं तथा प्रेक्षणों को सारणी 6.1 में नोट कर लें।

(ग) विभवमापी / pH मापी का अंशांकन

- (i) विभवमापी को बिजली की सप्लाई से जोड़कर लगभग 10–15 मिनट तक स्थायी होने के लिए छोड़ दें।
- (ii) उपकरण की निर्देश पुस्तिका में दिए गए निर्देशों का अनुसरण कर उसका अंशांकन कर लें। इस कार्य में आपके परामर्शदाता आपकी सहायता करेंगे।

(घ) सोडियम हाइड्रॉक्साइड के मानकीकृत विलयन से हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के दिए गए विलयन का विभवमितीय अनुमापन

- (i) अनुमापन का आरंभ करने से पहले आप ब्यूरेट का बुंद आयतन (drop volume) ज्ञात कर लें। इसके लिए NaOH के विलयन से भरी ब्यूरेट के पाठ्यांक को किसी निश्चित मान (माना 0) पर ले आएँ और उसे नोट कर लें। फिर ध्यानपूर्वक विलयन की 100 बुंदों को गिनकर एक बीकर में निकाल लें और ब्यूरेट के पाठ्यांक को फिर से नोट कर लें। इन दो पाठ्यांकों के अंतर को 100 से भाग कर बुंद आयतन परिकलित कीजिए।
- (ii) हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के विलयन के 20.0 cm³ को ध्यानपूर्वक पिपेट कर 50.0 cm³ क्षमता वाले बीकर में स्थानांतरित कर लें तथा उसमें चुटकी भर क्विनहाइड्रोन डालकर उसका संतृप्त विलयन प्राप्त कर लें। फिर इस विलयन में प्लैटिनम की तार डालकर क्विनहाइड्रोन इलैक्ट्रोड स्थापित कर लें।
- (iii) एक डिप प्ररूपी संतृप्त कैलोमेल इलैक्ट्रोड को लेकर उसे विश्लेषण किए जाने वाले विलयन (जिसमें क्विनहाइड्रोन उपस्थित है) में डाल दें। यदि इस प्रकार का कैलोमेल इलैक्ट्रोड उपलब्ध न हो तो एक अन्य बीकर में KCl का संतृप्त विलयन लेकर उसमें संतृप्त कैलोमेल इलैक्ट्रोड डाल दें व दोनों बीकरों को लवण सेतु द्वारा संयोजित कर लें।
- (iv) टेस्ट विलयन वाले बीकर में चुंबकीय सुई डालकर बीकर को चुंबकीय विलोडक पर रख दें।
- (v) सूचक इलैक्ट्रोड (क्विनहाइड्रोन) तथा संदर्भ इलैक्ट्रोड (SCE) को अंशांकित विभवमापी से जोड़ दें जैसा चित्र 7.2 में दर्शाया गया है।
- (vi) ब्यूरेट को NaOH के मानकीकृत विलयन से भर कर क्लैप की सहायता से ब्यूरेट स्टैंड पर लगा दें।

- (vii) टेस्ट विलयन में NaOH के विलयन की कुछ बुंदें (माना 5) डालकर हिलाएं व स्थिर होने के लिए छोड़ दें। फिर विभवमापी / pH मापी की निर्देश पुस्तिका का अनुसरण करते हुए विलयन के emf को माप लें। अपने प्रेक्षणों को सारणी 7.2 में नोट कर लें।
- (viii) ऊपर दिए चरण को बार-बार दोहराते हुए अपने प्रेक्षणों को प्रेक्षण सारणी 7.2 में नोट कीजिए। जब आप पाएं कि NaOH का विलयन डालने पर विश्लेषित विलयन के emf में अपेक्षाकृत अधिक कमी हो रही है तो डाले जाने वाले NaOH की मात्रा को कम करके 1-2 बुंद कर दें तथा अपने प्रेक्षणों को जारी रखें।
- (ix) जब विलयन के emf में परिवर्तन की दर एक बार फिर से कम हो जाए तो अनुमापन को जारी रखते हुए कुछ और प्रेक्षण करें।
- (x) NaOH के आयतन व सेल emf के बीच आरेख बनाकर अनुमापन वक्र प्राप्त करें। फिर, अवकलन आरेख जैसा ऊपर समझाया गया है बनाकर अनुमापन का तुल्यता बिंदु ज्ञात करें।

(ड) हाइड्रोजनक्लोरिक अम्ल की सांद्रता का परिकलन करना

तुल्यता बिंदु पर NaOH के विलयन के आयतन (बुंदों की संख्या में) को ब्यूरेट के बुंद आयतन द्वारा गुणा कर इसके आयतन को cm^3 के मात्रकों में परिवर्तित कीजिए। फिर अनुमापन के मोलरता समीकरण में सोडियम हाइड्रॉक्साइड की सांद्रता के साथ-साथ NaOH व HCl के आयतनों का मान रखते हुए दिए गए HCl के विलयन की सांद्रता परिकलित कीजिए। प्राप्त परिणाम को रिपोर्ट कीजिए।

प्रयोग 7.2: NaOH द्वारा CH_3COOH का विभवमितीय अनुमापन

इस प्रयोग की क्रियाविधि के चरण क) से ग) तक HCl के अनुमापन के लिए ऊपर दिए चरणों के समान ही हैं। आपको उन्हीं का अनुसरण करना होगा। उसके उपरांत नीचे दी गई क्रियाविधि का चरणबद्ध अनुसरण कर आप दिए गए ऐसीटिक अम्ल के विलयन की सांद्रता का परिकलन कर सकते हैं।

(घ) सोडियम हाइड्रॉक्साइड के मानकीकृत विलयन से ऐसीटिक अम्ल के विलयन का विभवमितीय अनुमापन

- (i) ऐसीटिक अम्ल के विलयन के 20.0 cm^3 को ध्यानपूर्वक पिपेट कर 50.0 cm^3 क्षमता वाले बीकर में स्थानांतरित कर लें तथा उसमें चुटकी भर क्विनहाइड्रोन डालकर उसका संतृप्त विलयन प्राप्त कर लें। फिर इस विलयन में प्लैटिनम की तार डालकर क्विनहाइड्रोन इलैक्ट्रोड स्थापित कर लें।
- (iii) एक डिप प्ररूपी संतृप्त कैलोमेल इलैक्ट्रोड को लेकर उसे विश्लेषण किए जाने वाले विलयन (जिसमें क्विनहाइड्रोन उपस्थित है) में डाल दें। यदि इस प्रकार का कैलोमेल इलैक्ट्रोड उपलब्ध न हो तो एक अन्य बीकर में KCl का संतृप्त विलयन लेकर उसमें संतृप्त कैलोमेल इलैक्ट्रोड डाल दें व दोनों बीकरों को लवण सेतु द्वारा संयोजित कर लें।

- (iv) टेस्ट विलयन वाले बीकर में चुंबकीय सुई डालकर बीकर को चुंबकीय विलोडक पर रख दें।
- (v) सूचक इलैक्ट्रोड (क्विनहाइड्रोन) तथा संदर्भ इलैक्ट्रोड (SCE) को अंशांकित विभवमापी से जोड़ दें जैसा चित्र 7.2 में दर्शाया गया है।
- (vi) ब्यूरेट को NaOH के मानकीकृत विलयन से भर कर क्लैप की सहायता से ब्यूरेट स्टैंड पर लगा दें।
- (vii) टेस्ट विलयन में NaOH के विलयन की कुछ बुंदें (माना 5) डालकर हिलाएं व स्थिर होने के लिए छोड़ दें। फिर विभवमापी / pH मापी की निर्देश पुस्तिका का अनुसरण करते हुए विलयन के emf को माप लें। अपने प्रेक्षणों को सारणी 7.3 में नोट कर लें।
- (viii) ऊपर दिए चरण को बार-बार दोहराते हुए अपने प्रेक्षणों को प्रेक्षण सारणी 7.3 में नोट कीजिए। जब आप पाएं कि NaOH का विलयन डालने पर विश्लेषित विलयन के emf में अपेक्षाकृत अधिक कमी हो रही है तो डाले जाने वाले NaOH की मात्रा को कम करके 1-2 बुंद कर दें तथा अपने प्रेक्षणों को जारी रखें।
- (ix) जब विलयन के emf में परिवर्तन की दर एक बार फिर से कम हो जाए तो अनुमापन को जारी रखते हुए कुछ और प्रेक्षण करें।
- (x) NaOH के आयतन व सेल emf के बीच आरेख बनाकर अनुमापन वक्र प्राप्त करें। अवकलन आरेख जैसा ऊपर समझाया गया है बनाकर अनुमापन का तुल्यता बिंदु ज्ञात करें।

(ड) ऐसीटिक अम्ल की सांद्रता का परिकलन करना

तुल्यता बिंदु पर NaOH के विलयन के आयतन (बुंदों की संख्या में) को ब्यूरेट के बुंद आयतन द्वारा गुणा कर इसके आयतन cm³ के मात्रकों में परिवर्तित कीजिए। फिर अनुमापन के मोलरता समीकरण में सोडियम हाइड्रॉक्साइड की सांद्रता के साथ-साथ NaOH व CH₃COOH के आयतनों का मान रखते हुए दिए गए ऐसीटिक अम्ल के विलयन की सांद्रता परिकलित कीजिए। प्राप्त परिणाम को रिपोर्ट कीजिए।

7.5 प्रेक्षण

0.05M ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन का 100 cm³ बनाना

तोल बोतल + ऑक्सैलिक अम्ल का द्रव्यमान = $m_1 \text{ g} = \dots\dots\dots\text{g}$

ऑक्सैलिक अम्ल के स्थानांतरण के बाद तोल बोतल का द्रव्यमान = $m_2 \text{ g} = \dots\dots\dots\text{g}$

(ख) ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन से अनुमापन द्वारा NaOH के विलयन का मानकीकरण करना

शंक्वाकार फ्लास्क में लिए गए ऑक्सैलिक अम्ल के विलयन का आयतन = V_0
 = ...cm³

ब्यूरेट में विलयन = सोडियम हाइड्रॉक्साइड

प्रयुक्त सूचक = फीनॉलपथैलिन

प्रेक्षणी सारणी 7.1: सोडियम हाइड्रॉक्साइड का मानकीकरण

क्रम संख्या	ऑक्सैलिक अम्ल का आयतन (cm ³ में)	ब्यूरेट पाठ्यांक आरंभिक अंतिम		अनुमाप्य मान (cm ³ में) (अंतिम-आरंभिक पाठ्यांक)
1				
2				
3				
सुसंगत मान				

(ड) हाइड्रोक्लोरिक (अथवा ऐसीटिक) अम्ल का सोडियम हाइड्रॉक्साइड से विभवमितीय अनुमापन

ब्यूरेट का बुंद आयतन परिकलित करने के लिए निम्नलिखित पाठ्यांकों को नोट कीजिए।

ब्यूरेट का आरंभिक पाठ्यांक = R₁ =

विलयन की 100 बुंदों के निष्कासन के बाद ब्यूरेट का पाठ्यांक = R₂ =

1 बुंद का आयतन = $\frac{(R_2 - R_1)}{100} = \dots\dots\dots \text{cm}^3$

बीकर में लिए गए हाइड्रोक्लोरिक अम्ल का आयतन = V_H =cm³

बीकर में लिए गए ऐसीटिक अम्ल का आयतन = V_A =cm³

ब्यूरेट में विलयन = सोडियम हाइड्रॉक्साइड

सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन की मोलरता = M_N (मानकीकरण द्वारा प्राप्त की जानी है।)

प्रेक्षणी सारणी 7.2: HCl व NaOH के बीच विभवमितीय अनुमापन

क्रम संख्या	NaOH की बुंदों की संख्या	E _{cell} (in mV)	क्रम संख्या	NaOH की बुंदों की संख्या	E _{cell} (in mV)
1			16		
2			17		
3			18		
4			19		
5			20		
6			21		
7			22		
8			23		
9			24		
10			25		
11			26		
12			27		
13			28		
14			29		
15			30		

प्रेक्षणी सारणी 7.3: ऐसीटिक अम्ल व NaOH के बीच विभवमितीय अनुमापन

क्रम संख्या	NaOH की बुंदों की संख्या	E_{cell} (in mV)	क्रम संख्या	NaOH की बुंदों की संख्या	E_{cell} (in mV)
1			16		
2			17		
3			18		
4			19		
5			20		
6			21		
7			22		
8			23		
9			24		
10			25		
11			26		
12			27		
13			28		
14			29		
15			30		

7.6 परिकलन

ऊपर रिकार्ड किए गए प्रेक्षणों के आधार पर निम्नलिखित परिकलन कीजिए। इन परिकलनों को चरणबद्ध तरीके से करने की आवश्यकता है। आइए चरण (क) से आरंभ करते हैं।

0.05M ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन का 100 cm³ बनाना

(क) ऑक्सैलिक अम्ल के बनाए गए विलयन की मोलरता को निम्न प्रकार परिकलित कर सकते हैं।

$$\text{तोल बोतल} + \text{ऑक्सैलिक अम्ल का द्रव्यमान} = m_1 \text{ g} = \dots\dots\dots\text{g}$$

$$\begin{aligned} \text{ऑक्सैलिक अम्ल के स्थानांतरण के बाद तोल बोतल का द्रव्यमान} \\ = m_2 \text{ g} = \dots\dots\dots\text{g} \end{aligned}$$

$$\text{स्थानांतरित ऑक्सैलिक अम्ल का द्रव्यमान} = m_1 - m_2 = m \text{ g} = \dots\dots\text{g}$$

$$\text{ऑक्सैलिक अम्ल का मोलर द्रव्यमान; } M_m = 126 \text{ g mol}^{-1}$$

$$\text{ऑक्सैलिक अम्ल के विलयन का प्राप्त आयतन} = 100 \text{ cm}^3$$

ऑक्सैलिक अम्ल के विलयन की मोलरता,

$$M_o = \frac{m \times 1000}{126 \times 100} = \frac{10m}{126} = \dots\dots\dots M$$

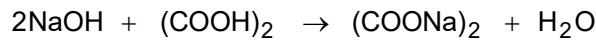
(ख) ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन से अनुमापन द्वारा सोडियम हाइड्रॉक्साइड के विलयन का मानकीकरण

शंक्वाकार फ्लास्क में लिए गए ऑक्सैलिक अम्ल के मानक विलयन का आयतन
 $= V_0 = \dots\dots\dots \text{cm}^3$

NaOH का प्रयुक्त आयतन (प्रेक्षण सारणी 7.1 से प्राप्त सुसंगत मान)
 $= V_N = \dots\dots\dots \text{cm}^3$

दिए गए सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन की सांद्रता को निम्न प्रकार प्राप्त किया जा सकता है।

अनुमापन में होने वाली अभिक्रिया



मोलरता समीकरण $M_N V_N = 2M_0 V_0$

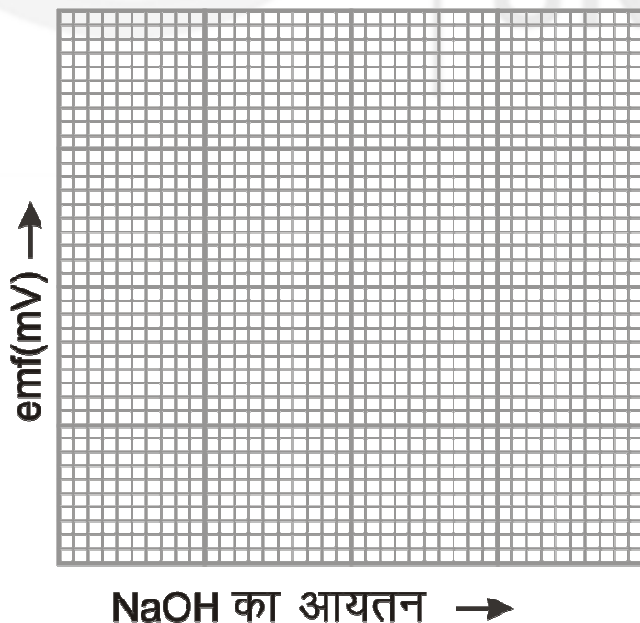
सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन की मोलरता $M_N = \frac{2M_0 V_0}{V_N} = \dots\dots\dots M$

मानों को रखते हुए $= M_N = \dots\dots\dots M$

तुल्यता बिंदु का निर्धारण

NaOH द्वारा HCl का अनुमापन

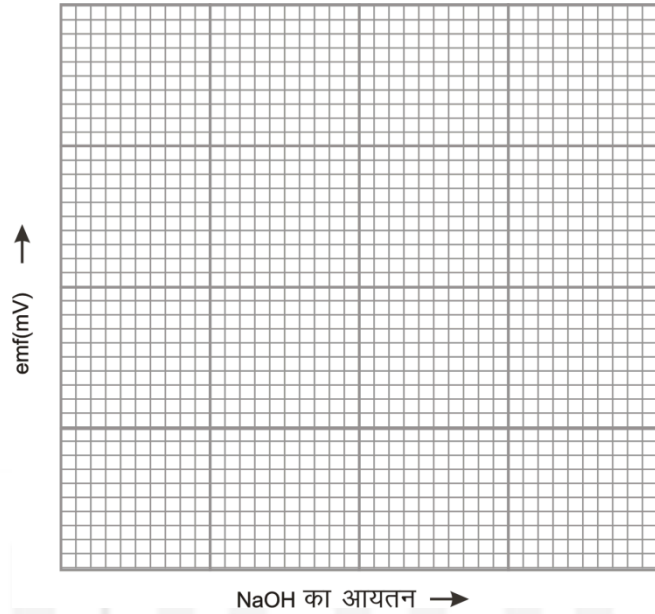
प्रेक्षण सारणी 7.2 में संकलित आंकड़ों के आधार पर $E_{\text{सेल}}$ (mV में) के मापित मानों (y-अक्ष) तथा NaOH के आयतन (बूंदों की संख्या में; x-अक्ष) के बीच आरेख बनाएं। तुल्यता बिंदु को ऊपर समझाई विधि द्वारा अवकलन आरेख बनाकर प्राप्त कीजिए। तुल्यता बिंदु पर NaOH के प्रयुक्त आयतन को ज्ञात कीजिए। इसके लिए तुल्यता बिंदु से X-अक्ष पर लंब बनाएं।



आरेख 1: HCl तथा NaOH के बीच विभवमितीय अनुमापन

NaOH द्वारा CH₃COOH का अनुमापन

प्रेक्षण सारणी 7.3 में संकलित आंकड़ों के आधार पर $E_{सेल}$ (mV में) के मापित मानों (y-अक्ष) तथा NaOH के आयतन (बूंदों की संख्या में; x-अक्ष) के बीच आरेख बनाएं। अनुमापन के तुल्यता बिंदु को ऊपर समझाई गई विधि द्वारा अवकलन आरेख बनाकर प्राप्त कीजिए। तुल्यता बिंदु पर NaOH के प्रयुक्त आयतन को ज्ञात कीजिए। इसके लिए तुल्यता बिंदु से X-अक्ष पर लंब बनाएं।



आरेख 2: ऐसीटिक अम्ल व NaOH के बीच विभवमितीय अनुमापन

हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की सांद्रता का परिकलन

बीकर में लिए गए हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के विलयन का आयतन = $V_H = \dots \text{cm}^3$

प्रयुक्त सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन की मोलरता (मानकीकरण द्वारा प्राप्त) = M_N
= $\dots M$

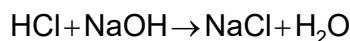
सोडियम हाइड्रॉक्साइड का प्रयुक्त आयतन (बूंदों की संख्या में) (आरेख 1 से)

सोडियम हाइड्रॉक्साइड का आयतन (cm^3 में) = बूंदों की संख्या X एक बूंद का आयतन

$$= V_N = \dots \text{cm}^3$$

माना हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की मोलरता = $V_H = \dots \text{cm}^3$

अनुमापन में होने वाली अभिक्रिया



मोलरता समीकरण $M_H V_H = M_N V_N$

हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की मोलरता : $M_H = \frac{M_N V_N}{V_H}$

मानों को रखते हुए, हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की मोलरता = $M_H = \dots M$

हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की प्रबलता = मोलरता \times मोलर द्रव्यमान

$$= M_H \text{ mol dm}^{-3} \times 36.5 \text{ g mol}^{-1} = \dots\dots \text{g dm}^{-3}$$

ऐसीटिक अम्ल की सांद्रता का परिकलन

बीकर में लिए गए ऐसीटिक अम्ल के विलयन का आयतन = $V_A = \dots \text{cm}^3$

प्रयुक्त सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन की मोलरता (मानकीकरण से प्राप्त) = M_N
 = $\dots M$

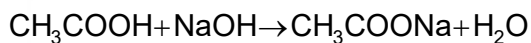
सोडियम हाइड्रॉक्साइड का प्रयुक्त आयतन \dots (बुंदों की संख्या में) (आरेख 2 से)

सोडियम हाइड्रॉक्साइड का आयतन (cm^3 में) = $\dots\dots\dots$

बुंदों की संख्या \times 1 बुंद का आयतन = $V_N = \dots \text{cm}^3$

माना ऐसीटिक अम्ल की मोलरता = M_A

अनुमापन में होने वाली अभिक्रिया



मोलरता समीकरण: $M_A V_A = M_N V_N$

ऐसीटिक अम्ल की मोलरता = $M_A = \frac{M_N V_N}{V_A}$

मानों को रखते हुए, ऐसीटिक अम्ल की मोलरता : $M_A = \dots M$

ऐसीटिक अम्ल की प्रबलता = मोलरता \times मोलर द्रव्यमान

$$= M_A \text{ mol dm}^{-3} \times 60 \text{ g mol}^{-1} = \dots\dots \text{g dm}^{-3}$$

7.7 परिणाम

1. दिए गए हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की NaOH से विभवमितीय अनुमापन द्वारा निर्धारित प्रबलता = $\dots\dots\dots \text{g dm}^{-3}$
2. दिए गए ऐसीटिक अम्ल विलयन की NaOH से विभवमितीय अनुमापन द्वारा निर्धारित प्रबलता = $\dots\dots\dots \text{g dm}^{-3}$

कार्बोक्सिलिक अम्लों और फीनॉलों का क्रमबद्ध गुणात्मक विश्लेषण और उनके व्युत्पन्नों का विरचन

रूपरेखा

8.1	प्रस्तावना	प्रेक्षण और परिणाम
	उद्देश्य	8.4 प्रयोग 8b: फीनॉलों की पहचान और उनके व्युत्पन्नों का विरचन
8.2	अभिलक्षकीय समूह पहचान	अभिलक्षकीय समूह का परीक्षण
8.3	प्रयोग 8a: कार्बोक्सिलिक अम्लों की पहचान और उनके व्युत्पन्नों का विरचन	अभिलाक्षणिक व्युत्पन्नों का विरचन
	विलेयता परीक्षण	आवश्यकताएँ
	अभिलक्षकीय समूह का परीक्षण	क्रियाविधि
	अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न	प्रेक्षण और परिणाम
	आवश्यकताएँ	8.5 उत्तर
	क्रियाविधि	

8.1 प्रस्तावना

अभिलक्षकीय समूहों की उपस्थिति के आधार पर कार्बनिक यौगिकों को विभिन्न समूहों में वर्गीकृत किया जाता है। पिछले पाठ्यक्रम, BCHCL-134 में आपने कार्बनिक यौगिकों के विश्लेषण की प्राथमिक विधियों का अध्ययन किया है, उदाहरण के लिए, भौतिक परीक्षण, तत्वों का विश्लेषण और भौतिक स्थिरांकों, आदि का निर्धारण। इस प्रयोग और प्रयोगों 9 और 10 में, आप अभिलक्षकीय समूह की कुछ बुनियादी अवधारणाओं को जानेंगे और कुछ महत्वपूर्ण अभिलक्षकीय समूहों की पहचान के लिए गुणात्मक परीक्षण करेंगे। इसके साथ ही, आप उनके व्युत्पन्न भी तैयार करेंगे।

कार्बोक्सिलिक अम्ल और फीनॉल दोनों की प्रकृति अम्लीय हैं। फीनॉल कार्बोक्सिलिक अम्लों की तुलना में कम अम्लीय होते हैं और NaHCO_3 के साथ अभिक्रिया करके जल में घुलनशील लवण नहीं बनाने हैं। परिणामस्वरूप, फीनॉल 5% NaHCO_3 में अविलेय

होते हैं, लेकिन अधिकांश फीनॉल 5% NaOH में विलेय हैं। इस प्रयोग में, हमारा ध्यान कार्बोक्सिलिक अम्ल और फीनॉल की पहचान हेतु उपयोग किए जाने वाले गुणात्मक परीक्षणों पर होगा। इन अभिलक्षकीय समूहों की उपस्थिति की पुष्टि के लिए, हम कार्बोक्सिलिक अम्ल और फीनॉल के कुछ व्युत्पन्न भी तैयार करेंगे।

उद्देश्य

दिए गए प्रयोग को संपादित करने के बाद, आप सक्षम होंगे :

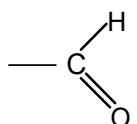
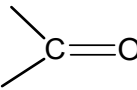
- ❖ किसी कार्बनिक यौगिक में अभिलक्षकीय समूह का अर्थ समझाने में;
- ❖ सोडियम बाइकार्बोनेट परीक्षण द्वारा कार्बोक्सिलिक अम्लों की पहचान करने में;
- ❖ फेरिक क्लोराइड परीक्षण और लीबरमान परीक्षण द्वारा फीनॉल की पहचान करने में;
- ❖ कार्बोक्सिलिक अम्लों के अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न बनाने में; और
- ❖ फीनॉलों के अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न बनाने में।

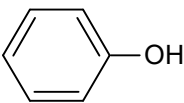
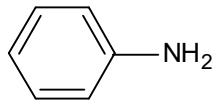
8.2 अभिलक्षकीय समूह पहचान

अभिलक्षकीय समूहों की उपस्थिति के आधार पर कार्बनिक यौगिकों को विभिन्न वर्गों में वर्गीकृत किया जाता है। आप अपने सैद्धान्तिक पाठ्यक्रम से याद कर सकते हैं कि अभिलक्षकीय समूह रासायनिक अभिक्रियाओं के स्थल हैं। अभिलक्षकीय समूहों की पहचान उनकी संरचना और अभिक्रियाशीलता के विशिष्ट लक्षणों पर निर्भर करती है।

किसी कारण अभिलक्षकीय समूह की पहचान मूल रूप से तत्वों के सही निर्धारण पर निर्भर करती है, जिसका आपने BCHCL-133 पाठ्यक्रम में अध्ययन किया है। किसी अज्ञात यौगिक के लिए यह बहुत कम पाया जाता है की उसमें केवल एक ही अभिलक्षकीय समूह हो। आपको हमेशा इस संभावना के बारे में पता होना चाहिए कि एक से अधिक अभिलक्षकीय समूह उपस्थित हो सकते हैं। परंतु, यहाँ हम केवल एक अभिलक्षकीय यौगिकों की जाँच करेंगे। एक अभिलक्षकीय कार्बनिक यौगिकों के कुछ सामान्य वर्ग सारणी 8.1 में सूचीबद्ध हैं।

सारणी 8.1: सामान्य एक अभिलक्षकीय कार्बनिक यौगिक

क्र. सं.	अभिलक्षकीय समूह	वर्ग	क्र. सं.
1)		ऐल्डिहाइड	उदासीन
2)		कीटोन	उदासीन

3)	$\text{R}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OH}$	कार्बोक्सिलिक अम्ल	अम्लीय
4)		फिनॉल	दुर्बल अम्लीय
5)	$-\text{NO}_2$	नाइट्रो यौगिक	उदासीन
6)	$-\text{CONH}_2$	ऐमाइड	उदासीन
7)		ऐमीन	उदासीन

अभिलक्षकीय समूह की पहचान करने के लिए, हम सामान्यता निम्नलिखित कदम उठाते हैं:

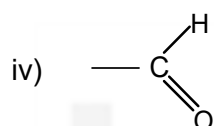
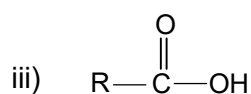
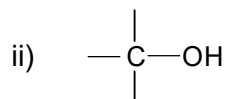
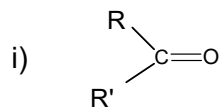
1. भौतिक परीक्षण
2. तत्वों के लिए विश्लेषण
3. विलेयता परीक्षण
4. रासायनिक परीक्षणों का उपयोग करके अभिलक्षकीय समूहों का निर्धारण
5. व्युत्पन्न बनाना

आपके पहले के पाठ्यक्रम में, हमने चरण 1 और 2 को लिया था। इस प्रयोग में और अगले दो प्रयोगों (प्रयोग 9 और 10) में, हमारा ध्यान शेष तीन चरणों पर होगा। अभिलक्षकीय समूह की पहचान के लिए हमारी चिरसम्मत योजना में किसी पदार्थ पर कई रासायनिक परीक्षण करना शामिल है, जिनमें से प्रत्येक एक प्रकार के अभिलक्षकीय समूह के लिए विशिष्ट है। एक कार्बनिक यौगिक में अभिलक्षकीय समूह की उपस्थिति की पुष्टि करने के बाद, हम उसका क्रिस्टलीय व्युत्पन्न तैयार करते हैं, जिसके गलनांक बिंदु की तुलना यौगिकों के सैद्धांतिक मानक गलनांक मानों से करके हम वास्तविक यौगिक की पहचान करते हैं, जिससे उपस्थित अभिलक्षकीय समूह की पुष्टि होती है। आदर्श व्युत्पन्न अच्छी लब्धि के साथ सरलता पूर्वक और जल्दी तैयार होने वाला होना चाहिए। साथ ही आसानी से शुद्ध हो जाना और पहचाना जाना चाहिए। इनका गलनांक भी यथासंभव 50°C और 250°C के बीच सुस्पष्ट और सुनिश्चित होना चाहिए। इस काम में, आपको सलाह दी जाती है कि यौगिक की पहचान के बारे में समय से पहले निष्कर्ष पर न जाएँ। हमेशा एक व्युत्पन्न तैयार करें और जाँच करें कि क्या इसके गुण अपेक्षित गुणों से मेल खाते हैं, इससे पहले कि आप दूसरा पुष्टिकारक व्युत्पन्न बनाएँ।

विभिन्न अभिलक्षकीय समूहों के लिए व्युत्पन्न तैयार करने के विधियों पर इस प्रयोग और प्रयोगों 9-10 में भी चर्चा की जाएगी।

बोध प्रश्न 1

निम्नलिखित समूहों वाले कार्बनिक यौगिकों के सामान्य नाम बताएँ:



अब तक इस प्रयोग में, हमने विभिन्न चरणों की चर्चा की है जो अज्ञात यौगिक की पहचान स्थापित करने के लिए विकसित किए गए हैं। अब, हम उन्हें कार्बोक्सिलिक अम्ल और फीनॉल की पहचान करने में प्रयुक्त करेंगे।

8.3 प्रयोग 8a: कार्बोक्सिलिक अम्ल की पहचान और उनके व्युत्पन्न बनाना

कार्बोक्सिलिक अम्ल और फीनॉल की पहचान के लिए उपयोग किए जाने वाले रासायनिक परीक्षणों के विस्तार में जाने से पहले, हम विलेयता परीक्षण पर चर्चा करना चाहेंगे, क्योंकि यह इन अभिलक्षकीय समूहों की पहचान में महत्वपूर्ण भूमिका निभाता है।

8.3.1 विलेयता परीक्षण

जल, तनु अम्ल या तनु क्षारक में एक कार्बनिक यौगिक का विलेयता परीक्षण कुछ अभिलक्षकीय समूहों की उपस्थिति या अनुपस्थिति के बारे में उपयोगी, लेकिन निश्चित नहीं, जानकारी प्रदान कर सकता है।

विलेयता परीक्षणों की विधि

विलेयता परीक्षण कमरे के ताप पर किए जाते हैं। छोटी परखनलियों में 100 mg ठोस (बारीक चूरा किया हुआ) या 0.2 cm³ द्रव और 3.0 cm³ विलायक के लें। मिश्रण को

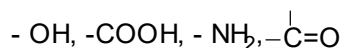
जोर से हिलाया जाना चाहिए। यह अनुशंसा की जाती है कि विलेयता परीक्षण नीचे दिए गए क्रम में किए जाएँगे :

जल में विलेयता

बारीक चूरा दिए हुए ठोस का 100 mg तोलें या अंशाकि पिपेट या ब्यूरेट की मदद से द्रव के 0.2 cm³ मापें और इसमें आसुत जल के 1.0 cm³ भाग क्रम से डालते रहें और हर बार अच्छी तरह हिलाते रहें, जब तक 3.0 cm³ न डल जाए। यदि यौगिक 3.0 cm³ जल में पूरी तरह से विलेय नहीं होता है, तो इसे जल में अविलेय माना जा सकता है।

अब परखनली की सामग्री का pH पेपर से परीक्षण करें। यह परीक्षण काँच की छड़ की मदद से एक बूँद विलयन लेकर और उसे pH पेपर से छुआकर किया जा सकता है।

आसुत जल में यौगिक की विलेयता से पता चलता है कि यौगिक एक कम आणविक भार वाला कार्बनिक यौगिक है, जिसमें 4-5 कार्बन परमाणु होते हैं, एक ध्रुवीय समूह होता है जैसे कि



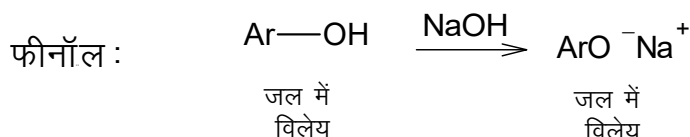
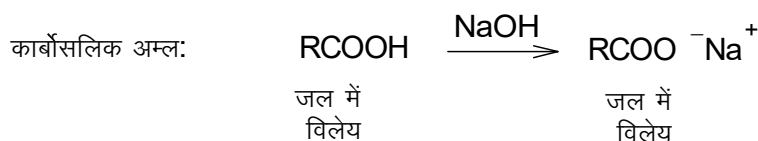
यदि उच्च आणविक भार वाला यौगिक है, तो यह बहुअभिलक्षकीय होना चाहिए, उदाहरण के लिए कार्बोहाइड्रेट। दूसरी ओर, ऐल्केन, ऐल्कीन, ऐल्काइन और ऐल्किल हैलाइड जल में अविलेय होते हैं।

यदि कार्बनिक यौगिक जल में विलेय है और pH पेपर के साथ सकारात्मक अम्लीय परीक्षण देता है, तो यौगिक के ऐसीटिक अम्ल जैसे कम आणविक भार वाले कार्बोक्सिलिक अम्ल होने की संभावना है। यदि यौगिक pH पेपर के साथ सकारात्मक क्षारकीय परीक्षण देता है, तो यौगिक एक कम आणविक भार वाला कार्बनिक क्षारक है, जैसे कि डाइएथिलऐमीन। एक उदासीन विलयन उदासीन ध्रुवीय यौगिक जैसे एथेनॉल या ऐसीटोन की उपस्थिति सुझाता है।

5% सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में विलेयता

उच्च अम्लीय फीनॉल 5% सोडियम बाइकार्बोनेट में विलेय होते हैं।

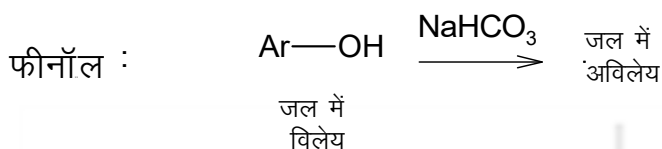
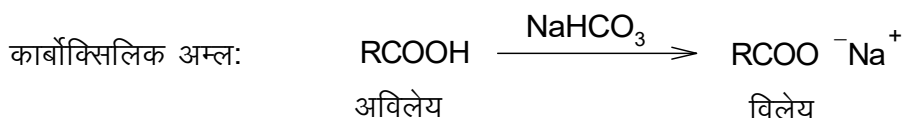
यदि यौगिक आसुत जल में अविलेय है, तो इसका 5% जलीय सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में विलेयता परीक्षण किया जाना चाहिए। यह विलेयता एक कार्बोक्सिलिक अम्ल, सल्फोनिक अम्ल या फीनॉल की उपस्थिति को दर्शाता है। क्योंकि वे अपने जल में विलेय सोडियम लवणों परिवर्तित हो जाते हैं।



सोडियम हाइड्रॉक्साइड में विलेय कार्बनिक यौगिक का दुर्बल क्षारक, 5% NaHCO₃ विलयन में विलेयता के लिए परीक्षण किया जाना चाहिए, जो कार्बोक्सिलिक और फीनॉलिक अभिलक्षकीय समूहों के बीच अंतर कर सकता है।

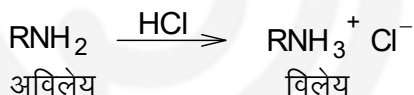
5% सोडियम कार्बोनेट विलयन में विलेयता

जल में विलेयता के लिए अपनाई गई विधि के समान, यौगिक की विलेयता को सोडियम बाइकार्बोनेट के 5% जलीय विलयन से जाँचा जाता है। यदि यह विलेय है, तो (जल में विलेय सोडियम लवण के निर्माण के कारण) कार्बोक्सिलिक अम्ल समूह के उपस्थित होने का अस्थायी निष्कर्ष निकाला जा सकता है। फीनॉल सोडियम बाइकार्बोनेट में अविलेय होते हैं।



5% हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में विलेयता

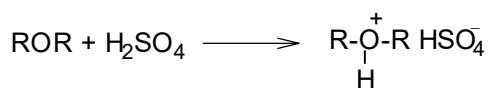
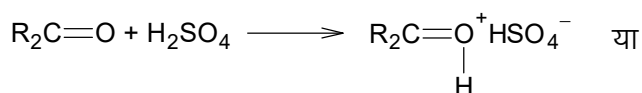
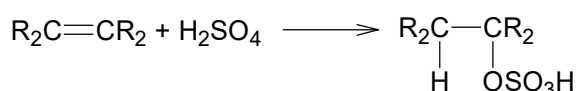
5% जलीय हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में विलेयता, ऐमीनों यौगिक या विषमऐरोमैटिक क्षारक की उपस्थिति को प्रमाणितकरता है।



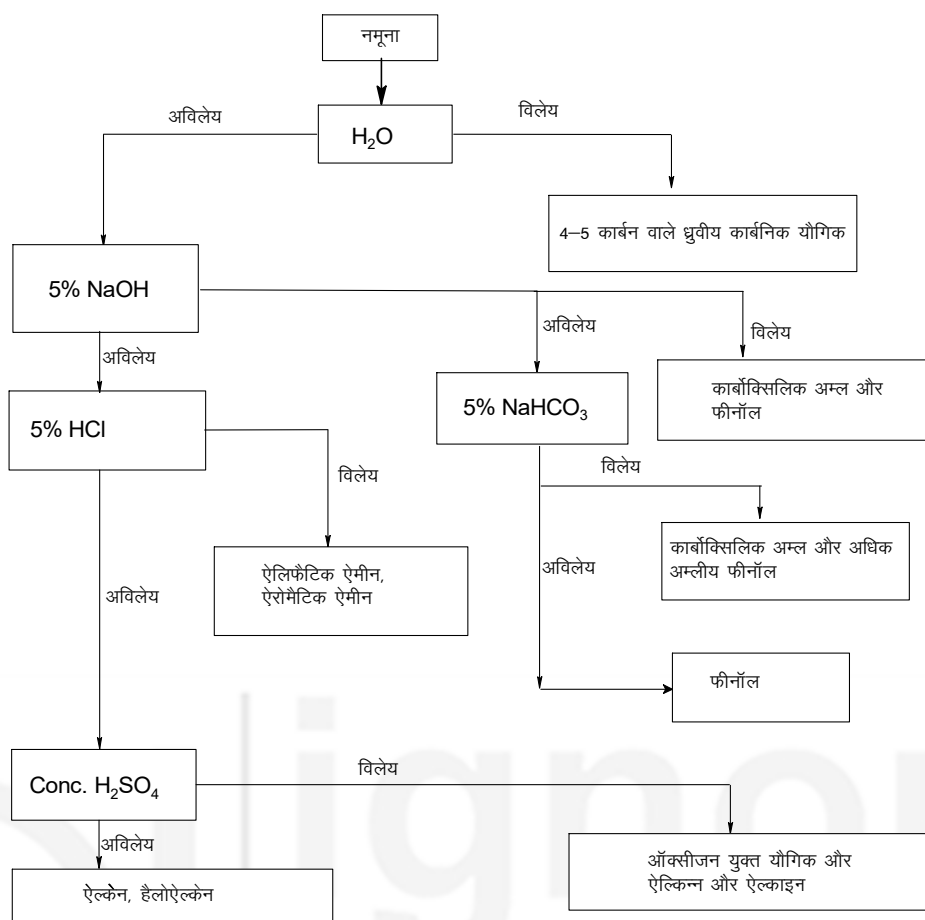
अब तक वणित सभी अभिकर्मकों में अविलेय यौगिक की विलेयता को सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल में भी परखना चाहिए।

सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल में विलेयता

एक शुष्क परख नली में अंशांकित पिपेट की मदद से सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल के 3 cm³ लें 100 mg ठोस या 0.2 cm³ द्रव यौगिक मिलाएं। H₂SO₄ यौगिक की विलेयता से ऑक्सीजननित और असंतुप्त ऐलिफैटिक पदार्थ की उपस्थिति का संकेत मिलता है।



कार्बनिक यौगिकों के सामान्य वर्गों के सामान्य विलेयता व्यवहार को चित्र 8.1 में दिखाया गया है।



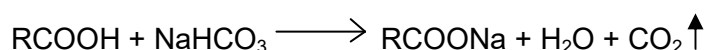
चित्र 8.1: कार्बनिक यौगिकों के सामान्य वर्गों का विलेयता व्यवहार

8.3.2 अभिलक्षकीय का समूह परीक्षण

कार्बोक्सिलिक अम्लों का प्रस्तुतीकरण सामान्य सूत्र RCOOH द्वारा किया जाता है। $-\text{COOH}$ समूह को कार्बोक्सिलिक समूह के रूप में जाना जाता है। निम्नलिखित परीक्षण द्वारा यौगिक में कार्बोक्सिलिक समूह की उपस्थिति का पता लगाया जाता है:

सोडियम बाइकार्बोनेट परीक्षण

कार्बोक्सिलिक समूह के लिए सबसे अच्छे परीक्षणों में से एक क्षारकीय विलयन में विलेयता है। कार्बोक्सिलिक अम्ल सोडियम बाइकार्बोनेट से कार्बन डाइऑक्साइड को मुक्त करता है।

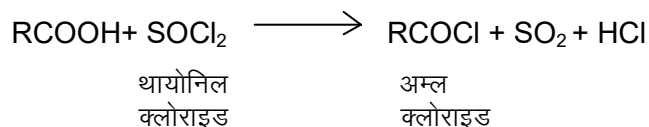


विधि

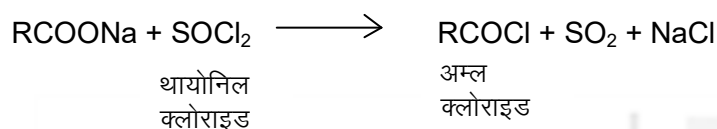
एक परखनली में अज्ञात यौगिक का 0.2 g लें और 5% जलीय सोडियम बाइकार्बोनेट का 1 cm³ डालें। तेज़ बुदबुदाहट के साथ कार्बन डाइऑक्साइड का निकलना कार्बोक्सिलिक समूह की उपस्थिति बताता है।

8.3.3 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

कार्बोक्सिलिक अम्लों की पहचान के लिए तैयार किए गए सामान्य व्युत्पन्न हैं : ऐमाइड, ऐनिलाइड और *p*-टॉलूइडाइड। ऐमाइड, ऐनिलाइड और *p*-टॉलूइडाइड बनाने के लिए संबंधित अम्ल क्लोराइड की क्रमशः अमोनिया, ऐनिलीन या *p*-टॉलूडीन के साथ अभिक्रिया कराई जाती है। यह माना जाता है कि ऐनिलाइड और *p*-टॉलूइडाइड बनाने की विधि ऐमाइड बनाने की अपेक्षा लाभकारी है। ऐसा इसलिए है क्योंकि ऐमाइड जल में अधिक विलेय होते हैं और परिणामस्वरूप उन्हें अलग करना कठिन होता है। अम्ल क्लोराइड को अम्ल या उसके लवण और थायोनिल क्लोराइड से बनाया जाता है।



या



अम्ल क्लोराइड का उपयोग ऐमाइड, ऐनिलाइड या *p*-टॉलूइडाइड बनाने के लिए किया जा सकता है। इसलिए, आइए हम पहले अम्ल क्लोराइड बनाने की विधि का अध्ययन करते हैं। फिर, हम कार्बोक्सिलिक अम्ल के व्युत्पन्न को बनाने की विधि सीखेंगे।

सांद्र NH₄OH डालते समय बहुत ध्यान रखें, अभिक्रिया बहुत प्रबल होती है।

अम्ल क्लोराइड बनाना

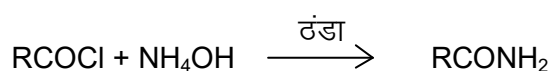
एक छोटे गोल पेंदे वाले फ्लास्क में कार्बोक्सिलिक अम्ल (1 g), थायोनिल क्लोराइड (2 cm³) और डाइमेथिलफार्मेमाइड (DMF) 5 बंदू लें। एक पश्चवाही संघनित्र जोड़ें और लगभग 30 मिनट के तक पश्चवाह (रिफ्लक्स) करें। फ्लास्क के निचले भाग में अम्ल क्लोराइड का अवक्षेप दिखाई देगा। अम्ल क्लोराइड युक्त इस मिश्रण का उपयोग ऐमाइड, ऐनिलाइड या *p*-टॉलूइडाइड व्युत्पन्न तैयार करने के लिए किया जा सकता है, जैसा नीचे वर्णन किया गया है।

व्युत्पन्न बनाने की विधियाँ

कार्बोक्सिलिक अम्ल की पहचान के लिए उपयोग में लाए जाने वाले सामान्य व्युत्पन्न ऐमाइड, *p*-टॉलूइडाइड और ऐनिलाइड व्युत्पन्न हैं। आइए इन व्युत्पन्नो को बनाने की अलग अलग विधियों पर चर्चा करें।

i) ऐमाइड व्युत्पन्न

उपरोक्त मिश्रण के 2 g में, जिसमें अम्ल क्लोराइड होता है, 15 cm³ बर्फ सा ठंडा सांद्र NH₄OH मिलाते हैं। तीव्र अभिक्रिया होती है। अभिक्रिया के परिणामस्वरूप बने ठोस को छान लें। इसका जल या जलीय एथेनॉल से पुनः क्रिस्टलन करें। इस प्रक्रिया में शामिल अभिक्रिया है।



ii) *p*-टॉलूइडाइड और ऐनिलाइड व्युत्पन्न

एक 100 cm³ के शंक्वाकार फ्लास्क में अशुद्ध अम्ल क्लोराइड के लगभग 2 g लें और इसे ऐसीटोन के 5 cm³ में विलेय कर लें। इसमें 1 g *p*-टॉलूइडीन (ऐसीटोन में विलेय) मिलाएँ। कुछ मिनट के लिए मिश्रण को हिलाएँ और फ्लास्क में सोडियम हाइड्रॉक्साइड के 50 cm³ डालें। अभिक्रिया के दौरान बने ठोस *p*-टॉलूइडाइड को छान लें। *p*-टॉलूइडाइड को जल से धोएँ और एथेनॉल से पुनः क्रिस्टलित करें। इस प्रक्रिया में शामिल अभिक्रिया है:



यदि आप ऐनिलाइड बनाना चाहते हैं, तो *p*-टॉलूइडीन के स्थान पर ऐनिलीन का उपयोग करें और आपको ऐनिलाइड मिलेंगे।

व्युत्पन्न को सुखाने के बाद इसका गलनांक ज्ञात करें और इसकी सैद्धांति मानों के साथ तुलना करें।

बोध प्रश्न 2

रिक्त स्थानों की पूर्ति करें :

- कार्बोक्सिलिक अम्ल सोडियम बाइकार्बोनेट से.....मुक्त करते हैं।
- ऐसिड क्लोराइड की अमोनिया के साथ अभिक्रिया.....देती है।
- कार्बोक्सिलिक अम्ल की.....के साथ अभिक्रिया ऐनिलाइड देती है।

बोध प्रश्न 3

निम्नलिखित अभिक्रियाओं को पूरा करें:

- $\text{RCOOH} + \text{NaHCO}_3 \longrightarrow \dots + \dots + \dots$
- $\text{RCOOH} + \text{SOCl}_2 \longrightarrow \dots + \dots + \dots$
- $\text{RCOCl} + \text{NH}_4\text{OH} \longrightarrow \dots$

8.3.4 आवश्यकताएँ

क्र.सं.	उपकरण	क्र.सं.	रसायन
1.	बीकर	2	1. H ₂ SO ₄
2.	शंक्वाकार फ्लास्क	1	2. HCl
3.	ड्रॉपर	1	3. NH ₄ OH
4.	गलनांक उपकरण	1	4. 2, 4-डाइमेथिलफार्माइड

5.	पश्चवाही संघनित्र	1	5.	ऐसीटोन
6.	गोल पेंदे वाला पलास्क	1	6.	कार्बोक्सिलिक अम्ल
7.	परखनली	1	7.	एथेनॉल
8.	थर्मामीटर	3	8.	pH पेपर
9.	जल ऊष्मक (वाटर बाथ)	1	9.	p-टॉलूडीन
			10.	पिरिडीन
			11.	सोडियम बाइकार्बोनेट
			12.	थायोनिल क्लोराइड
			13.	दो या तीन कार्बोक्सिलिक अम्लों के नमूने

8.3.5 क्रियाविधि

- अपने परामर्शदाता से कार्बोक्सिलिक अम्लों के नमूने प्राप्त करें। BCHCL-134 पाठ्यक्रम के दी गई विधि का उपयोग कर नमूने का भौतिक परीक्षण करें।
- भाग 8.3.1 में विलेयता परीक्षण की दी गई विधि द्वारा विलेयता परीक्षण करें। यदि आपका यौगिक जल में विलेय है तो pH-पेपर का द्वारा pH की जाँच करें।
- अभिलक्षकीय समूह की पहचान के वर्ग निर्धारण के लिए भाग 8.3.2 की विधि का उपयोग करें।
- आप भाग 8.3.3 में दी गई विधियों के उपयोग के द्वारा कम से कम एक व्युत्पन्न बनाएं।
- बनोए गए व्युत्पन्न को सुखाएं और उसका गलनांक तथा नमूने का गलनांक (यदि वह ठोस है) ज्ञात करें। नमूने और व्युत्पन्न के गलनांको दिए गई यौगिकों के सैद्धांति गलनांक मानों से तुलना करके वास्तविक यौगिक की पुष्टी करें। गलनांकों की तुलना के लिए परिशिष्ट A का उपयोग करें।

8.3.6 प्रेक्षण और परिणाम

- भौतिक परीक्षण
 - भौतिक अवस्था:
 - रंग :
 - गंध :
 - ज्वलन परीक्षण :

टिप्पणी: यह सुझाता है कि अज्ञात यौगिक 'A' ऐरोमैटिक/ऐलिफैटिक यौगिक है।

2. तत्वों का विश्लेषण: अभी आवश्यक नहीं

3. विलेयता परीक्षण:

H ₂ O	5% NaOH	5% NaHCO ₃	5% HCl	Conc. H ₂ SO ₄	अपेक्षित वर्ग
					फीनॉल / कार्बोक्सिलिक अम्ल

4. pH पेपर के साथ परीक्षण :

5. प्रेक्षित गलनांक / क्वथनांक :

5. वर्ग निर्धारण :

सोडियम बाइकार्बोनेट परीक्षण

6. व्युत्पन्न विरचन :

(i) चयनित व्युत्पन्न :

प्रेक्षित गलनांक :

(ii) चयनित व्युत्पन्न :

प्रेक्षित गलनांक :

7. संबंधित सैद्धांति मान से जाँच

संभावित यौगिक	मानक गलनांक	व्युत्पन्न / मानक गलनांक	नमूने का प्रेक्षित गलनांक	नमूने के व्युत्पन्न प्रेक्षित गलनांक

8. अज्ञात यौगिक है।

9. इस यौगिक की संरचना है.....

8.4 प्रयोग 8b: फीनॉलों की पहचान और उनके व्युत्पन्न बनाना

ऐरोमैटिक यौगिकों, जिसमें हाइड्रॉक्सिल (-OH) समूह सीधे बेन्ज़ीन वलय से जुड़ा होता है, को फीनॉल कहते हैं। फीनॉल हल्के अम्लीय होते हैं। इनके साथ ध्यान से काम

करने की आवश्यकता है, विशेषकर प्रयोगशालाओं में, क्योंकि ये त्वचा को जलाकर घाव उत्पन्न करते हैं।

इस भाग में, हम फीनॉल के अभिलक्षकीय समूह परीक्षण करने और उनके अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न बनाने की विधि का अध्ययन करेंगे।

8.4.1 अभिलक्षकीय का समूह परीक्षण

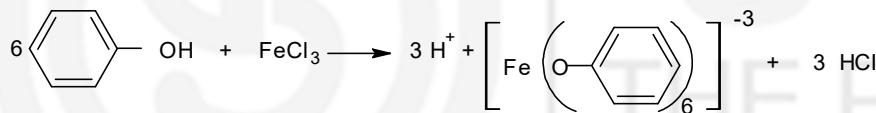
फीनॉलों की पहचान के लिए निम्नलिखित तीन मुख्य अभिलक्षकीय समूह परीक्षण हैं:

- i) फेरिक क्लोराइड परीक्षण
- ii) लीबरमान परीक्षण
- iii) सेरिक अमोनियम नाइट्रेट परीक्षण

आइए प्रत्येक पर अलग से चर्चा करें।

i) फेरिक क्लोराइड परीक्षण

अधिकांश फीनॉल फेरिक क्लोराइड के साथ अभिक्रिया करते हैं और रंग उत्पन्न करते हैं। कुछ फीनॉल जलीय या एल्कोहॉली विलयन में रंग नहीं देते हैं, लेकिन वे क्लोरोफॉर्म में ऐसा करते हैं, विशेष पिरिडीन की एक बूँद डालने के बाद। कुछ फीनॉल रंग बिल्कुल नहीं देते हैं। इसलिए नकारात्मक परीक्षण को बिना सहायक जानकारी के महत्व नहीं देना चाहिए। इस परीक्षण में शामिल अभिक्रिया है:



विधि

अज्ञात यौगिक के 0.5 g को जल के 1-2 cm³ (या जल और 95% एथेनॉल के मिश्रण में यदि, यौगिक जल में घुलनशील नहीं है) में विलेय करें और इसमें बहुत तनु (1%) फेरिक क्लोराइड विलयन की कुछ बूँदें डालें। नीचे दी गई रंगों की विस्तृत श्रृंखला फीनॉलिक -OH समूह की उपस्थिति को दर्शाती है।

OH
|
R'C = CHR'

ईनॉल (R'C = CHR') भी FeCl₃ के साथ विस्तृत श्रृंखला में रंग उत्पन्न करते हैं।

फीनॉल संकुल संभवतः उपसहसंयोजक यौगिक हैं, जिसमें आयरन छह-संयोजक होता है।

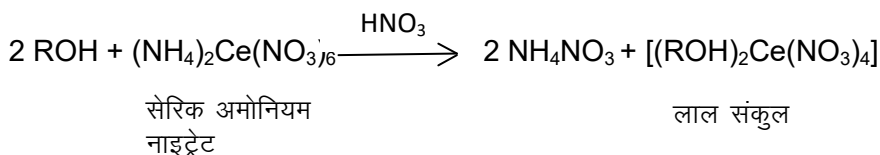
6 Ar -OH
[ArO)₆Fe]⁻³ + 6H⁺ + 3Cl⁻

यौगिक	रंग
फीनॉल, <i>o</i> -क्रीसॉल	बैंगनी
<i>p</i> -क्रीसॉल, क्विनॉल	नीला
<i>m</i> -क्रीसॉल, 1, 1-नैफ़थॉल (एल्कोहली)	नीला-बैंगीन
रिसार्सिनॉल	--
1-नैफ़थॉल	--
2- नैफ़थॉल (एल्कोहली)	हरा

विधि

अज्ञात यौगिक (0.2 g या 1 cm³) का जल में विलयन तैयार करें, (या जल में अविलेय यौगिकों का डाइऑक्सेन में) और इसमें सेरिक अमोनियम नाइट्रेट विलयन की कुछ बूँदें डालें। लाल रंग आता है। यह प्राथमिक, द्वितीयक और तृतीयक ऐल्कोहॉलों की उपस्थिति को दर्शाता है। ऐल्कोहॉल जटिल सेरेट आयनों में नाइट्रेट आयनों हो विस्थापित करते हैं, जिसके परिणामस्वरूप विलयन का रंग पीले से लाल हो जाता है।

फीनॉल/ऐल्कोहॉल के लिए प्रारंभिक अभिक्रिया है:



8.4.2 अभिसलाक्षणिक व्युत्पन्न बनाना

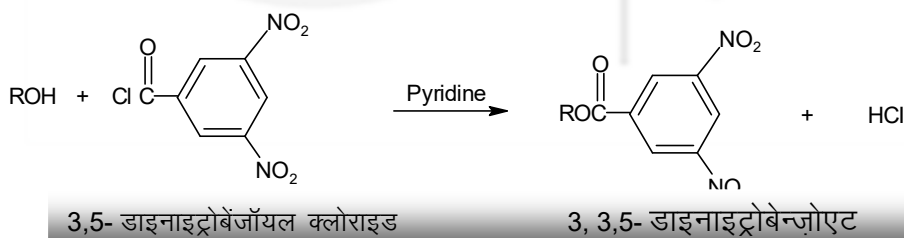
फीनॉलों की पहचान में लिए जाने वाले कुछ सामान्य व्युत्पन्न हैं :

- i) 3,5- डाइनाइट्रोबेन्जोएट व्युत्पन्न
- ii) 1- नैपिथल यूरेथेन व्युत्पन्न

आइए प्रत्येक पर अलग से चर्चा करें।

i) 3,5- डाइनाइट्रोबेन्जोएट व्युत्पन्न:

3,5- डाइनाइट्रोबेन्जॉयल क्लोराइड और ऐल्कोहॉल के बीच अभीक्रिया संगत एस्टर (3,5- डाइनाइट्रोबेन्जोएट) देती है। 3,5- डाइनाइट्रोबेन्जोएट एस्टर ऐल्कोहॉलों और फीनॉलों दोनों के लिए उपयुक्त व्युत्पन्न हैं। इसे बनाने में शामिल प्रतिक्रिया निम्नानुसार है:

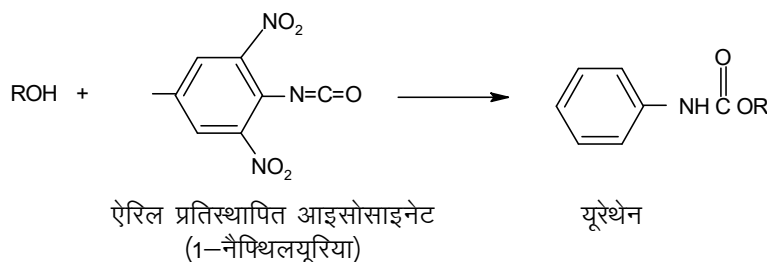


विधि

ऐल्कोहॉल (2 cm³) को एक गोल पेंदे वाले 100 cm³ के फ्लास्क में लेकर उसे शुष्क पिरिडीन (5 cm³) में विलेय करें और फिर 3,5-डाइनाइट्रोबेन्जॉयल क्लोराइड (1.2 g) मिलाएँ। अभिक्रिया मिश्रण को लगभग 30 मिनट तक पश्चवाह (रिफ्लक्स) करें और फिर इसमें 40 cm³ हाइड्रोक्लोरिक अम्ल डालें। ठोस या तैलीय उत्पाद को अलग करें और निर्मित 3,5- डाइनाइट्रोबेन्जोइक अम्ल की बनी किसी भी मात्रा को हटाने के लिए 15 cm³ सोडियम कार्बोनेट विलयन (1 M) के साथ हिलाएँ। ठोस को छान लें और पेट्रोलियम(60-80°C), एथेनॉल या जलीय एथेनॉल से उसे पुनरु क्रिस्टलित करें।

ii) 1-नैपिथल यूरेथेन व्युत्पन्न

यह व्युत्पन्न ऐल्कोहॉल और फीनॉल दोनों के लिए उपयुक्त है। जब ऐरिल प्रतिस्थापित आइसोसाइनेट $\text{ArN}=\text{O}$, ऐल्कोहॉल के साथ अभिक्रिया करता है, तो यह एक यूरेथेन देता है



जल की एक प्रमुख पार्श्व अभिक्रिया आइसोसाइनेट के साथ होती है। पार्श्व प्रतिक्रिया से बचने के लिए, यह सुनिश्चित करने के लिए सावधानी बरतें कि ऐल्कोहॉल निर्जल है।

विधि

फीनॉल (0.5 g), शुष्क पिरिडीन (1 cm³) और 1-नैपिथलयूरिया (0.5 cm³) को एक शुष्क परख नली में डालें। मिश्रण को कुछ मिनट हिलाएँ। यदि कोई अवक्षेप नहीं बनता है, तो इसे 5 मिनट के लिए जल ऊष्मक (वाटर बाथ) पर धीरे-धीरे गर्म करें और फिर मिश्रण को बर्फ में ठंडा करें। ठोस उत्पाद को छान लें। अशुद्ध व्युत्पन्न को पेट्रोलियम ईथर (40-60°C) से पुनः क्रिस्टलित करें (1-नैपिथलयूरिया को छानकर अलग करें, जो पेट्रोलियन में अविलेय है)।

बोध प्रश्न 4

निम्नलिखित में से कौनसा FeCl_3 के साथ रंग देता है?

- i) *p*-क्रीसॉल
- ii) फीनॉल
- iii) रिसार्सिनॉल
- iv) 2-नैफथॉल (ऐल्कोहॉली)

बोध प्रश्न 5

निम्नलिखित यौगिकों में से कौनसा FeCl_3 के साथ प्रतिक्रिया नहीं करता है?

- i) पिक्रिक अम्ल
- ii) *o*-क्रीसॉल
- iii) क्विनॉल
- iv) 2-नैफथॉल

बोध प्रश्न 6

फीनॉलों की पहचान के लिए तीन मुख्य अभिलक्षकीय समूह परीक्षण दें।

8.4.3 आवश्यकताएँ

इन परीक्षणों के लिए निम्नलिखित उपकरण और रसायनों की आवश्यकता होती है:

क्र.सं.	उपकरण	मात्रा	क्र.सं.	
1.	बीकर	2	1.	NH ₄ OH
2.	शंकवाकार फ्लास्क	1	2.	H ₂ SO ₄
3.	ड्रॉपर	1	3.	HCl
4.	गलनांक उपकरण	1	4.	pH पेपर
5.	पश्चवाही संघनित्र	1	5.	कार्बोक्सिलिक अम्ल
6.	गोल पैन्डे का फ्लास्क	1	6.	एथेनॉल
7.	परख नली	3	7.	पिरिडीन
8.	थर्मामीटर	1	8.	ऐसीटोन
9.	जल ऊष्मक (वाटर बाथ)	1	9.	सोडियम नाइट्राइट
			10.	3,5-डाइनाइट्रोबेंजॉयल क्लोराइड
			11.	सेरिक अमोनियम नाइट्रेट
			12.	फेरिक क्लोराइड
			13.	सोडियम कार्बोनेट
			14.	पेट्रोलियम ईथर (40-60°C)
			15.	1-नैपिथलयूरिया
			16.	दो या तीन फीनॉलों के नमूने

8.4.4 क्रियाविधि

- अपने परामर्शदाता से कार्बोक्सिलिक अम्लों के नमूने प्राप्त करें। BCHCL-134 पाठ्यक्रम के दी गई विधि का उपयोग कर नमूने का भौतिक परीक्षण करें।
- भाग 8.3.1 में विलेयता परीक्षण की दी गई विधि द्वारा विलेयता परीक्षण करें। यदि आपका यौगिक जल में विलेय है तो pH-पेपर का द्वारा pH की जाँच करें।
- अभिलक्षकीय समूह की पहचान के वर्ग निर्धारण के लिए भाग 8.4.1 की विधि का उपयोग करें।
- आप भाग 8.4.2 में दी गई विधियों के उपयोग के द्वारा कम से कम एक व्युत्पन्न बनाएं।

5. बनोए गए व्युत्पन्न को सुखाएं और उसका गलनांक तथा नमूने का गलनांक (यदि वह ठोस है) ज्ञात करें। नमूने और व्युत्पन्न के गलनाकों दिए गई यौगिकों के सैद्धांति गलनांक मानों से तुलना करके वास्तविक यौगिक की पुष्टी करें। गलनाकों की तुलना के लिए परिशिष्ट A का उपयोग करें।

8.4.5 प्रेक्षण और परिणाम

1. भौतिक परीक्षण

- a) भौतिक अवस्था :
 b) रंग :
 c) गंध :
 d) ज्वलन परीक्षण :

टिप्पणी : यह सुझाता है कि अज्ञात यौगिक 'A' ऐरोमैटिक/ऐलिफैटिक है।

2. तत्वों का विश्लेषण: अभी आवश्यक नहीं

3. विलेयता परीक्षण:

H ₂ O	5% NaOH	5% NaHCO ₃	5% HCl	सांद्र H ₂ SO ₄	अपेक्षित वर्ग
					अम्लीय फीनॉल/ कार्बोक्सिलिक अम्ल

4. pH पत्र के साथ परीक्षण :

5. प्रेक्षित गलनांक/क्वथनांक :

5. वर्ग निर्धारण

- i) फेरिक क्लोराइड परीक्षण
 ii) लीबरमान परीक्षण
 iii) सेरिक अमोनियम नाइट्रेट परीक्षण

6. व्युत्पन्न विरचन :

- (i) चयनित व्युत्पन्न :
 प्रेक्षित गलनांक :
 (ii) चयनित व्युत्पन्न :
 प्रेक्षित गलनांक :

7. संबंधित सैद्धांति मान से जाँच

संभावित यौगिक	मानक गलनांक	व्युत्पन्न / मानक गलनांक	नमूने का प्रेक्षित गलनांक	नमूने के व्युत्पन्न प्रेक्षित गलनांक

8. अज्ञात यौगिक है।

9 इस यौगिक की संरचना है.....

8.5 उत्तर

स्व-आकलन प्रश्न

1) i) कीटोन

ii) ऐल्कोहॉल

iii) कार्बोक्सिलिक अम्ल

iv) ऐल्डिहाइड

2) i) कार्बन डाइऑक्साइड

ii) ऐमाइड

iii) ऐनिलीन

3. i) $\text{RCOONa} + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 \uparrow$ ii) $\text{RCOCl} + \text{SO}_2 + \text{HCl}$ iii) RCONH_2

4) सभी चार

5) i)

6) i) फेरिक क्लोराइड परीक्षण

ii) लीबरमान परीक्षण

iii) सेरिक अमोनियम नाइट्रेट परीक्षण

ऐल्डिहाइडों तथा कीटोनों का क्रमबद्ध गुणात्मक विश्लेषण उनके व्युत्पन्नों का विरचन

रूपरेखा

9.1	प्रस्तावना	क्रियाविधि
	उद्देश्य	प्रेक्षण और परिणाम
9.2	प्रयोग 9: ऐल्डिहाइडों तथा कीटोनों की पहचान और उनके व्युत्पन्नों का विरचन	9.3 उत्तर
	अभिलक्षकीय समूह परीक्षण	
	अभिलाक्षणिक व्युत्पन्नों का विरचन	
	आवश्यकताएँ	

9.1 प्रस्तावना

पिछले प्रयोग में, हमने अभिलक्षकीय समूह रसायन विज्ञान की कुछ बुनियादी अवधारणाओं को सीखा है और कार्बोक्सिलिक अम्लों और फीनॉलों की पहचान के लिए गुणात्मक परीक्षण किए और उनके व्युत्पन्न तैयार करने के तरीकों को सीखा। इस प्रयोग में, हम ब्रैडी परीक्षण, टॉलेन परीक्षण, शिफ परीक्षण और आयोडोफार्म परीक्षण द्वारा ऐल्डिहाइडों और कीटोनों के अभिलक्षकीय समूह की पहचान की प्रक्रिया सीखेंगे। हम यह भी सीखेंगे कि इन दो श्रेणियों के यौगिकों में कैसे अंतर करें। ऐल्डिहाइडों और कीटोनों की और पुष्टि करने के लिए, हम अंतिम भाग में उनके व्युत्पन्न बनाने की विधियाँ सीखेंगे।

उद्देश्य

प्रयोग करने के बाद, आपको सक्षम होना चाहिए :

- ❖ ब्रैडी परीक्षण, टॉलेन परीक्षण और शिफ परीक्षण द्वारा ऐल्डिहाइडों और कीटोनों की पहचान करने में;
- ❖ ऐल्डिहाइडों और कीटोनों के अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न बनाने में;

9.2 प्रयोग 9: ऐल्डिहाइडों तथा कीटोनों की पहचान और उनके व्युत्पन्नों का विरचन

ऐल्डिहाइडों और कीटोनों, दोनों में कार्बोनिल समूह ($>C=O$) होता है। आपने कार्बनिक रसायन विज्ञान पाठ्यक्रम में कार्बोनिल समूह की अभिक्रियाओं का अध्ययन किया है। इस प्रयोग में आप ऐल्डिहाइडों और कीटोनों का पता लगाने के लिए परीक्षणों का अध्ययन करेंगे। अंतिम भाग में, आप ऐल्डिहाइडों और कीटोनों के व्युत्पन्न बनाने के बारे में सीखेंगे।

9.2.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

ऐल्डिहाइडों और कीटोनों की पहचान करने के लिए निम्नलिखित मुख्य चार अभिलक्षकीय समूह परीक्षण हैं:

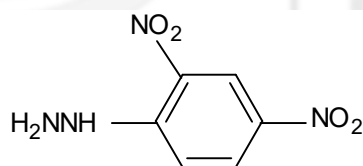
- i) ब्रैडी परीक्षण
- ii) टॉलेन परीक्षण
- iii) शिफ परीक्षण
- iv) आयोडोफार्म परीक्षण

इन परीक्षणों की विधियों पर चर्चा करने से पहले, आइए इन परीक्षणों के लिए आवश्यक रसायनों और उपकरणों के बारे में जाने।

आइए इनमें से प्रत्येक के बारे में अलग से चर्चा करते हैं।

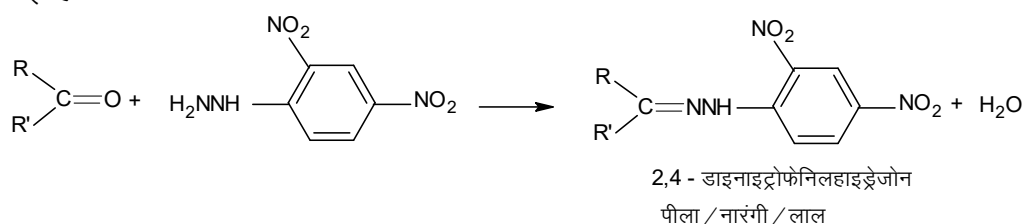
i) ब्रैडी परीक्षण

2,4-डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेज़ीन (2,4-DNP) ब्रैडी अभिकर्मक कहलाता है। यह लाल-नारंगी ठोस है, जो विस्फोट के खतरे को कम करने के लिए गीला ही दिया जाता है। 2,4- डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेज़ीन की संरचना नीचे दी गई है।



2,4-डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेज़ीन व्युत्पन्न ऐल्डिहाइडों और कीटोनों के मिश्रण के घटकों को अलग करने का एक सुविधाजनक तरीका प्रदान करते हैं।

कार्बोनिल यौगिक (ऐल्डिहाइड/कीटोन) 2,4-डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेज़ीन (डीएनपी) के साथ अभिक्रिया करते हैं और क्रिस्टलीय 2,4-डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेज़ोन उत्पाद देते हैं जिसका पीला/नारंगी/लाल रंग होता है। ब्रैडी परीक्षण में शामिल अभिक्रिया यहाँ दी गई है:



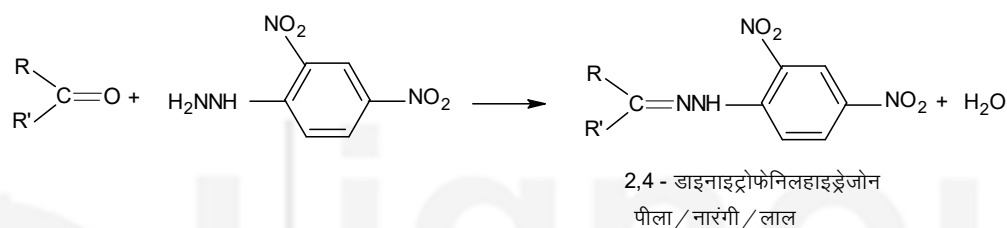
परीक्षण विधि

एक परख नली में अज्ञात यौगिक का 0.5 g लें और इसे जल या एथेनॉल की कुछ बूँदों में विलेय कर लें। इसमें अब 1cm³ ब्रेडी अभिकर्मक डालें। अभिक्रिया मिश्रण कुछ मिनट के लिए जल ऊष्मक पर गर्म करें और फिर इसे बर्फ में ठंडा करें। पीले/नारंगी/लाल क्रिस्टलीय अवक्षेप का बनना ऐल्डिहाइडों और कीटोनों की उपस्थिति बताता है।

अवक्षेप का रंग कार्बोनिल यौगिकों के प्रकार का कुछ अनुमान देता है।

अवक्षेप का रंग	यौगिक
पीलस	संतृप्त कार्बोनिल यौगिक
नारंगी	α , β - असंतृप्त कार्बोनिल यौगिक
लाल	ऐरोमैटिक कार्बोनिल यौगिक

ब्रेडी परीक्षण में शामिल अभिक्रिया:



ब्रेडी अभिकर्मक: 5 cm³ द्र सल्फ्यूरिक अम्ल में 1 g डीएनपी को विलेय करें। इस विलयन को धीरे-धीरे हिलाते हुए और ठंडा करते हुए जल (7 cm³) और एथेनॉल (25 cm³) के मिश्रण में डालें। किसी भी निलंबित ठोस को निकालने के लिए इसे छान लें और भंडारित कर लें।

बोध प्रश्न 1

2,4- डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेजोन का संरचना सूत्र लिखें।

ii) टॉलेन परीक्षण

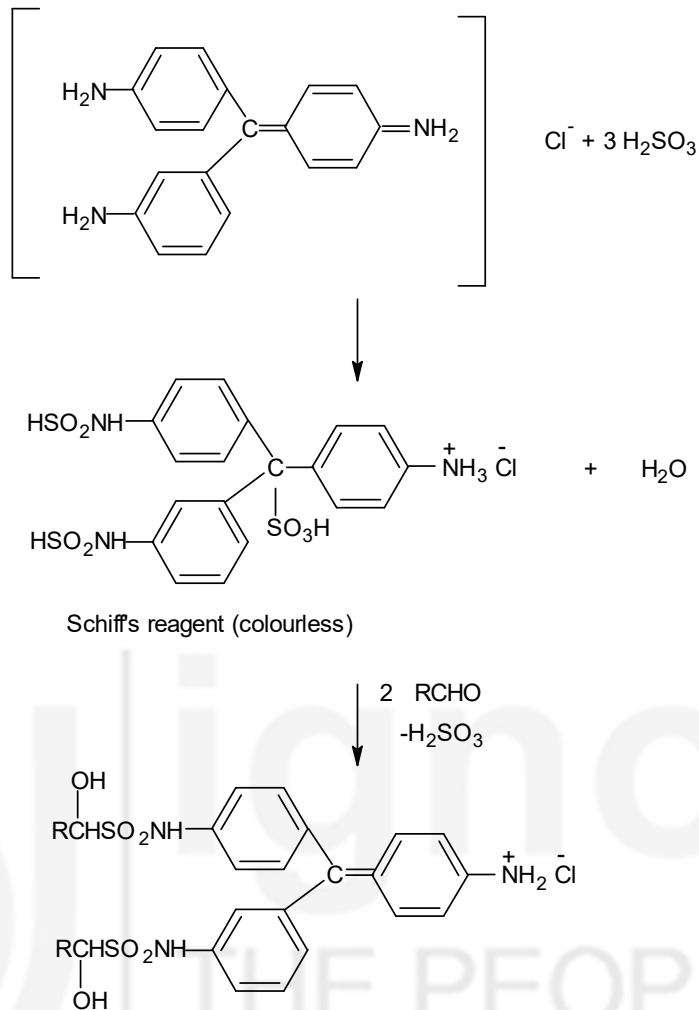
टॉलेन अभिकर्मक को प्रयोग शुरू करने से ठीक पहले तैयार करना चाहिए, क्योंकि अधिक समय तक पड़े रहने से यह अपघटित होकर बहुत अधिक विस्फोटक ठोस, सिल्वर नाइट्राइड (Ag₃N) बनाता है।

यदि ब्रेडी परीक्षण सकारात्मक है, तो टॉलेन परीक्षण से ऐल्डिहाइडों और कीटोनों का भेद करते हैं। सकारात्मक टॉलेन परीक्षण का कभी कभी सिल्वर तत्व के अवक्षेप के बनने या अधिकतर अभिक्रिया पात्र के भीतरी सतह पर एक अभिलाक्षणिक झरजत दर्पण बनने से पता चलता है।

कार्बनिक यौगिकों में ऐल्डिहाइडों और कीटोनों की उपस्थिति का निर्धारण करने के लिए टॉलेन अभिकर्मक का उपयोग किया जाता है। अभिकर्मक में सिल्वर नाइट्रेट, अमोनिया और सोडियम हाइड्रॉक्साइड (अभिकर्मक विलयन की क्षारकीय pH बनाए रखने के लिए) का विलयन होता है। इसका नाम इसके खोजकर्ता, जर्मन रसायनज्ञ बर्नार्ड टॉलेन के नाम पर रखा गया था। एक सकारात्मक टॉलेन परीक्षण एक ऐल्डिहाइड की उपस्थिति

(CH₃CO⁻) बहुत धीरे-धीरे शिफ अभिकर्मक के साथ रंग उत्पन्न कर सकते हैं। आपकी परखनली क्षार और दुर्बल अम्ल के लवण से मुक्त होनी चाहिए, क्योंकि ये भी ऐल्डिहाइड की तरह शिफ अभिकर्मक को लाल कर देते हैं। इसका अभिक्रिया क्रम है:

शिफ अभिकर्मक के रखे रहने पर उसमें रंग उत्पन्न हो जाता है। इसलिए, यह आवश्यक है कि केवल रंगहीन शिफ अभिकर्मक ही काम में लिया जाए। शिफ अभिकर्मक को कसकर ढक्कन लगाकर अंधेरे में रखें।



शिफ अभिकर्मक *p*-रोसेनिलीनहाइड्रोक्लोराइड (0.2 g) को जल में सल्फर डाइऑक्साइड के संतृप्त विलयन (20 cm³) में विलेय कर लें। इसे हिलाएँ और इसे कुछ घंटों के लिए तब तक छोड़ दें जब तक कि रंगहीन पारदर्शक विलयन न बन जाए। जल के साथ तनु करें और साफ विलयन को छानकर अलग कर लें।

यह परीक्षण करें, जैसा नीचे दिया गया है:

विधि

एक परखनली में अज्ञात यौगिक के 2cm³ या अज्ञात यौगिक के जलीय या एल्कोहॉली विलयन के 2cm³ लें। फिर परखनली में शिफ अभिकर्मक के 2cm³ डालें और इसे 2 मिनट तक हिलाएँ। शिफ अभिकर्मक को गरम बिलकुल न करें, क्योंकि गर्म करने पर ऐल्डिहाइड की अनुपस्थिति में भी गुलाबी रंग विकसित हो जाता है। गहरे-लाल या बैंगनी रंग की उपस्थिति ऐल्डिहाइड समूह की उपस्थिति को दर्शाती है

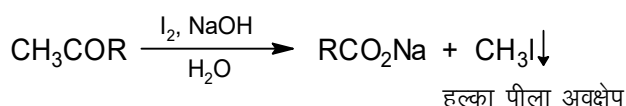
बोध प्रश्न 3

शिफ अभिकर्मक को बनाने में कौन-से यौगिकों का उपयोग किया जाता है?

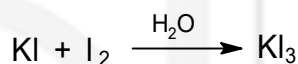
iv) आयोडोफार्म परीक्षण

आयोडोफॉर्म परीक्षण, मेथिल कीटोनों (CH_3COR) और द्वितीयक मेथिल कार्बिनॉल $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{R}$ की पहचान करने के लिए उपयोगी है। चूँकि यह परीक्षण $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})$ - समूहों के लिए सकारात्मक है, इसलिए यह सलाह दी जाती है कि कार्बोनिल समूह की उपस्थिति की पुष्टि करने के बाद आपको आयोडोफार्म परीक्षण करना चाहिए। एथेनॉल, ऐसीटैल्डिहाइड (एथेनॉल), CH_2ICOR - भी सकारात्मक आयोडोफॉर्म परीक्षण देते हैं। ऐसीटिक अम्ल और कुछ अन्य समान यौगिकों के लिए यह परीक्षण नकारात्मक होता है।

परीक्षण की अभिक्रिया को इस प्रकार दिया जाता है:



आयोडीन-पोटैशियम आयोडाइड अभिकर्मक: यह आसुत जल (200 mL) में 50 g पोटैशियम आयोडाइड और 25 g आयोडीन डालकर तैयार किया जाता है। हिलाने के बाद एक साफ विलयन प्राप्त होता है। इस विलयन का गहरा भूरा रंग ट्राइआयोडाइड आयनों (I_3^-) के बनने के कारण होता है।



परीक्षण करें, जैसा नीचे दिया गया है:

विधि

एक क्वथन नली में अज्ञात द्रव का 0.5 cm^3 या 0.2 g ठोस को जल (3 cm^3) में या जलीय डाइऑक्सेन (2 cm^3 जल + 2 cm^3 डाइऑक्सेन) में विलेय करें। अब इसमें आयोडीन-पोटैशियम आयोडाइड विलयन (1 cm^3) और फिर 3 M सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन की कुछ बूँदें मिलाते हुए तब तक हिलाएँ जब तक कि भूरी रंगत अदृश्य न हो जाए। आयोडोमेथेन (आयोडोफार्म), गलनांक 1190C , के हल्के पीले अवक्षेप का बिना गरम किए तुरंत बनना एक सकारात्मक परीक्षण को दर्शाता है।

बोध प्रश्न 4

आयोडोफार्म परीक्षण में संबंधित अभिक्रिया लिखें।

बोध प्रश्न 5

निम्नलिखित में से कौनसा यौगिक सकारात्मक हैलोफार्म परीक्षण देगा?

- a) $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCH}_3$; b) CH_3COOH ; c) CH_3CHO ;
 d) CH_2ICOR ; e) $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COOR}$

9.2.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

व्युत्पन्न बनाने के लिए, ऐल्डिहाइडों और कीटोनों के कार्बोनिल समूह को अन्य समूहों जैसे कि $>C = NNHR$, ओक्सिमों, आदि में परिवर्तित किया जाता है। कुछ महत्वपूर्ण व्युत्पन्न, जो ऐल्डिहाइडों और कीटोनों की पहचान में मदद करते हैं:

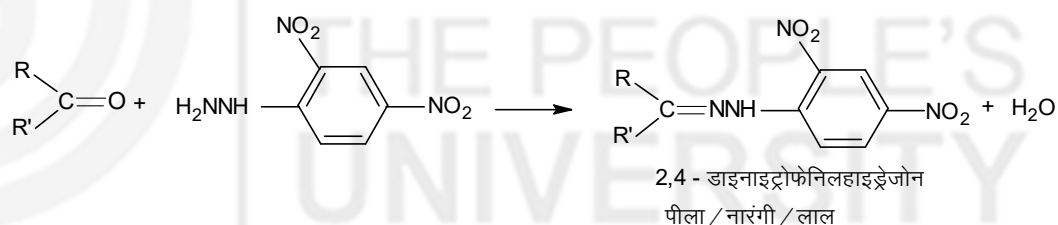
- i) 2,4-डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेज़ोन
- ii) सेमीकार्बेज़ोन
- iii) ऑक्सिम

इस भाग में नीचे कुछ सामान्य व्युत्पन्नों को बनाने की विधियाँ दी गई हैं।

i) 2,4- डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेज़ोन

विधि

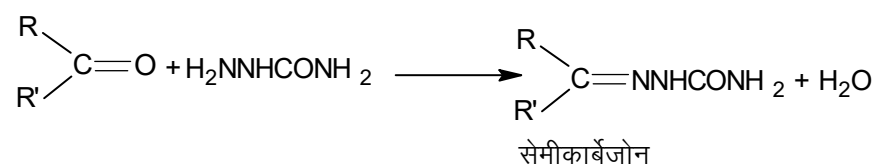
- ii) एथेनॉल की एक छोटी मात्रा में अज्ञात कार्बोनिल यौगिक d 0.5 g को विलेय करें और फिर इसमें 2,4- डाइनाइट्रोफेनिल-हाइड्रेज़ोन अभिकर्मक के 2-3 cm³ डालें। इस मिश्रण को 15-20 मिनट के लिए जल ऊष्मक पर गरम करें, अगर कोई ठोस तुरंत अलग नहीं होता है, तो इसे ठंडा करें और अगर अभी भी अवक्षेप नहीं बनता है, तो तब तक बूँद बूँद करके जल डालें जब तक कि अवक्षेप न बन जाए। बनने वाले ठोस को छान लें, इसे जलीय मेथेनॉल (जल और मेथेनॉल के बराबर आयतन) से धोएँ और ठोस को एथेनॉल या एथिल ऐसीटेट से पुनः क्रिस्टलित करें। गलनांक ज्ञात करें। प्रक्रिया की अभिक्रिया नीचे दी गई है:



ii) सेमीकार्बेज़ोन

विधि

एक परखनली में 5 cm³ जल में सेमीकार्बोजाइड हाइड्रोक्लोराइड (0.5 g) और सोडियम ऐसीटेट (0.8 g) विलेय करें और फिर उसमें कार्बोनिल यौगिक (0.5 g) डालें। यदि विलयन साफ नहीं है, तो साफ विलयन प्राप्त करने के लिए बूँद बूँद करके एथेनॉल की न्यूनतम मात्रा डालें। मिश्रण को 10-20 मिनट तक जल ऊष्मक पर गरम करें, फिर बर्फ में ठंडा करें और छान लें। उत्पाद को एथेनॉल, जलीय एथेनॉल, जल या बेंजीन से पुनरु क्रिस्टलित करें।

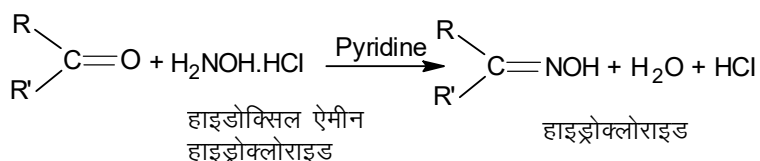


iii) ऑक्सिम

यह उच्च अनु भार वाले ऐल्डिहाइडों और कीटोनों के लिए उपयोग में लिया जाता है।

विधि

एक छोटे गोल पेंदे वाले फ्लास्क में 0.5 g कार्बोनिल यौगिक, 0.5 g हाइड्रॉक्सिलऐमीन हाइड्रोक्लोराइड, 3 cm³ पिरिडीन और 3 cm³ परिशुद्ध एथेनॉल का मिश्रण लें। गोल पेंदे वाले फ्लास्क के साथ पश्चवाही संघनित्र फिट करें और मिश्रण को जल ऊष्मक पर 2 घंटे पश्चवाह (रिफ्लेक्स) करें। एथेनॉल या जलीय एथेनॉल से पुनरु क्रिस्टलित ऑक्सिम प्राप्त करें। ऑक्सिम बनाने संबन्धित अभिक्रिया नीचे दी गई है:



बोध प्रश्न 6

ऐल्डिहाइडों और कीटोनों की पहचान के उपयोग में लिए जाने वाले मुख्य व्युत्पन्न कौनसे हैं?

बोध प्रश्न 7

निम्नलिखित यौगिकों के रासायनिक सूत्र लिखें:

- i) 2,4-डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेज़ोन
- ii) सेमीकार्बेज़ोन
- iii) ऑक्सिम

9.2.3 आवश्यकताएँ

क्र.सं.	उपकरण	मात्रा.	क्र.सं.	रसायन
1.	बीकर	2	1.	ऐल्कोहॉल
2.	क्वथन नली	1	2.	2,4- डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेज़ोन (2,4-DNP)
3.	शंक्वाकार फ्लास्क	1	3.	डाइऑक्सेन
4.	ड्रॉपर	1	4.	एथेनॉल
5.	गलनांक उपकरण	1	5.	हाइड्रॉक्सिलऐमीन हाइड्रोक्लोराइड

6.	पश्चवाही संघनित्र	1	6.	आयोडीन-पोटैशियम आयोडिन विलयन
7.	गोल पेंदे वाला फ्लास्क	1	7.	मेथेनॉल
8.	परखनली	3	8.	पिरिडीन
9.	थर्मामीटर	1	9.	शिफ अभिकर्मक
10.	जल-ऊष्मक	1	10.	सेमीकार्बेजाइड हाइड्रोक्लोराइड
			11.	सोडियम ऐसीटेट
			12.	टॉलेन अभिकर्मक
			13.	ऐल्डिहाइडों और कीटोनों के नमूने

9.2.4 क्रियाविधि

- अपने परामर्शदाता से कार्बोक्सिलिक अम्लों के नमूने प्राप्त करें। BCHCL-134 पाठ्यक्रम के दी गई विधि का उपयोग कर नमूने का भौतिक परीक्षण करें।
- भाग 8.3.1 में विलेयता परीक्षण की दी गई विधि द्वारा विलेयता परीक्षण करें। यदि आपका यौगिक जल में विलेय है तो pH-पेपर का द्वारा pH की जाँच करें।
- अभिलक्षणीय समूह की पहचान के वर्ग निर्धारण के लिए भाग 9.2.1 की विधि का उपयोग करें।
- आप भाग 9.2.2 में दी गई विधियों के उपयोग के द्वारा कम से कम एक व्युत्पन्न बनाएं।
- बनोए गए व्युत्पन्न को सुखाएं और उसका गलनांक तथा नमूने का गलनांक (यदि वह ठोस है) ज्ञात करें। नमूने और व्युत्पन्न के गलनाकों दिए गई यौगिकों के सैद्धांति गलनांक मानों से तुलना करके वास्तविक यौगिक की पुष्टि करें। गलनाकों की तुलना के लिए परिशिष्ट A का उपयोग करें।

9.2.5 प्रेक्षण और परिणाम

- भौतिक परीक्षण
 - भौतिक अवस्था :
 - रंग:
 - गंध:
 - ज्वलन परीक्षण:

टिप्पणी: यह सुझाता है कि अज्ञात यौगिक 'A' ऐरोमैटिक/ऐलिफैटिक यौगिक है।

2. तत्वों का विश्लेषण: इस समय आवश्यक नहीं
3. विलेयता परीक्षण

H ₂ O	5% NaOH	5% NaHCO ₃	5% HCl	सांद्र H ₂ SO ₄	अपेक्षित वर्ग

4. pH पत्र के साथ परीक्षण:
5. प्रेक्षित गलनांक/क्वथनांक:
5. वर्ग निर्धारण:
 - i) ब्रैडी परीक्षण
 - ii) टॉलेन परीक्षण
 - iii) शिफ परीक्षण
 - iv) आयोडोफार्म परीक्षण

6. व्युत्पन्न विरचन :

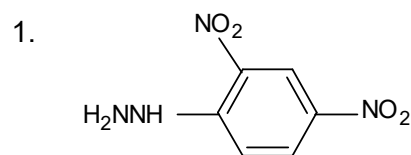
- (i) चयनित व्युत्पन्न :
प्रेक्षित गलनांक :
- (ii) चयनित व्युत्पन्न :
प्रेक्षित गलनांक :

7. संबंधित सैद्धांति मान से जाँच

संभावित यौगिक	मानक गलनांक	व्युत्पन्न/ मानक गलनांक	नमूने का प्रेक्षित गलनांक	नमूने के व्युत्पन्न प्रेक्षित गलनांक

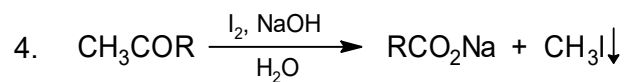
8. अज्ञात यौगिकहै।
- 9 इस यौगिक की संरचना है.....

9.3 उत्तर



2. एक जर्मन रसायनज्ञ बर्नार्ड टॉलेन ने टॉलेन अभिकर्मक की खोज की थी

3. p- रोसेनिलीन हाइड्रोक्लोराइड, ii. सल्फर डाइऑक्साइड, iii. जल

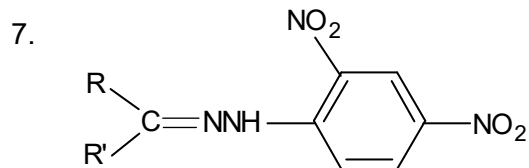


5. a, c और d

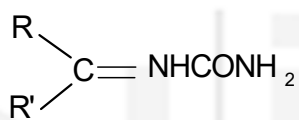
6. i) 2,4डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेजोन

ii) सेमीकार्बेजोन

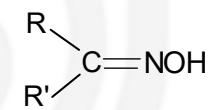
iii) ऑक्सिम



2,4 - डाइनाइट्रोफेनिलहाइड्रेजोन



सेमीकार्बेजोन



ऑक्सिम

ऐमाइड, नाइट्रो तथा ऐमीनो यौगिकों का क्रमबद्ध गुणात्मक विश्लेषण और उनके व्युत्पन्नों का विरचन

प्रयोग की रूपरेखा

10.1	प्रस्तावना		क्रियाविधि
	उद्देश्य		प्रेक्षण और परिणाम
10.2	प्रयोग 10a : ऐमीनों की पहचान और उनके व्युत्पन्नों का विरचन	10.4	प्रयोग 10c : ऐमाइडों की पहचान और उनके व्युत्पन्नों का विरचन
	अभिलक्षकीय समूह परीक्षण		अभिलक्षकीय समूह परीक्षण
	अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न		अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न
	आवश्यकताएँ		आवश्यकताएँ
	क्रियाविधि		क्रियाविधि
	प्रेक्षण और परिणाम		प्रेक्षण और परिणाम
10.3	प्रयोग 10b : नाइट्रो यौगिकों की पहचान और उनके व्युत्पन्नों का विरचन	10.5	अज्ञात नमूने की पहचानन
	अभिलक्षकीय समूह परीक्षण	10.6	गुणात्मक विश्लेषण के लिए प्रयोगशाला नोटबुक
	अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न	10.7	उत्तर
	आवश्यकताएँ		

10.1 प्रस्तावना

पिछले प्रयोग में हमने ऐलिडहाइड और कीटोन के गुणात्मक विश्लेषण पर चर्चा की है। इस प्रयोग में हम कार्बन, हाइड्रोजन और नाइट्रोजन परमाणुओं युक्त (ऐमीन) और ii) कार्बन, नाइट्रोजन और ऑक्सीजन परमाणुओं युक्त (नाइट्रो यौगिक और ऐमाइड) के यौगिकों के अभिलक्षकीय समूहों के परीक्षण करेंगे।

ऐमीनों के साथ ध्यान से काम करें, बहुत सी आविषी होती हैं।

पहले हम i) हिंसबर्ग परीक्षण ii) नाइट्रस अम्ल परीक्षण iii) डाइऐज़ोटोइजेशन परीक्षण और iv) कार्बिनऐमीन परीक्षण द्वारा ऐमीनों की पहचान के बारे में सीखेंगे। अगले भाग में

हम i) फेरस हाइड्रॉक्साइड परीक्षण और ii) अपचयन प्रक्रिया द्वारा नाइट्रो यौगिकों की पहचान की विधियों पर चर्चा करेंगे। अंतिम भाग में हम सीखेंगे कि i) अमोनिया मूल्यांकन परीक्षण और ii) हाइड्रॉक्सेमिक अम्ल परीक्षण से कैसे ऐमाइडों की पहचान करें। हम इन यौगिकों के व्युत्पन्न बनाने की विधियाँ भी सीखेंगे।

उद्देश्य

दिए गए प्रयोग करने के बाद, आप सक्षम होंगे:

- ❖ हिंसबर्ग परीक्षण, नाइट्रस अम्ल परीक्षण, डाइऐजोटोइजेशन परीक्षण और कार्बिनऐमीन परीक्षण द्वारा ऐमीनों की पहचान करने में;
- ❖ स्कॉटेन-बौमान विधि द्वारा ऐमीनों के अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न बनाने में;
- ❖ फेरस हाइड्रॉक्साइड परीक्षण और अपचयन प्रक्रिया द्वारा नाइट्रो यौगिकों की पहचान करने में;
- ❖ नाइट्रो यौगिकों के ऐमीन में अपचयन द्वारा उनके व्युत्पन्न बनाने में;
- ❖ अमोनिया मूल्यांकन परीक्षण और हाइड्रॉक्सेमिक अम्ल परीक्षण से ऐमाइडों की पहचान करने में;
- ❖ जल-अपघटन द्वारा ऐमाइडों के व्युत्पन्न बनाने में।

10.2 प्रयोग-10a: ऐमीनों की पहचान और उनके व्युत्पन्नों का विरचन

यौगिक जिसमें इलेक्ट्रॉनों की एक एकल जोड़ी के साथ एक क्षारकीय नाइट्रोजन परमाणु होता है, उन्हें ऐमीन कहते हैं। प्रतिस्थापी $-NH_2$ एक ऐमीनो समूह कहलाता है। ये औपचारिक रूप से अमोनिया के व्युत्पन्न हैं, जिसमें से एक या एक से अधिक हाइड्रोजन परमाणुओं का किसी प्रतिस्थापी, जैसे ऐल्किल या ऐरिल समूहों द्वारा प्रतिस्थापित किया गया है (ये क्रमशः ऐल्किलऐमीन या ऐरिलऐमीन कहलाते हैं)। जिन ऐमीनों में दोनों प्रकार के प्रतिस्थापी एक नाइट्रोजन परमाणु से जुड़े होते हैं, उन्हें ऐल्किलऐरिलऐमीन कह सकते हैं।

ऐमीनों को नाइट्रोजन पर प्रतिस्थापियों की प्रकृति और संख्या के अनुसार वर्गीकृत किया जा सकता है। तीन प्रकार के ऐमीन होते हैं: प्राथमिक (1°) ऐमीन, द्वितीयक (2°) ऐमीन और तृतीयक (3°) ऐमीन।

- **प्राथमिक (1°) ऐमीन:** प्राथमिक ऐमीनों में अमोनिया के तीन हाइड्रोजन परमाणुओं में से एक को ऐल्किल या एरोमैटिक समूह द्वारा प्रतिस्थापित किया जाता है।
- **द्वितीयक (2°) ऐमीन:** द्वितीयक ऐमीनों में नाइट्रोजन परमाणु के साथ एक हाइड्रोजन परमाणु और दो कार्बनिक प्रतिस्थापी (ऐल्किल, ऐरिल या दोनों) जुड़े होते हैं।
- **तृतीयक (3°) ऐमीन :** तृतीयक ऐमीनों में, नाइट्रोजन में बिना किसी हाइड्रोजन परमाणु के तीन कार्बनिक प्रतिस्थापी (ऐल्किल, ऐरिल या दोनों) जुड़े होते हैं।

बोध प्रश्न 1

निम्नलिखित में से कौन-सा प्राथमिक (1°) ऐमीन, द्वितीयक (2°) ऐमीन और तृतीयक (3°) ऐमीन है?

- a) RNH_2
 b) R_3N
 c) R_2NH

10.2.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

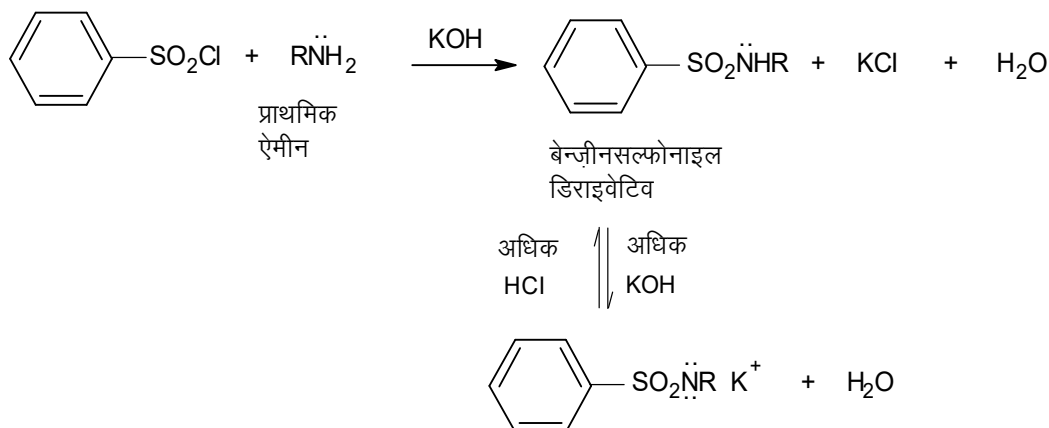
इस भाग में हम ऐमीनों के लक्षण-वर्णन के बारे में अध्ययन करेंगे। ऐमीनों की पहचान मुख्य रूप से i) हिंसबर्ग परीक्षण ii) नाइट्रस अम्ल परीक्षण iii) डाइऐज़ोटाइजेशन और युग्मन और iv) कार्बिनऐमीन परीक्षण द्वारा की जा सकती है (प्राथमिक ऐमीनों के लिए सकारात्मक)।

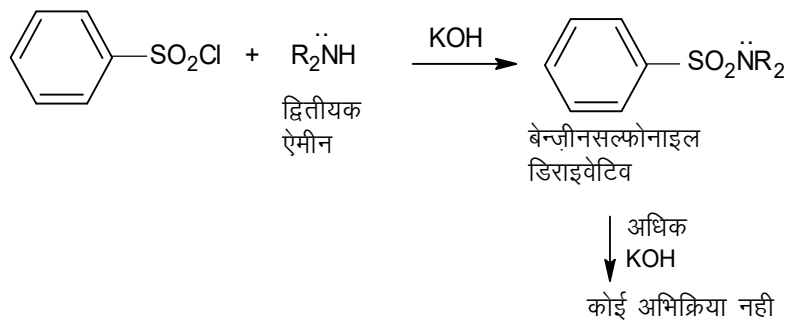
i) हिंसबर्ग परीक्षण

प्राथमिक, द्वितीयक और तृतीयक ऐमीनों की पहचान हिंसबर्ग परीक्षण द्वारा की जा सकती है। इस परीक्षण से इन तीनों ऐमीनों में भेद किया जा सकता है। प्राथमिक या द्वितीयक ऐमीन और बेन्जीनसल्फोनिल क्लोराइड के बीच की अभिक्रिया संगत प्रतिस्थापित बेन्जीनसल्फोनैमाइड देती है। यह अभिक्रिया क्षारक के आधिक्य में की जाती है। प्राथमिक और द्वितीयक ऐमीनों के सल्फोनैमाइड भिन्न होते हैं क्योंकि प्राथमिक ऐमीन से बने सल्फोनैमाइडों में अम्लीय ऐमीनो हाइड्रोजन होती है, जो क्षार में विलेय उत्पाद देती है। दूसरी ओर, द्वितीयक ऐमीन से बने बेन्जीनसल्फोनैमाइड में कोई अम्लीय ऐमीनो हाइड्रोजन नहीं होती है और वे अम्ल तथा क्षार दोनों में अविलेय होते हैं। तृतीयक ऐमीन में बेन्जीनसल्फोनिल व्युत्पन्न बनाने के लिए आवश्यक अम्लीय हाइड्रोजन नहीं होती है।

इस प्रकार, कुछ अपवादों के साथ, प्राथमिक ऐमीन संगामी अभिक्रिया मिश्रण उपलब्ध कराने के लिए बेन्जीनसल्फोनिल क्लोराइड के साथ अभिक्रिया करता है और द्वितीयक ऐमीन विषमांगी अभिक्रिया मिश्रण बनाने के लिए प्रतिक्रिया करते हैं।

बेन्जीनसल्फोनिल क्लोराइड आपकी त्वचा को न छुए। ऐमीनों के साथ काम करते समय सावधानी बरतें। बहुत से आविषी होते हैं।





विधि

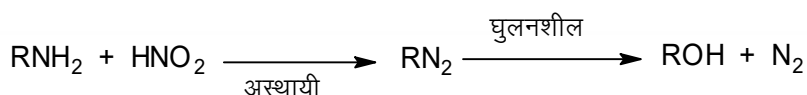
एक परखनली में अज्ञात यौगिक की 3-4 बूंदें (या 0.1g), 0.2 g बेन्जीनसल्फोनिल क्लोराइड, 1 cm³ मेथेनॉल और 5 cm³ 10% सोडियम हाइड्रॉक्साइड लें। कुछ मिनट के लिए मिश्रण को गरम करें, इसके क्वथनांक के ठीक नीचे, जब तक बेन्जीनसल्फोनिल क्लोराइड की गंध नहीं चली जाती। फिर अभिक्रिया मिश्रण को बर्फ में ठंडा करें। ठंडा होने पर, यदि कोई अवक्षेप नहीं दिखता है, तो पदार्थ संभवतः तृतीयक ऐमीन है। यदि अवक्षेप दिखाई देता है, तो ऐमीन या तो प्राथमिक है या द्वितीयक।

यदि अवक्षेप आया है, तो इसे छान लें, इसे 2 cm³ जल से धो लें और इसे एक परखनली में स्थानांतरित कर दें। 2 cm³ 5% सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन डालें और 50° C पर अभिक्रिया मिश्रण को हलका गरम करें और फिर इसे अच्छी तरह से हिलाएँ। यदि अवक्षेप विलेय हो जाता है, तो ऐमीन प्राथमिक है। यदि अवक्षेप विलेय नहीं होता है तो यह द्वितीयक ऐमीन को दर्शाता है।

ii) नाइट्रस अम्ल परीक्षण

नाइट्रस परीक्षण प्राथमिक ऐलिफैटिक, प्राथमिक ऐरोमैटिक, द्वितीयक और तृतीयक ऐमीनों के बीच अंतर करने के लिए उपयोगी है।

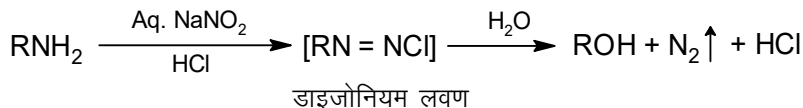
प्राथमिक ऐमीन नाइट्रस अम्ल के साथ अभिक्रिया करके डाइऐज़ोनियम आयन देता है। ऐलिफैटिक ऐमीन अस्थायी डाइऐज़ोनियम आयन देते हैं, जो विघटित होकर नाइट्रोजन गैस और ऐल्कोहॉल देते हैं। दूसरी ओर ऐरोमैटिक ऐमीन स्थायी डाइऐज़ोनियम लवण (0° C पर विलयन में स्थायी) देते हैं।



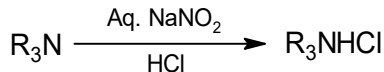
विधि

एक परखनली में 0.5g यौगिक लें और इसे 2 cm³ 2M हाइड्रोक्लोराइड अम्ल में विलेय करें (नोट: कुछ दुर्बल क्षारकीय ऐमीनों को सांद्र हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की आवश्यकता होती है)। इसे बर्फ में 5° C तक ठंडा करें और इसमें 5% जलीय सोडियम नाइट्राइट की 4 या 5 बूंदें डालें। निम्नलिखित प्रेक्षणों पर ध्यान दें।

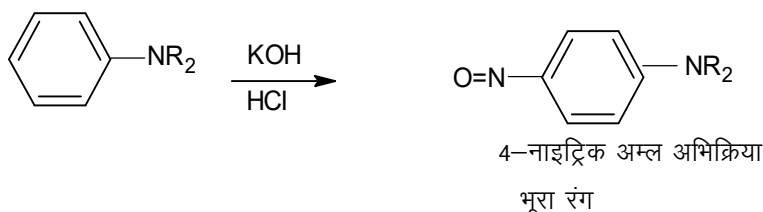
- बुदबुदाहट होती है (नाइट्रोजन गैस निकलती है) है और साफ विलयन प्राप्त होता है। यह प्राथमिक ऐलिफैटिक ऐमीन या ऐमाइड (RCONH₂) की उपस्थिति को दर्शाता है। अभिक्रियाएँ नीचे दी गई हैं:



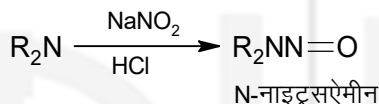
ii) कोई बुदबुदाहट नहीं और साफ विलयन का नहीं बनना प्राथमिक ऐरोमैटिक ऐमीन या तृतीयक ऐमीन का होना दर्शाते हैं।



iii) गहरे भूरे विलयन बनना प्राथमिक तृतीयक ऐरोमैटिक ऐमीन का होना दर्शाते हैं।



कोई बुदबुदाहट नहीं परंतु धुंधले विलयन या इमल्शन (सामान्यता पीला) का बनना द्वितीयक ऐमीन का होना दर्शाते हैं।



iii) डाइऐज़ोटाइजेशन और युग्मन

डाइऐज़ो समूह एक कार्बनिक अंश है जिसमें एक सिरे पर दो नाइट्रोजन परमाणु (ऐज़ो) होते हैं। सामान्य संरचनात्मक सूत्र $\text{R}_2\text{C}=\text{N}^+=\text{N}^-$ है। इन्हें डाइऐज़ो यौगिक या डाइऐज़ोएल्केन कहते हैं। प्राथमिक ऐरोमैटिक ऐमीन को डाइऐज़ोनियम लवण में बदलने की प्रक्रिया को डाइऐज़ोटाइजेशन या डाइऐज़ोटेशन कहते हैं। डाइऐज़ोनियम लवण महत्वपूर्ण संश्लेषी मध्यवर्ती हैं जो युग्मन अभिक्रियाओं के माध्यम से ऐज़ो रंजक बना के सकते हैं। प्राथमिक ऐरोमैटिक ऐमीन और नाइट्रस अम्ल के बीच अभिक्रिया डाइऐज़ो यौगिक देती है। यह अभिक्रिया डाइऐज़ोटाइजेशन कहलाती है। इसे सबसे पहले पीटर ग्रीस ने दिया था। डाइऐज़ोनियम लवण का उपयोग बहुत कम ताप पर किया जाता है, इस तथ्य के कारण कि उच्च ताप पर ये अस्थायी होते हैं। द्वितीयक और तृतीयक ऐमीन निश्चित रूप से यह परीक्षण देते हैं। द्वितीयक ऐमीन में नाइट्रोजन पर केवल एक हाइड्रोजन परमाणु होता है और इसलिए वे डाइऐज़ोटाइजेशन अभिक्रिया को पूरा नहीं कर सकते हैं और पीले तैलीय नाइट्रोसामीन उत्पाद देते हैं। तृतीयक ऐमीनों में नाइट्रोजन पर कोई हाइड्रोजन परमाणु नहीं होता है; नाइट्रस अम्ल के साथ अम्ल-क्षारक अभिक्रिया के माध्यम से केवल विलेय लवण देते हैं। कई डाइऐज़ोनियम लवण अत्यधिक विस्फोटक हैं और गरम करने पर हिंसक रूप से अपघटित होते हैं। इसका उपयोग करते समय बहुत सावधान रहना चाहिए।

विधि

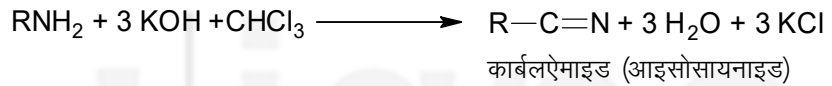
यदि नाइट्रस अम्ल परीक्षण एक साफ विलयन देता है, तो इस विलयन में सोडियम हाइड्रॉक्साइड (2M) में विलेय 5% 2-नैफ़थॉल डालें और निम्नलिखित प्रेक्षणों पर ध्यान दें।

गुणात्मक वर्गिकरण परीक्षण और व्युत्पन्न-II का विरचन N-नाइट्रोसो-ऐमीन कैसंरजनी होता है।

- a) गहरे लाल से गहरे भूरे रंग का बनना प्राथमिक ऐरोमैटिक ऐमीन की उपस्थिति को दर्शाता है।
- b) यदि कोई रंग दिखाई नहीं देता है (सफेद से पीले रंग की अवक्षेप की उपेक्षा करें) और परीक्षण (ii) (a) सकारात्मक है, तो प्राथमिक ऐमीनों के लिए कार्बिलऐमीन परीक्षण करें।

iv) कार्बिलऐमीन परीक्षण; प्राथमिक ऐमीनों के लिए सकारात्मक

कार्बिलऐमीन परीक्षण अभिक्रिया का उपयोग प्राथमिक ऐमीनों की पहचान के लिए किया जाता है। इसे सैत्जेफ़ के आइसोसायनाइड परीक्षण के रूप में भी जाना जाता है। इस अभिक्रिया में, विश्लेषण किए जाने वाले पदार्थ को ऐल्कोहॉली पोटैशियम हाइड्रॉक्साइड और क्लोरोफॉर्म के साथ गरम किया जाता है। आइसोसायनाइड (कार्बिलऐमीन) का बनना एक प्राथमिक ऐमीन की उपस्थिति को दर्शाता है। ऐमीन की उपस्थिति आइसोसायनाइड की एक विशिष्ट दुर्गंध से पता चलती है। द्वितीयक और तृतीयक ऐमीन कार्बिलऐमीन परीक्षण नहीं देते हैं, क्योंकि उनके पास एक से अधिक ऐल्किल समूह होते हैं जो -छभ्2 समूह की पहुँच में बाधा डालते हैं। कार्बिलऐमीन अभिक्रिया, जिसे हॉफमैन के आइसोसायनाइड परीक्षण के रूप में भी जाना जाता है, इस प्रकार है:



विधि

एक परखनली में थोड़ी मात्रा में कार्बनिक यौगिक, ऐल्कोहॉली KOH (कास्टिक पोटाश) विलयन (1 cm³) और क्लोरोफॉर्म (कुछ बूँदें) डालें। परखनली की सामग्री को धीरे-धीरे हिलाएँ और हलका गरम करें। आइसोसायनाइड की दुर्गंध प्राथमिक ऐमीन की उपस्थिति दर्शाती है।

बोध प्रश्न 2

निम्नलिखित वाक्यों में रिक्त स्थान भरें:

- a) प्राथमिक ऐमीन और बेंजीनसल्फोनिल क्लोराइड के बीच अभिक्रिया देती है।
- b) नाइट्रस एसिड टेस्ट, और ऐमीनों के बीच अंतर करने के लिए उपयोगी है।
- c) क्लोरोफॉर्म की उपस्थिति में ऐल्कोहॉली कास्टिक पोटाश के साथ अभिक्रिया करके प्राथमिक ऐमीन, देता है।
- d) कार्बिलऐमीन परीक्षण ३३३ऐमीनों के लिए सकारात्मक परिणाम देता है।

10.2.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

ऐमीनों की पहचान के लिए उपयोग में आने वाले कुछ सामान्य व्युत्पन्न हैं:

- i) बेजोंएट और टोलूईन-4-सल्फोनेट
- ii) ऐसीटिल व्युत्पन्न
- iii) पिक्रेट
- iv) मेथाओडाइड

प्राथमिक और द्वितीयक ऐमीनों के सबसे सामान्य व्युत्पन्न बेजोंएट और टोलूईन-4-सल्फोनेट हैं। ऐसीटिल व्युत्पन्न भी काफी सामान्य हैं। परंतु, तृतीयक ऐमीनों की ऐसी अभिक्रियाएँ नहीं होती हैं। तृतीयक ऐमीनों की पहचान के लिए उपयुक्त व्युत्पन्न पिक्रेट और मेथाओडाइड हैं।

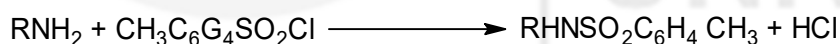
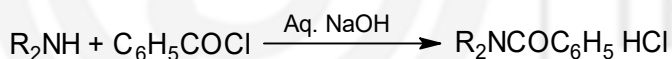
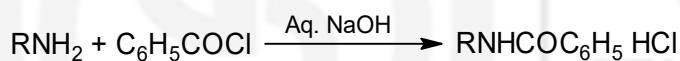
आइए प्रत्येक पर अलग से चर्चा करें।

i) बेजोंएट और टोलूईन-4-सल्फोनेट (स्कॉटेन-बौमान विधि)

विधि

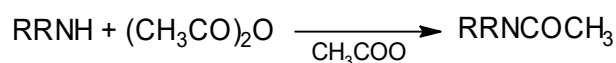
एक क्वथन नली में यौगिक (0.5 g), 2 M सोडियम हाइड्रॉक्साइड (10 cm³) और बेंजॉयलक्लोराइड (1 cm³) लें। यदि मिश्रण समांगी नहीं है, तो पर्याप्त मात्रा में ऐसीटोन मिलाएँ। एक ठोस प्राप्त होने तक सामग्री को तेजी से हिलाएँ। कभी-कभी पानी की कुछ बूँदें अवक्षेप प्राप्त करने के लिए मिलायी जाती हैं। अवक्षेप को छान लें, ठंडे पानी से धोएँ और ऐल्कोहॉल से पुनरु क्रिस्टलित करें।

यदि आप टोलूईन-4-सल्फोनेट बनाना चाहते हैं, तो बेंजॉयलक्लोराइड के स्थान पर टोलूईन-4-सल्फोनिल का उपयोग करें।



ii) ऐसीटिल व्युत्पन्न

प्राथमिक और द्वितीयक ऐमीनों का सबसे अच्छा ऐसीटिलीकरण ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड के साथ होता है।



R = alkyl, aryl or H

विधि

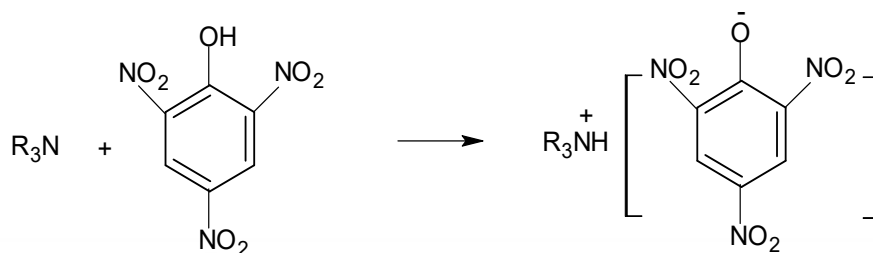
एक शंक्वाकार फ्लास्क में ऐमीन (0.5 g), ऐसीटिक अम्ल (1 cm³) और ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड (1 cm³) लें। अभिक्रिया मिश्रण को लगभग 20 मिनट तक गरम करें। फिर ठंडा करे और फिर उसे बर्फ के पानी में डाल दें। ठोस को छान लें और जल या जलीय एथेनॉल से क्रिस्टलित करें।

ऐरोमैटिक ऐमीनों के कुछ ऑर्थो प्रतिस्थापित व्युत्पन्नो को त्रिविमी बाधा के कारण बनाना कठिन है। इस तरह के व्युत्पन्नो को सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल की कुछ बूँदें डालकर, जो उत्प्रेरक के रूप में काम करता है, और एसीटिक ऐनहाइड्राइड की अधिकता का उपयोग करके बनाया जा सकता है।

iii) **पिक्रेट**

विधि

ऐमीन (0.5 g) को एथेनॉल (10 cm³) में विलये करें और फिर इसमें पिक्रिक अम्ल और (5 cm³) का संतृप्त एथेनॉलिक विलयन डालें। अभिक्रिया मिश्रण को जल ऊष्मक पर 3 मिनट तक गरम करें और फिर इसे ठंडा होने दें। ठोस उत्पाद को छान लें और एथेनॉल से पुनरु क्रिस्टलित करें।



iv) **मेथाओडाइड**

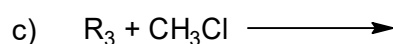
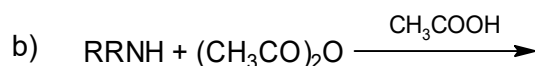
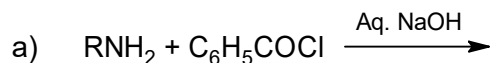
विधि

ऐमीन (0.5 g)के मेथिलआयोडाइड (0.5 g) के साथ का मिश्रण को कई मिनट तक जल ऊष्मक पर धीरे से गर्म करें। फिर इसे एक बर्फ में ठंडा करें और एथेनॉल या मेथनॉल या एथिल एसीटेट से उत्पाद को पुनरु क्रिस्टलित करें।



बोध प्रश्न 3

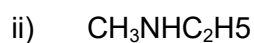
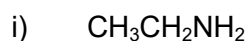
निम्नलिखित अभिक्रियाओं को पूरा करें :



बोध प्रश्न 4

दिए गए विकल्पों में से सही उत्तर पर सही का निशान लगाएँ :

a) कार्बिलऐमीन परीक्षण देता है:



- iii) $(\text{CH}_3)_3\text{N}$
- iv) $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$
- b) नाइट्रोसोऐमीन जिसके साथ बनते हैं:
- i) प्राथमिक ऐमीन
- ii) द्वितीयक ऐमीन
- iii) तृतीयक ऐमीन
- iv) इनमें से किसी के साथ नहीं

इससे पहले कि हम इन परीक्षणों की प्रक्रिया पर चर्चा करें, आइए इन परीक्षणों के लिए आवश्यक उपकरण और रसायन एकत्र कर लें।

10.2.3 आवश्यकताएँ

क्र.सं.	उपकरण	मात्रा	क्र.सं.	रसायन
1.	बीकर	1	1.	HCl
2.	क्वथन नली	1	2.	KOH
3.	बर्नर	1	3.	NaOH
4.	शंक्वाकार फ्लास्क	1	4.	ऐसीटिक अम्ल
5.	ड्रॉपर	1	5.	ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड
6.	गलनांक उपकरण	1	6.	जलीय सोडियम नाइट्राइट
7.	पश्चवाही संघनित्र	1	7.	बेन्जीनसल्फोनिल क्लोराइड
8.	गोल पेन्डे वाला फ्लास्क	1	8.	बेंजॉयलक्लोराइड
9.	परखनली	3	9.	क्लोरोफॉर्म
10.	थर्मामीटर	1	10.	एथेनॉल
11.	जल-ऊष्मक	1	11.	एथिल ऐसीटेट
			12.	बर्फ
			13.	मेथेनॉल
			14.	मेथिलआयोडाइड
			15.	2-नैफथॉल
			16.	पिक्रिक अम्ल
			17.	टॉलूइन-4-सल्फोनिल
			18.	ऐमीनों के नमूने

10.2.4 क्रियाविधि

1. अपने परामर्शदाता से ऐमीनों के नमूने प्राप्त करें। BCHCL-134 पाठ्यक्रम के दी गई विधि का उपयोग कर नमूने का भौतिक परीक्षण और तत्वों का विश्लेषण करें।
2. भाग 8.3.1 में विलेयता परीक्षण की दी गई विधि द्वारा विलेयता परीक्षण करें। यदि आपका यौगिक जल में विलेय है तो pH-पेपर का द्वारा pH की जाँच करें।
3. अभिलक्षकीय समूह की पहचान के वर्ग निर्धारण के लिए भाग 10.2.1 की विधि का उपयोग करें।
4. आप भाग 10.2.2 में दी गई विधियों के उपयोग के द्वारा कम से कम एक व्युत्पन्न बनाएं।
5. बनोए गए व्युत्पन्न को सुखाएं और उसका गलनांक तथा नमूने का गलनांक (यदि वह ठोस है) ज्ञात करें। नमूने और व्युत्पन्न के गलनाकों दिए गई यौगिकों के सैद्धांति गलनांक मानों से तुलना करके वास्तविक यौगिक की पुष्टी करें। गलनाकों की तुलना के लिए परिशिष्ट A का उपयोग करें।

9.2.5 प्रेक्षण और परिणाम

1. भौतिक परीक्षण
 - a) भौतिक अवस्था :
 - b) रंग:
 - c) गंध:
 - d) ज्वलन परीक्षण:

टिप्पणी: यह सुझाता है कि अज्ञात यौगिक 'A' ऐरोमैटिक/ऐलिफैटिक यौगिक है।

2. तत्वों का विश्लेषण:
3. विलेयता परीक्षण

H ₂ O	5% NaOH	5% NaHCO ₃	5% HCl	सांद्र H ₂ SO ₄	अपेक्षित वर्ग

4. pH पत्र के साथ परीक्षण:
5. प्रेक्षित गलनांक/कथनांक:
5. वर्ग निर्धारण:
 - i) हिंसबर्ग परीक्षण
 - ii) नाइट्रस अम्ल परीक्षण
 - iii) डाइऐज़ोटोइजेशन और युग्मन और
 - iv) कार्बिनऐमीन परीक्षण द्वारा की जा सकती है (प्राथमिक ऐमिनो के लिए सकारात्मक)

6. व्युत्पन्न विरचन :

- (i) चयनित व्युत्पन्न :
 प्रेक्षित गलनांक :
- (ii) चयनित व्युत्पन्न :
 प्रेक्षित गलनांक :

7. संबंधित सैद्धांति मान से जाँच

संभावित यौगिक	मानक गलनांक	व्युत्पन्न/ मानक गलनांक	नमूने का प्रेक्षित गलनांक	नमूने के व्युत्पन्न प्रेक्षित गलनांक

8. अज्ञात यौगिक है।

9 इस यौगिक की संरचना है.....

10.3 प्रयोग 10b: नाइट्रो यौगिकों की पहचान करना और उनके व्युत्पन्नो का विरचन

अभिलक्षकीय समूह -NO₂ वाले कार्बनिक यौगिक नाइट्रो यौगिकों के रूप में जाने जाते हैं। ये ऐलिफैटिक (R-NO₂) या ऐरोमैटिक (Ar-NO₂) यौगिक हो सकते हैं। ऐलिफैटिक और ऐरोमैटिक दोनों ऑक्सीकारक अभिकर्मक हैं।

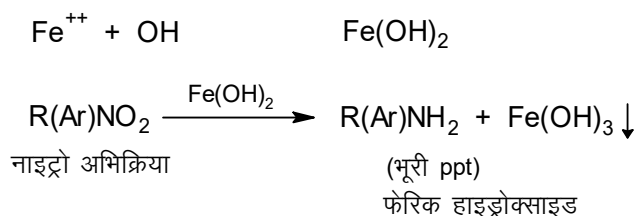
10.3.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

नाइट्रो यौगिकों के लिए सबसे सामान्य अभिलक्षकीय समूह परीक्षण हैं:

- i) फेरस हाइड्रॉक्साइड परीक्षण और
 ii) ऐमीनों में अपचयन और रंजक परीक्षण।

i) फेरस हाइड्रॉक्साइड परीक्षण

जो कार्बनिक यौगिक ऑक्सीकारक अभिकर्मक होते हैं, वे फेरस हाइड्रॉक्साइड (नीला) को फेरिक हाइड्रॉक्साइड (भूरा) में ऑक्सीकृत करेंगे। सबसे सामान्य ऑक्सीकारक अभिकर्मक नाइट्रो यौगिक हैं। व्यावहारिक रूप से यह परीक्षण सभी नाइट्रो-यौगिकों द्वारा लगभग एक मिनट में दिया जाता है। अभिक्रिया के दौरान Fe (II) नाइट्रो यौगिकों की उपस्थिति में Fe (III) में ऑक्सीकृत होता है। इस परीक्षण में शामिल अभिक्रिया है :



विधि

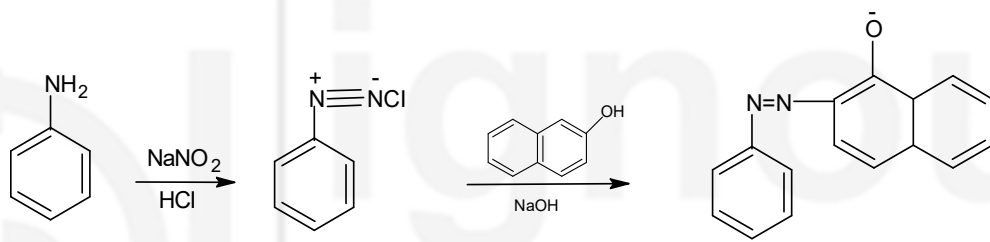
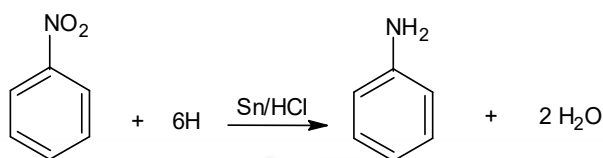
नीले अवक्षेप का कुछ गहरा होना या हरी रंगत को सकारात्मक परीक्षण नहीं समझना चाहिए।

2 cm³ ताजा बने 5% जलीय फेरस अमोनियम सल्फेट के विलयन के विलयन में सल्जलीय फेरस अमोनियम सल्फेट के विलयन में सल्फ्यूरिक अम्ल (1 M) की 2 बूँदें 1 cm³ एथेनॉलिक सोडियम पोटैशियम हाइड्रॉक्साइड (2 M) और अज्ञात यौगिक (तरल की 2 बूँदें या 0.5 g ठोस) डालें। विलयन को लगातार हिलाते हुए कुछ मिनट जल उष्मक पर गरम करें। नीले अवक्षेप का एक मिनट में जंग जैसा भूरा होना सकारात्मक परीक्षण का संकेत देता है। अज्ञात यौगिक के बिना एक समान मिश्रण तैयार करें (ब्लैक परीक्षण)। ब्लैक परीक्षण में शुरू में बने नीले अवक्षेप में कोई बदलाव नहीं होगा।

ऐमीनों में अपचयन और रंजक परीक्षण

नाइट्रो यौगिकों को नाइट्रो समूह के अपचयन द्वारा पहचाना जा सकता

है। इसमें शामिल अभिक्रिया है:



red to brown precipitate

विधि

एक क्वथन नली में अज्ञात यौगिक के लगभग 0-5 g और 7 M हाइड्रोक्लोराइड अम्ल के 3 cm³ लें। इसमें 1 ह स्टेनस क्लोराइड मिलाएँ और 15 मिनट के लिए लगातार हिलाते हुए गरम करें। मिश्रण को छान लें, इसे बर्फ

(5°C) में ठंडा करें और इसमें 5% जलीय सोडियम नाइट्राइट (5-6 बूँदें) डालें। इसमें 2 M सोडियम हाइड्रॉक्साइड 5% 2- नैफ़थॉल विलयन के 2 cm³ डालें और निम्नलिखित प्रेक्षण नोट करें:

- i) एक लाल से भूरा अवक्षेप ऐरोमैटिक नाइट्रो यौगिकों की उपस्थिति को दर्शाता है।
- ii) किसी भी रंगीन अवक्षेप का नहीं बनना, ऐलिफैटिक नाइट्रो यौगिकों की उपस्थिति को दर्शाता है (सफेद से पीले अवक्षेप को अनदेखा करें)।

10.3.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

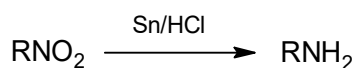
नाइट्रो यौगिकों का प्राथमिक ऐमीनों में अपचयन

नाइट्रो यौगिकों के व्युत्पन्नों का बनना नाइट्रो यौगिकों के प्रकार पर निर्भर करता है। नाइट्रो यौगिकों को ऐमीनों में अपचयित कराया जाता है और प्राथमिक ऐमीनों के रूप में

व्युत्पन्न प्राप्त किए जाते हैं। इस विधि का उपयोग ऐलिफैटिक और ऐरोमैटिक दोनों प्रकार के नाइट्रो यौगिकों के लिए किया जा सकता है। नाइट्रो यौगिकों को निम्नलिखित विधि द्वारा प्राथमिक ऐमीनों में परिवर्तित किया जा सकता है।

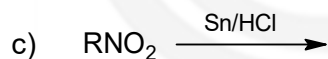
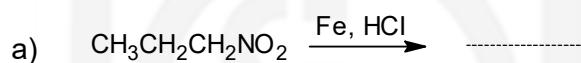
विधि

नाइट्रो यौगिक (1 g) और सांद्र हाइड्रोक्लोरिक अम्ल (10 cm³) को एक छोटे गोल पेन्डे वाले फ्लास्क में लें और फिर इसमें एथेनॉल (2 cm³) और टिन (3 g) डालें। प्रारंभिक अभिक्रिया पूरी पर अभिक्रिया मिश्रण को ठंडा करें और फिर इसे 25 मिनट के लिए पश्चवाही संघनित्र के नीचे गरम करें। ऊपरी द्रव को निथार लें, उसे ठंडा करें और फिर 40% सोडियम हाइड्रॉक्साइड के साथ हिलाते हुए क्षारकित करें और बर्फ के साथ ठंडा करें (बने हुए टिन (II) हाइड्रॉक्साइड को विलेय करने के लिए 40% सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन का उपयोग करें)। डाइएथिल ईथर के साथ क्षारकीय मिश्रण निष्कर्षित करें, निर्जल सोडियम सल्फेट पर सुखाएँ, छाने और ईथर को वाष्पित करें। जलीय एथेनॉल से ठोस को क्रिस्टलीकृत करें।



बोध प्रश्न 5

रिक्त स्थानों की पूर्ति करें :



आइए इनकी अलग अलग चर्चा करें। इससे पहले कि हम इन परीक्षणों की प्रक्रिया पर चर्चा करें, आइए इन परीक्षणों के लिए आवश्यक उपकरणों और रसायनों को एकत्र कर लें।

10.3.3 आवश्यकताएँ

क्र.सं.	उपकरण	मात्रा	क्र.सं.	रसायन
1.	बीकर	2	1.	डाइएथिल ईथर
2.	क्वथन नली	1	2.	एथेनॉल
3.	बर्नर	1	3.	सोडियम पोटैशियम हाइड्रॉक्साइड
4.	शंक्वाकार फ्लास्क	1	4.	फेरस अमोनियम सल्फेट

5.	ड्रॉपर	1	5.	HCl
6.	गलनांक उपकरण	1	6.	NaOH
7.	पश्चवाही संघनित्र	1	7.	2-नैफथॉल
8.	गोल पेन्डे वाला प्लास्क	1	8.	सोडियम नाइट्राइट
9.	परख नली	3	9.	टिन
10.	थर्मामीटर	1	10.	नाइट्रो यौगिकों के नमूने
11.	जल ऊष्मक			

10.3.4 क्रियाविधि

1. अपने परामर्शदाता से ऐमीनों के नमूने प्राप्त करें। BCHCL-134 पाठ्यक्रम के दी गई विधि का उपयोग कर नमूने का भौतिक परीक्षण और तत्वों का विश्लेषण करें।
2. भाग 8.3.1 में विलेयता परीक्षण की दी गई विधि द्वारा विलेयता परीक्षण करें। यदि आपका यौगिक जल में विलेय है तो pH-पेपर का द्वारा pH की जाँच करें।
3. अभिलक्षकीय समूह की पहचान के वर्ग निर्धारण के लिए भाग 10.3.1 की विधि का उपयोग करें।
4. आप भाग 10.3.2 में दी गई विधियों के उपयोग के द्वारा कम से कम एक व्युत्पन्न बनाएं।
5. बनोए गए व्युत्पन्न को सुखाएं और उसका गलनांक तथा नमूने का गलनांक (यदि वह ठोस है) ज्ञात करें। नमूने और व्युत्पन्न के गलनाकों दिए गई यौगिकों के सैद्धांति गलनांक मानों से तुलना करके वास्तविक यौगिक की पुष्टि करें। गलनाकों की तुलना के लिए परिशिष्ट A का उपयोग करें।

9.2.5 प्रेक्षण और परिणाम

1. भौतिक परीक्षण
 - i) भौतिक अवस्था :
 - ii) रंग:
 - iii) गंध:
 - iv) ज्वलन परीक्षण:

टिप्पणी: यह सुझाता है कि अज्ञात यौगिक 'A' ऐरोमैटिक/ऐलिफैटिक यौगिक है।

2. तत्वों का विश्लेषण:

3. विलेयता परीक्षण

H ₂ O	5% NaOH	5% NaHCO ₃	5% HCl	सांद्र H ₂ SO ₄	अपेक्षित वर्ग

4. pH पत्र के साथ परीक्षण :

5. प्रेक्षित गलनांक / क्वथनांक :

5. वर्ग निर्धारण :

i) फेरस हाइड्रॉक्साइड परीक्षण और

ii) ऐमीनों में अपचयन और रंजक परीक्षण

6. व्युत्पन्न विरचन :

(i) चयनित व्युत्पन्न :

प्रेक्षित गलनांक :

(ii) चयनित व्युत्पन्न :

प्रेक्षित गलनांक :

7. संबंधित सैद्धांति मान से जाँच

संभावित यौगिक	मानक गलनांक	व्युत्पन्न / मानक गलनांक	नमूने का प्रेक्षित गलनांक	नमूने के व्युत्पन्न प्रेक्षित गलनांक

8. अज्ञात यौगिक है।

9 इस यौगिक की संरचना है.....

10.4 प्रयोग 10c: ऐमाइडों की पहचान करना और उनके व्युत्पन्नों का विरचन

ऐमाइड सामान्य सूत्र RCONH₂ द्वारा का प्रस्तुत किए जाते हैं। ऐमाइडों के लिए सामान्यता उपयोग किए जाने वाले गुणात्मक परीक्षण अमोनिया निकास परीक्षण और हाइड्रॉक्सैमिक अम्ल परीक्षण हैं।

10.4.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

ऐमाइड की पहचान के लिए दो मुख्य अभिलक्षकीय समूह परीक्षण हैं।

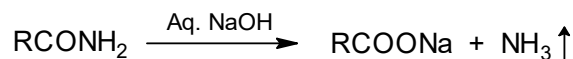
i) अमोनिया निकास परीक्षण और

ii) हाइड्रॉक्सैमिक अम्ल परीक्षण।

i) अमोनिया निकास परीक्षण

ऐमाइड जलीय सोडियम हाइड्रॉक्साइड के साथ कार्बोक्सिलिक अम्ल लवण और अमोनिया में जलअपघटित होते हैं। अमोनिया का निकास ऐमाइड की उपस्थिति दर्शाता है।

यह परीक्षण विफल हो जाता है यदि नाइट्रोजन परमाणु पर जुड़ी हाइड्रोजन को ऐल्किल या ऐरिल समूह द्वारा प्रतिस्थापित कर दिया जाता है, तब ऐमीन बनते हैं।

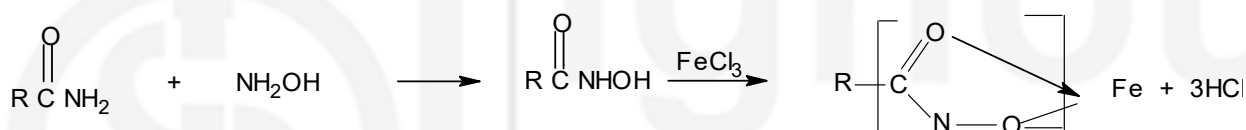


विधि

यौगिक के लगभग 0.2 g को cm^3 2 M जलीय सोडियम हाइड्रॉक्साइड के साथ गरम करें। अमोनिया का निकास ऐमाइड समूह की उपस्थिति दर्शाता है। अमोनिया के निकास का पता इसकी गंध और/या नम लाल लिटमस पेपर पर इसकी क्रिया (लाल/नीला) से लगाएँ।

ii) हाइड्रॉक्सैमिक अम्ल परीक्षण

ऐमाइड, हाइड्रॉक्सिलऐमीन और फेरिक क्लोराइड के साथ अभिक्रिया करने पर एक रंगीन विलयन देते हैं।



विधि

एक परखनली में नमूना यौगिक के 2-3 बूंद या 0.02 ग्राम लें और 0.2 ग्राम ठोस हाइड्रॉक्सिलऐमीन हाइड्रोक्लोराइड और 5 सेमी^3 10% NaOH मिलाएँ। उबलते पानी में मिश्रण को गरम करें। ठंडा करें और हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के साथ मिश्रण को अम्लीकृत करें और 5% जलीय फेरिक क्लोराइड की 2-3 बूंदें मिलाएँ। हाइड्रॉक्सैमिक अम्ल के फेरिक संकुल के गठन के कारण बैंगनी या गहरा लाल रंग, ऐमाइड की उपस्थिति को इंगित करता है।

10.4.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

जल-अपघटन होने पर प्राथमिक ऐमाइड (RCONH_2) कार्बोक्सिलिक अम्ल देता है। कार्बोक्सिलिक अम्ल की ऐमाइड का पता लगाने करने के लिए पहचान की जाती है।



i) ऐमाइड का जलअपघटन-अम्ल का पृथक्करण

एक शंक्वाकार फ्लास्क में अज्ञात यौगिक (0.5 g) और 2 M जलीय सोडियम हाइड्रॉक्साइड (10 cm^3) डालें और इस अभिक्रिया मिश्रण को जल ऊष्मक पर लगभग 30 मिनट तक गरम करें। फिर अभिक्रिया मिश्रण को ठंडा किया जाता है और उसमें

तनु सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाकर अम्लीकृत किया जाता है। अवक्षेपित अम्ल को छाना जाता है, जल से धोया जाता है और फिर जल या एथेनॉल से पुनः क्रिस्टलित किया जाता है। यदि अम्लीकरण करने पर कोई अवक्षेप नहीं बनता है, तो इसे अम्ल व्युत्पन्न बनाने के लिए उपयोग में लाएँ।

ii) पिक्नेट व्युत्पन्न

कुछ ऐमाइड पिक्नेट बनाते हैं, पिक्नेट व्युत्पन्न बनाएँ जैसा 10.3.2 (iii) में दिया गया है।

बोध प्रश्न 6

रिक्त स्थानों की पूर्ति करें :

- a) बेंज़ऐमाइड का जल-अपघटन और फिर अम्लीकरण करने पर यह और देता है।
- b) अमोनिया के साथ अभिक्रिया करने पर एथेनोइक अम्ल देता है।

आइए इनकी अलग अलग चर्चा करें। इससे पहले कि हम इन परीक्षणों की प्रक्रिया पर चर्चा करें, हमें इन परीक्षणों के लिए आवश्यक उपकरणों और रसायनों को एकत्र करने दें।

10.4.3 आवश्यकताएँ

क्र.सं.	उपकरण	मात्रा	क्र.सं.	रसायन
1.	बीकर	1	1.	एथेनॉल
2.	क्वथन नली	1	2.	H ₂ SO ₄
3.	बर्नर	1	3.	HCl
4.	शंक्वाकार फ्लास्क	1	4.	NaOH
5.	ड्रॉपर	1	5.	मेथेनॉल
6.	गलनांक उपकरण	1	6.	फीनॉलपथेलिन
7.	पश्चवाही संघनित्र	1	7.	ऐमाइडों के नमूने
8.	गोल पेन्डे वाला फ्लास्क	3		
9.	परख नली	1		
10.	थर्मामीटर	1		
11.	जल ऊष्मक	1		

10.4.4 क्रियाविधि

1. अपने परामर्शदाता से ऐमीनों के नमूने प्राप्त करें। BCHCL-134 पाठ्यक्रम के दी गई विधि का उपयोग कर नमूने का भौतिक परीक्षण और तत्वों का विश्लेषण करें।
2. भाग 8.3.1 में विलेयता परीक्षण की दी गई विधि द्वारा विलेयता परीक्षण करें। यदि आपका यौगिक जल में विलेय है तो pH-पेपर का द्वारा pH की जाँच करें।
3. अभिलक्षणीय समूह की पहचान के वर्ग निर्धारण के लिए भाग 10.3.1 की विधि का उपयोग करें।
4. आप भाग 10.3.2 में दी गई विधियों के उपयोग के द्वारा कम से कम एक व्युत्पन्न बनाएं।
5. बनाए गए व्युत्पन्न को सुखाएं और उसका गलनांक तथा नमूने का गलनांक (यदि वह ठोस है) ज्ञात करें। नमूने और व्युत्पन्न के गलनाकों दिए गई यौगिकों के सैद्धांति गलनांक मानों से तुलना करके वास्तविक यौगिक की पुष्टि करें। गलनाकों की तुलना के लिए परिशिष्ट A का उपयोग करें।

10.4.5 प्रेक्षण और परिणाम

1. भौतिक परीक्षण
 - a) भौतिक अवस्था :
 - b) रंग :
 - c) गंध :
 - d) ज्वलन परीक्षण :

टिप्पणी: यह सुझाता है कि अज्ञात यौगिक 'A' ऐरोमैटिक/ऐलिफैटिक यौगिक है।

2. तत्वों का विश्लेषण:
3. विलेयता परीक्षण

H ₂ O	5% NaOH	5% NaHCO ₃	5% HCl	सांद्र H ₂ SO ₄	अपेक्षित वर्ग

4. pH पत्र के साथ परीक्षण :
5. प्रेक्षित गलनांक/क्वथनांक :
6. वर्ग निर्धारण :
 - i) अमोनिया निकास परीक्षण और
 - ii) हाइड्रॉक्सैमिक अम्ल परीक्षण।

7. व्युत्पन्न विरचन :

(i) चयनित व्युत्पन्न :

प्रेक्षित गलनांक :

(ii) चयनित व्युत्पन्न :

प्रेक्षित गलनांक :

8. संबंधित सैद्धांति मान से जाँच

संभावित यौगिक	मानक गलनांक	व्युत्पन्न / मानक गलनांक	नमूने का प्रेक्षित गलनांक	नमूने के व्युत्पन्न प्रेक्षित गलनांक

9. अज्ञात यौगिकहै।

10. इस यौगिक की संरचना है.....

10.5 अज्ञात नमूने की पहचानन

ज्ञात अभिलक्षकीय समूह यौगिक के साथ अच्छा अभ्यास होने के बाद, इस पाठ्यक्रम में चर्चा किए गए अभिलक्षकीय समूह की श्रेणी से अज्ञात कार्बनिक यौगिकों के नमूने अपने परामर्शदाता से प्राप्त करें। गुणात्मक परीक्षण के लिए नीचे दिए गए चरणों का पालन कीजिए :

1. भौतिक जाँच

i) भौतिक अवस्था

ii) रंग

iii) गंध

iv) ज्वलन परीक्षण

2. भौतिक नियतांक :

गलनांक/क्वथनांक

3. तत्व ज्ञात करना :

(N, S, हैलोजन)

4. विलेयता परीक्षण

5. अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

6. व्युत्पन्न बनाना

दिए गए यौगिक के उपयुक्त व्युत्पन्न बनाएँ और उनके गलनांकों ज्ञात करें।

7. संबंधित सैद्धांति मान से जाँच

अब तक प्राप्त की गई जानकारी (1-6) का पुस्तकों में दी गई जानकारी के साथ मिलान करें।

8. यौगिक का सही नाम और संरचना लिखें।

यौगिक की पहचान के लिए विभिन्न प्रयोगात्मक चरणों को व्यवस्थित तरीके से रिकार्ड किया जा सकता है। ऐसा 2-नैफ्थॉल का उदाहरण लेकर समझा जा सकता है

10.6 गुणात्मक विश्लेषण के लिए प्रयोगशाला नोटबुक

यहां हम कुछ महत्वपूर्ण बिंदुओं पर चर्चा करेंगे, जिन्हें कार्बनिक यौगिकों के गुणात्मक विश्लेषण के लिए एक प्रयोगशाला नोट बुक तैयार करते समय ध्यान में रखना चाहिए। प्रत्येक प्रयोग एक नए पृष्ठ पर शुरू होना चाहिए, जिसमें शीर्ष पर एक शीर्षक और प्रयोग संख्या होनी चाहिए। गुणात्मक प्रयोग के लिए एक नमूना नोट बुक प्रारूप यहां दिया गया है। यहां 2-नैफ्थॉल (2-naphthol) की पहचान एक उदाहरण के रूप में की जा रही है।

प्रयोग नंबर 'A' अज्ञात कार्बनिक यौगिक की पहचान

1. भौतिक जाँच

- भौतिक अवस्था.....टोस
- रंग.....सफ़ेद
- गंध.....कपड़ों के कीड़े मारने की गोलियों (मोथ बाल) जैसी
- ज्वलन परीक्षण.....प्रकाशमान, धुँएँदार ज्वाला, कुछ अवशेष नहीं

2. भौतिक नियतांक

प्रेक्षित गलनांक : 122-124°C

3. तत्वों का विश्लेषण

N, S, Cl, Br, I : कोई नहीं

4. i) विलेयता परीक्षण

H ₂ O	जलीय NaOH	जलीय NaHCO ₃	HCl	सांद्र H ₂ SO ₄	अपेक्षित वर्ग
-	विलेय	-	-	विलेय	ऐरोमैटिक फीनॉल

- लिटमस से अभिक्रियास्पष्ट नहीं
फीनॉलफ्थेलिन.....क्षारकीय

5. अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

- एल्कोहॉली FeCl₃ के साथ ... हरा।

टिप्पणी उपरोक्त परीक्षणों ने फेनोलिक यौगिक की उपस्थिति का संकेत दर्शाता है।

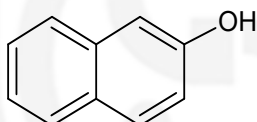
6. व्युत्पन्न बनाना

- i) चयनित व्युत्पन्न..... 3,5-बेन्जाऐट
 प्रेक्षित गलनांक 208-210 °C
 पुस्तकों में गलनांक 210°C
- ii) चयनित व्युत्पन्न नेफ्थिलयूरिथेन
 प्रेक्षित गलनांक..... 156-158°C
 पुस्तकों में गलनांक..... 157°C

7. संबंधित सैद्धांति मान से जाँच

संभावित यौगिक	मानक गलनांक	व्युत्पन्न / मानक गलनांक	नमूने का प्रेक्षित गलनांक	नमूने के व्युत्पन्न प्रेक्षित गलनांक
2-नेफ्थॉल	123°C	210 °C	122-124°C 156-158°C	बेन्जाऐट / 208-210 °C नेफ्थिलयूरिथेन 157°C

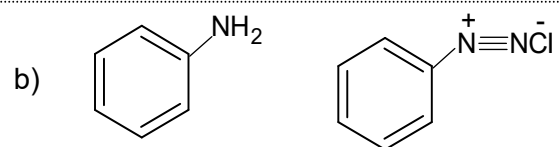
7. यह अज्ञात यौगिक 2-नेफ्थॉल है। इस यौगिक की संरचना है:



10.7 उत्तर

बोध प्रश्न

- a) प्राथमिक ऐमीन, b) तृतीयक ऐमीन, c) माध्यमिक ऐमीन
- a) बेजीनसल्फोनैमाइड, b) प्राथमिक, माध्यमिक, तृतीयक
c) आइसोसायनाइड d) प्राथमिक
- a) $RNHCOC_6H_5 + HCl$
b) $RRNCOCH_3$
c) R_3NCH_3I
- a) i b) ii
- a) $CH_3CH_2CH_2NH_2$



c) RNH_2

6. a) बेंजोइक अम्ल; अमोनिया

b) एथेनेमाइड

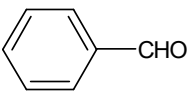
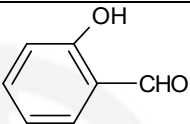


ignou
THE PEOPLE'S
UNIVERSITY

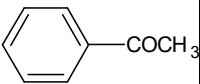
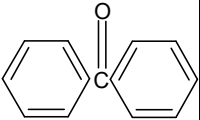
परिशिष्ट A

कार्बनिक यौगिकों और उनके व्युत्पन्नों के गलनाकों/क्वथनाकों के लिए सारणी

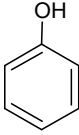
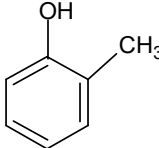
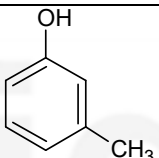
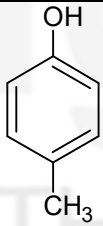
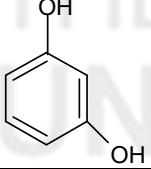
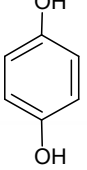
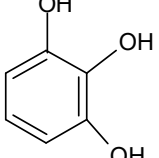
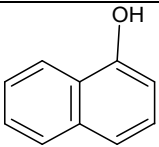
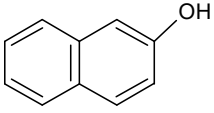
ऐलिडहाइड और उनके व्युत्पन्न

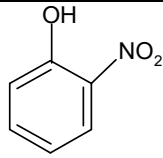
क्र. सं.	यौगिक	सूत्र	गलनांक / क्वथनांक * (°C)	व्युत्पन्नों के गलनांक/क्वथनांक (°C)		
				2,4-डाइनाइट्रोफेनिल हाइड्रेज़ोन	सेमीकार्बेज़ोन	ऑक्सिम
1.	फॉर्मेलिडहाइड	HCHO	-21	166	169 अपघटन के साथ	
2.	ऐसीटऐलिडहाइड	CH ₃ CHO	20	168	169	47
3.	प्रोपिऑनऐलिडहाइड	CH ₃ CH ₂ CHO	49	150	89	40
4.	बेंज़ैलिडहाइड		179*	236	222	35
5.	सैलिसिलऐलिडहाइड		196*	252 अपघटित हो गया	231	63

कीटोन और उनके व्युत्पन्न

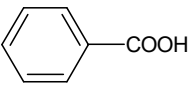
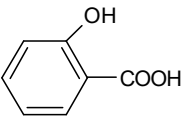
क्र. सं.	यौगिक	सूत्र	गलनांक / क्वथनांक * (°C)	व्युत्पन्नों के गलनांक/क्वथनांक (°C)		
				2,4-डाइनाइट्रोफेनिल हाइड्रेज़ोन	सेमीकार्बेज़ोन	ऑक्सिम
1.	ऐसीटोन	CH ₃ COCH ₃	56	128	190	59
2.	एथिलमेथिल कीटोन	CH ₃ COC ₂ H ₅	80	115	145	
3.	ऐसीटोफीनोन		202	240	199	60
4.	बेन्ज़ोफीनोन		48*	239	165	143

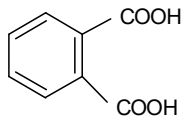
फीनॉल और उनके व्युत्पन्न

क्र.सं.	यौगिक	सूत्र	गलनांक / क्वथनांक * (°C)	व्युत्पन्नो के गलनांक / क्वथनांक(° C)	
				2,4- डाइनाइट्रो फेनिल हाइड्रेजोन	
1.	फीनॉल		182	146	133
2.	<i>o</i> -क्रीसॉल		191	138	142
3.	<i>m</i> -क्रीसॉल		202	165	128
4.	<i>p</i> -क्रीसॉल		201	189	146
5.	रिसार्सिनॉल		118*	201	206 द्विप्रतिस्थापित
6.	हाइड्रोक्विनोन या क्विनॉल		171*	317	247
7.	पाइरोगैलोल		132*	205	
8.	1-नैफ्थॉल		95*	217	152
9.	2-नैफ्थॉल		123*	210	157

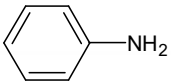
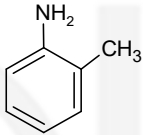
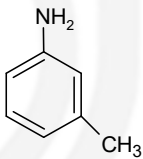
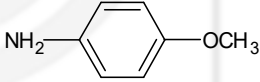
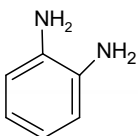
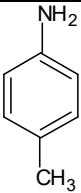
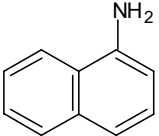
10.	o-नाइट्रोफीनॉल		45*	155	113
-----	----------------	---	-----	-----	-----

कार्बोक्सिलिक अम्ल और उनके व्युत्पन्न

यौगिक	सूत्र	गलनांक / क्वथनांक * (°C)	व्युत्पन्नो के गलनांक / क्वथनांक (°C)		
			ऐमाइड	ऐनिलाइड	p-टॉलूडाइड
फोर्मिक अम्ल	HCOOH	101	---	50	53
ऐसीटिक अम्ल	CH ₃ COOH	118	82	114	147
प्रोपेनोइक अम्ल	CH ₃ CH ₂ COOH	140	85	105	141
अनडेकानॉइक अम्ल	CH ₃ (CH ₂) ₉ COOH	26*	123	99	125
ऑक्सैलिक अम्ल (डाइहाइड्रेट)	$\begin{array}{c} \text{COOH} \\ \\ \text{COOH} \end{array} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	101*	419d	254	268
सिट्रिक अम्ल (जलयोजित)	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{COOH} \\ \\ \text{C}(\text{OH})\text{COOH} \\ \\ \text{CH}_2\text{COOH} \end{array}$	100*	210	192	189
टार्टरिक अम्ल	$\begin{array}{c} \\ \text{CH}(\text{OH})\text{COOH} \\ \\ \text{CH}(\text{OH})\text{COOH} \end{array}$	169*	196d	246d	--
सक्सिनिक अम्ल	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{COOH} \\ \\ \text{CH}_2\text{COOH} \end{array}$	189*	260	230	255
बेंज़ोइक अम्ल		121*	130	160	158
सैलिसिलिक अम्ल		158*	139	135	

थैलिक अम्ल		210*	200	253	201
------------	---	------	-----	-----	-----

प्राथमिक तथा द्वितीयक ऐमीन और उनके व्युत्पन्न

यौगिक	सूत्र	गलनांक / क्वथनांक क * (°C)	व्युत्पन्नो के गलनांक / क्वथनांक (°C)			
			बेन्ज़ोएट	पीक्रेट	टोलूईन-4- सल्फोनेट	ऐसीटेट -ऐमाइड
प्राथमिक ऐमीन						
1-ऐमीनोप्रोपेन	CH ₃ CH ₂ CH ₂ NH ₂	49	84	135	52
ऐनिलीन		181	163	...	103	114
<i>o</i> -टोलूडीन		200	144	213	110	112
<i>m</i> -टोलूडीन		203	125	200	114	66
<i>o</i> -ऐनिसिडीन		225	60	200	127	88
<i>o</i> -फेनेटिडीन		229	104	...	164	79
<i>p</i> -टोलूडीन		45*	158	181	118	154
1-अमीनोनैफथेलीन		50*	161	163	157	160

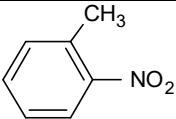
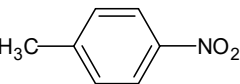
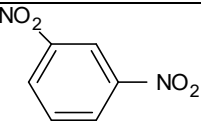
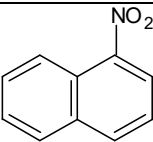
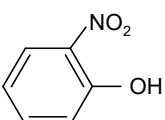
तृतीयक ऐमीन	2-अमीनोनेफथेलीन		113*	162	195	133	134
	द्वितीयक ऐमीन						
	डाइ	(C ₂ H ₅) ₂ NH	56	42	155	60	...
	N-मेथिल		193	63	145	95
	डाइफेनिल		54*	180	182	142

और उनके व्युत्पन्न

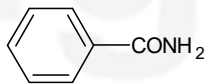
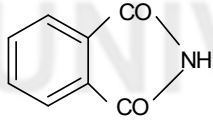
यौगिक	सूत्र	गलनांक / क्वथनांक * (°C)	व्युत्पन्नो के गलनांक / क्वथनांक (°C)	
			पिक्रेट	मेथआयोडाइड
ट्राइमेथिल	(CH ₃) ₃ N	33	216	230
ट्राइमेथिल	(C ₂ H ₅) ₃ N	89	173	...
N,N-डाइमेथिल बेंजिलऐमीन		184	93	179
N,N-डाइमेथिल-ऐनिलीन		193	164	228
N,N-डाइमेथिल-o-टोलूडीन		185	122	210

नाइट्रो यौगिक

यौगिक	सूत्र	क्वथनांक / क्वथनांक * (°C)
1-नाइट्रोप्रोपेन	CH ₃ CH ₂ CH ₂ NO ₂	131
नाइट्रोबेंजीन		211

o-नाइट्रोजवसनमदम		222
p-नाइट्रोटोलूईन		54*
m-डाइनाइट्रोबेंजीन		90*
नाइट्रोनैपथेलीन		61*
o-नाइट्रोफीनॉल		45*

ऐमाइड

यौगिक	सूत्र	क्वथनांक / क्वथनांक *(°C)
ऐसीटऐमाइड	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NO}_2$	82
पामिटऐमाइड	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CONH}_2$	106
बेंजऐमाइड		129
N-मेथिलयूरिया	$\text{CH}_3\text{NHCONH}_2$	102
यूरिया	NH_2CONH_2	132
थैलेमाइड		238

अपचायक और अनअपचायक शर्कराओं के बीच अंतर

प्रयोग की रूपरेखा

11.1 प्रस्तावना	11.4 कार्यविधि
उद्देश्य	11.5 प्रेक्षण
11.2 सिद्धांत	11.6 परिणाम
11.3 आवश्यकताएं	

11.1 प्रस्तावना

BCHCT-135 पाठ्यक्रम में आपने कार्बोहाइड्रेट के रसायन के बारे में पढ़ रखा होगा। जैसा कि आप जानते होंगे कार्बोहाइड्रेट कार्बन, हाइड्रोजन और ऑक्सीजन के यौगिक हैं। इसका सामान्य सूत्र $C_n(H_2O)_n$ या $C_n(H_2O)_{n-1}$ है। ये सूत्र दर्शाते हैं कि ये कार्बन के हाइड्रेट हैं। इसी कारण से पहले रसायनज्ञों ने इसका सामान्य नाम कार्बोहाइड्रेट दिया था। जैसा कि आप पहले ही कार्बोहाइड्रेटों के बारे में पढ़ चुके हैं, आम तौर पर कार्बोहाइड्रेट शर्करा कहलाते हैं, इन्हें सैकेराइड से भी जाना जाता है। इस प्रयोग में अपचायक और अनअपचायक शर्कराओं के बीच अंतर स्थापित करने के लिए कुछ परीक्षण करेंगे।

उद्देश्य

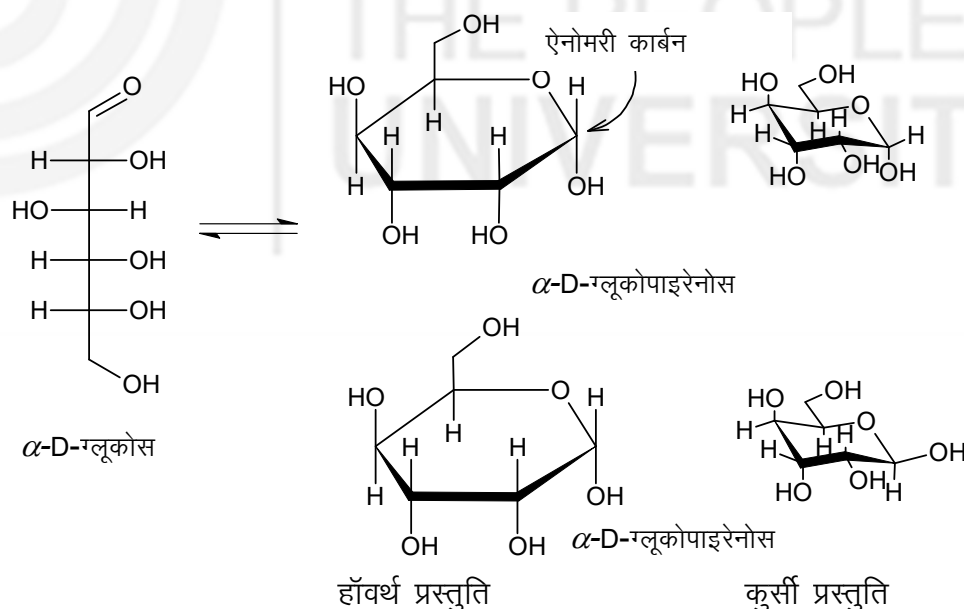
इस प्रयोग के अध्ययन और निष्पादन के बाद

- ❖ मोनोसैकेराइड, ओलिगोसैकेराइड और पॉलिसैकेराइड को परिभाषा दे सकेंगे;
- ❖ अपचायक और अनअपचायक के बीच अंतर करने वाले विभिन्न प्रकार के गुणात्मक परीक्षण के रसायन की व्याख्या कर सकेंगे; और
- ❖ अपचायक और अनअपचायक शर्कराओं के अंतर के लिए विभिन्न परीक्षण जैसे कि फेलिंग, बेनेडिक्ट और बाफोर्ड परीक्षण कर सकेंगे।

11.2 सिद्धांत

प्रयोग के विवरण में जाने से पहले हम कुछ महत्वपूर्ण बिन्दुओं पर पुनः विचार करते हैं। वास्तव में कार्बोहाइड्रेट पॉलिहाइड्रॉक्सी ऐल्डीहाइड और पॉलिहाइड्रॉक्सी कीटोन होते हैं। अतः यह क्रमशः ऐल्डोस और कीटोस से भी उल्लेखित करते हैं। जैसा कि आपने कार्बोहाइड्रेटों के बारे में पहले के पाठ्यक्रम में अध्ययन किया था, कार्बोहाइड्रेटों को आणविक इकाइयों के आधार पर तीन प्रमुख वर्गों में वर्गीकृत किया जा सकता है। मोनोसैकेराइड वे कार्बोहाइड्रेट होते हैं जिन्हें जल अपघटन द्वारा छोटी इकाइयों में विभक्त नहीं किया जा सकता है। इनमें 3 से 7 तक कार्बन हो सकते हैं। इनके मुख्य उदाहरण ग्लूकोस और फ्रक्टोस हैं। ओलिगोसैकेराइडों के जल अपघटन से 2-6 मोनोसैकेराइड इकाइयां प्राप्त होती हैं और प्राप्त होने वाली मोनोसैकेराइड इकाइयों की संख्या के अनुसार उन्हें डाइसैकेराइड, ट्राइसैकेराइड आदि नामों से जाना जाता है। इनके मुख्य उदाहरण सूक्रोस, लैक्टोस और मोल्टोट हैं। पॉलिसैकेराइडों के जल अपघटन से छ से अधिक मोनोसैकेराइड इकाइयां प्राप्त होती है। इनके मुख्य उदाहरण स्टार्स और सेलुलोस हैं।

छः कार्बन वाले मोनोसैकेराइड जैसे कि ग्लूकोस में हाइड्रॉक्सिल समूह और कार्बोनिक समूह अंतः अणुक अभिक्रिया से चक्रीय हेमीऐसीटिल बनाते हैं। अभिक्रिया करने वाले कार्बोक्सिल समूह के कार्बन को **ऐनोमरी कार्बन (anomeric carbon)** कहते हैं। इस कार्बन पर दो अभिक्रिया त्रिविम समावयव सम्भव है अर्थात् अल्फा (α -) और बीटा (β -)। इन समावयवों को **ऐनोमर (anomer)** कहते हैं। अचक्रीय रूप के द्वारा ये अंतर-रूपांतरण हो सकते इस प्रक्रिया को **ध्रुवण घूर्णन (mutaration)** कहते हैं। (देखें चित्र 11.1) जलीय विलयन में सम्य अवस्था में 36% α -ऐनोमर 64% β -ऐनोमर और (0.02%) अचक्रीय रूप में होते हैं। ग्लूकोस के समान फ्रक्टोस चक्रीय हैमीकीटैल बनाते हैं।



चित्र 11.1: ग्लूकोस के ऐनोमर

कार्बोहाइड्रेटों का गुणात्मक अभिनिर्धारण निर्जलित अम्ल (H_2SO_4) और फीनॉल के साथ संघनन अभिक्रिया द्वारा कर सकते हैं। इसमें सम्मिलित मोलिश परीक्षण, सेलिवानॉय परीक्षण हैं। इन परीक्षणों का उपयोग कार्बोहाइड्रेट और अकार्बोहाइड्रेट के अंतर के लिए,

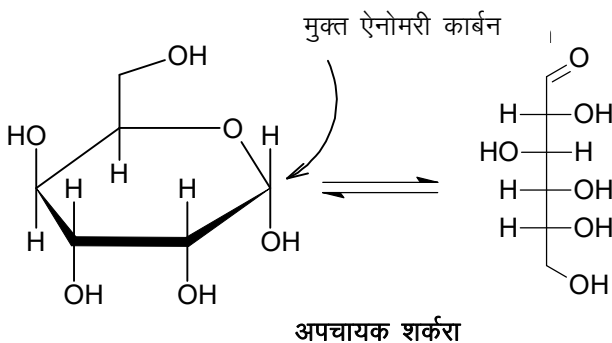
एल्डोस और कीटोस अंतर के लिए, पेन्टोस और हैक्सोस के अंतर के लिए करते हैं। दूसरे वर्ग के अभिकारक ऑक्सीकारक अभिकर्मक हैं, जैसे कि कॉपर(II) आयनों का विलयन। इस प्रयोग में हम कार्बोहाइड्रेटों की कॉपर(II) आयनों से बने अभिकर्मकों की ऑक्सीकरण अभिक्रियाओं पर ध्यान देंगे। इस वर्ग में तीन सामान्य अभिकर्मक हैं: फेलिंग, बेनेडिक्ट और बाफोर्ड अभिकर्मक। ये अभिकर्मक एक मृदु ऑक्सीकारक होते हैं। इन अभिकर्मकों में उपस्थित कॉपर(II) आयन कुछ कार्बोहाइड्रेटों का ऑक्सीकरण कर अम्लों में परिवर्तित कर देते हैं। क्षारीय कॉपर(II) आयन (Cu^{2+}) आसानी से मोनोसैकेराइडों और डाइसैकेराइडों का ऑक्सीकरण कर देता है। साथ ही कॉपर आयन(II) (Cu^{2+}) को कॉपर(I) आयन (Cu^+) में अपचयन कर देता है। इस अभिक्रिया के परिवर्तन को गहरे नीले रंग के लाल भूरे या ईट के समान लाल रंग में बदलाव से पहचान लेते हैं।

अपचायक और अनअपचायक शर्करा

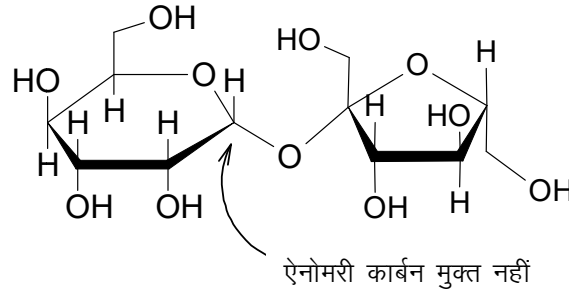
कोई भी शर्करा जो ऑक्सीकरण करने में सक्षम है और ऑक्सीकारक जैसे कि कॉपर(II) आयन (Cu^{2+}) को कॉपर(I) आयन (Cu^+) में अपचयन करती है, अपचायक शर्करा कहलाती है। जो शर्करा ऑक्सीकारक का उपचयन नहीं कर पाती है, अनअपचायक शर्करा कहलाती है। सभी मोनोसैकेराइड अपचायक शर्करा हैं। इनमें अभिक्रियाशील कार्बोनिल एल्डीहाइड या चक्रीय हेमीऐसीटैल के रूप में होता है। ऐनोमरी कार्बन की उपस्थिति से भी हम अपचायक और अनअपचायक शर्कराओं के बीच अन्तर कर सकते हैं। यदि किसी शर्करा में ऐनोमरी कार्बन की ऑक्सीजन किसी और समूह से नहीं जुड़ी है वह शर्करा आसानी से एल्डोस में परिवर्तित हो जाती है और एक अपचायक अभिकर्मक की भांति अभिक्रिया कर सकती है और इस प्रकार की शर्करा को अपचायक शर्करा कहा जाता है।

सभी मोनोसैकेराइड अपचायक शर्करा है क्योंकि उनमें सक्रीय कार्बोनिल समूह (एल्डीहाइड समूह) या हेमीऐसीटैल होता है। कुछ डाइसैकेराइड जिनमें मुक्त या चक्रीय हेमीऐटैल कार्बोनिल होता है वे भी अपचायक शर्करा होते हैं जैसे कि लेक्टोस। कुछ डाइसैकेराइड जैसे कि सूक्रोस अनअपचायक शर्करा है। यह कॉपर(II) के विलयन के साथ अभिक्रिया नहीं करता है।

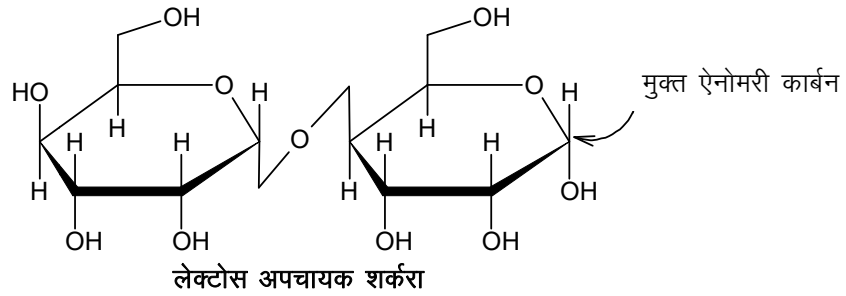
ग्लूकोस के बड़े बहुलक जैसे कि स्टार्च, अपचायक शर्करा नहीं होते है क्योंकि हेमीऐसीटैल समूह के सांद्रता बहुत कम होती है। अपचायक और अनअपचायक शर्कराओं के इस संक्षिप्त विवरण के पश्चात अभीकर्मकों और परीक्षणों की चर्चा करेंगे जिन्हें अपचायक और अनअपचायक शर्कराओं के बीच अंतर स्थापित करने के लिए प्रयोग में लाते हैं।



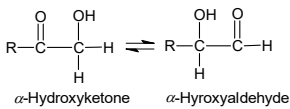
अपचायक शर्करा शर्करा के मामले में क्षार की उपस्थिति विशेष रूप से उच्च पीएच और तापमान ईनॉलीकरण का कारण बनती है। यह ऑक्सीकरण अभिक्रियाओं की अम्लीय पीएच की तुलना में संवेदनशीलता को अधिक कर देता है। इसलिए ये शर्करा कुछ हल्के ऑक्सीकारक जैसे तांबा(II) आयन और Ag आयन का अपचायन करने में सक्षम होते हैं। अपचायक शर्करा का अनअपचायक के बीच अंतर करने के लिए इस श्रेणी के अधिकांश प्रयुक्त अभिकर्मक फेलिंग परीक्षण और बेनेडिक्ट परीक्षण हैं। बारफोर्ड के परीक्षण में हल्के अम्लीय स्थिति का उपयोग किया जाता है (तांबा(II) ऐसीटेट और ऐसिटिक अम्ल) क्योंकि इसकी वजह से यह बेनेडेट्स अभिकर्मक की तुलना में कम अभिक्रियाशील है।



सूक्रोस
अनअपचायक शर्करा

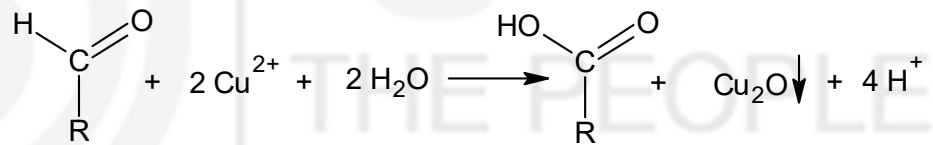


कीटोस शर्करा अपचायक शर्करा हो सकती है। अभिक्रिया अवस्था में कीटोस पुनर्विन्यास अभिक्रिया से ऐल्डोस में परिवर्तित हो जाते हैं जो कि ऑक्सीकारक अभिकर्मक जैसे कि बेनेडिक्ट या फेलिंग का अपचयन कर सकते हैं।



फेलिंग और बेनेडिक्ट परीक्षण

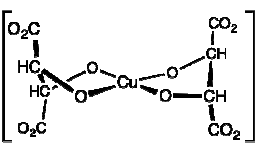
दोनों फेलिंग और बेनेडिक्ट परीक्षण अपचायक और अनअपचायक शर्कराओं में अंतर के लिए प्रयोग में लाते हैं। इन परीक्षणों में कॉपर(II) आयन, Cu^{2+} का अपचयन कॉपर(I) आयन, Cu^+ में होता है और अपचायक शर्करा ऑक्सीकरण से कार्बोक्सिलिक अम्ल में परिवर्तित हो जाती है।



कॉपर(I) ऑक्साइड का ईंट के समान लाल रंग की उपस्थिति अपचायक शर्करा की पुष्टि करती है। अनअपचायक शर्करा इन अभिकर्मकों से अभिक्रिया नहीं करती हैं।

कॉपर(II) आयन की विलेयता को बढ़ाने के लिए और कॉपर(II) आयन को कॉपर हाइड्रॉक्साइड के अपक्षेप को रोकने के लिए दोनों अभिकर्मकों में संकुलन कर्मक प्रयोग करते हैं। फेलिंग विलयन के लिए टॉर्ट्रेट और बेनेडिक्ट विलयन के लिए सिट्रेट प्रयुक्त करते हैं।

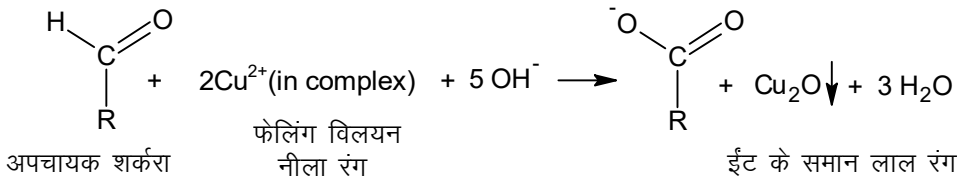
फेलिंग विलयन को प्रयोगशाला में ताजा बनाते हैं। यह दो अलग विलयन से बनता है। फेलिंग A और फेलिंग B, फेलिंग A कॉपर सल्फेट पेटाहाइड्रेट ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) का नीले रंग का जलीय विलयन है और फेलिंग B पोटैशियम सोडियम टॉर्ट्रेट (रोशेल लवण) और प्रबल क्षारक (NaOH/KOH) का जलीय विलयन होता है।



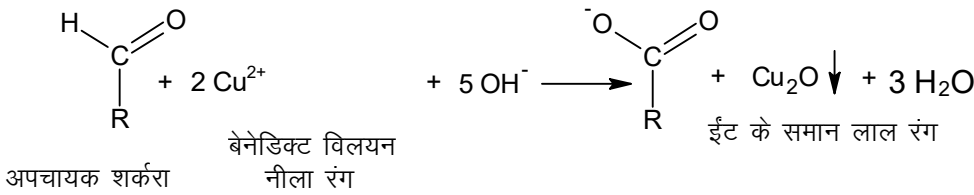
बिस्टार्ट्रेटोक्वूप्रेट संकुल

फेलिंग A & B के मिश्रण में टॉर्ट्रेट आयन Cu^{2+} आयनों से किलेट करते हैं और बिस्टार्ट्रेटोक्वूप्रेट संकुल बनाते हैं, जैसे कि मार्जिन में चित्र द्वारा दर्शाया गया है। टॉर्ट्रेट आयन कॉपर के साथ संकुलन से $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ और NaOH के अभिक्रिया से बनने वाले $\text{Cu}(\text{OH})_2$ के अपक्षेप को बनने को रोकता है।

ऐल्डोस शर्करा और कॉपर(II) आयनों के बीच अभिक्रिया को निम्न प्रकार से लिख सकते हैं :

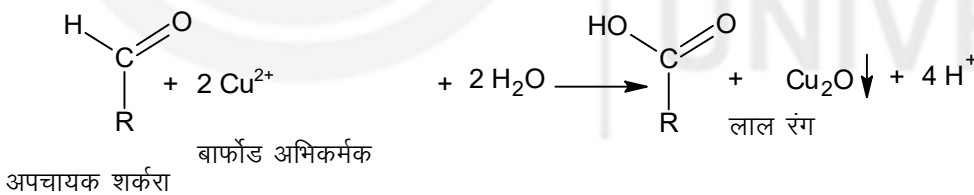


बेनेडिक्ट विलयन एक चमकदार नीले रंग का विलयन है जिसे कॉपर सल्फेट (CuSO₄ 5H₂O), सोडियम सिट्रेट और सोडियम कार्बोनेट के आसुत जल में घोलकर बनाते हैं। सिट्रेट कॉपर(II) आयनों को अधिक स्थायित्व प्रदान करता है ऐल्डोस शर्करा और बेनेडिक्ट विलयन की बीच होने वाल अभिक्रिया को निम्न प्रकार से लिख सकते हैं।



बार्फोर्ड अभिकर्मक

बार्फोर्ड अभिकर्मक ऐथेनोइक अम्ल (ऐसीटिक अम्ल) का और कॉपर ऐसीटेट का मिश्रण है। इस अभिकर्मक का उपयोग भी अपचायक शर्करा और अनअपचायक शर्करा के बीच अंतर स्थापित करने के लिए करते हैं, लेकिन इसके अधिक सुग्राही होने के कारण इसे मोनोसैकेराइड और डाइसैकेराइड के बीच अंतर स्थापित करने के लिए भी कर सकते हैं। डाइसैकेराइड की तुलना से मोनोसैकेराइड के साथ बार्फोर्ड अभिकर्मक अधिक तीव्रता से अभिक्रिया करता है। लाल रंग के बनने की दर से मोनोसैकेराइड और डाइसैकेराइड के बीच अंतर किया जा सकता है। कुल अभिक्रिया के निम्न प्रकार से व्यक्त कर सकते हैं।



11.3 आवश्यकताएँ

उपकरण	रासायनिक पदार्थ
परखनलियां	6 फेलिंग विलयन A और B
जल बाथ या बीकर 500 cm ³	1 बेनेडिक्ट विलयन
परखनली स्टैंड	1 बार्फोर्ड विलयन
परखनली होल्डर	2 शर्करा : ग्लूकोस, फ्रक्टोस लैक्टोस, माल्टोस, सूक्रोस, स्टार्च

दिए गये विलयन**फेलिंग विलयन**

फेलिंग विलयन A : इसे 7 g कॉपर(II) सल्फेट पेटाहाइड्रेट $\text{CuSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ को 100 cm^3 जल में घोलकर प्राप्त किया जा सकता है।

फेलिंग विलयन B : इसे 35 g सोडियम पोटेशियम टार्ट्रेट और 10 g NaOH को 100 cm^3 जल में घोलकर प्राप्त किया जा सकता है।

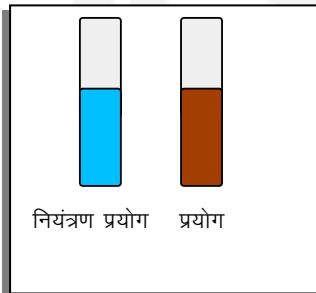
बेनेडिक्ट विलयन

इसे 10 g निर्जल सोडियम कार्बोनेट 17 g सोडियम सिट्रेट और 1.7 g कॉपर(II) सल्फेट पेटाहाइड्रेट ($\text{Cu}_2\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) को 100 cm^3 जल में घोलकर प्राप्त कर सकते हैं।

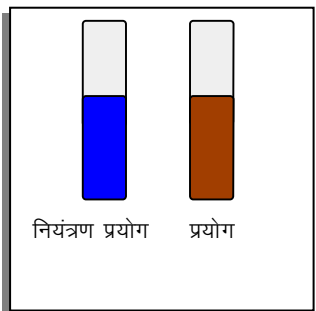
बार्फोर्ड विलयन

इसे 13.3 g कॉपर ऐसीटेट में 200 cm^3 आसुत जल में घोलकर तथा 1.8 cm ग्लैशरल ऐसिटिक अम्ल मिलकर बना सकते हैं।

5% शर्करा विलयन (ग्लूकोस, फ्रक्टोस, लैक्टोस, माल्टोस, सूक्रोस और स्टार्च) 5 g प्रत्येक शर्करा लेकर 100 cm^3 जल में घोलकर बना सकते हैं।

11.4 कार्यविधि**फेलिंग परीक्षण के लिए कार्यविधि**

1. एक शुष्क परखनली में 1 cm^3 परीक्षण विलयन लेते हैं।
2. एक अन्य परखनली में 1 cm^3 आसुत जल लेते हैं। इसे एक नियंत्रण प्रयोग के तौर पर तुलना के लिए करते हैं।
3. 2 cm^3 प्रत्येक फेलिंग विलयन A & B एक परखनली में लेते हैं और इस मिश्रण का 2 cm शर्करा के नमूने में और 2 cm^3 आसुत जल में मिलाते हैं।
4. दोनों परीक्षण विलयन और आसुत जल की परखनलियों को परखनली होल्डर की मदद से उबलते जल वाले जल बाथ में 3 से 5 मिनट के लिए रखते हैं।
5. परखनलियों में लाल भूरे या ईंट के समान लाल रंग बनने पर ध्यान देते हैं।
6. रंग परिवर्तन के परीक्षण को प्रेक्षण सारणी I में लिखें।
7. इस प्रक्रिया को और दूसरे शर्कराओं के विलयन और अज्ञात शर्करा के विलयन के लिए दोहराएं।

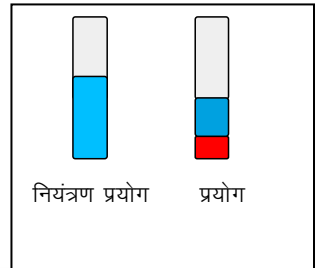
**बेनेडिक्ट परीक्षण के लिए कार्यविधि**

1. एक शुष्क परखनली में 1 cm^3 परीक्षण विलयन लेते हैं।
2. एक अन्य परखनली में 1 cm^3 आसुत जल लेते हैं। इसे एक नियंत्रण प्रयोग के तौर पर तुलना के लिए करते हैं।

- दोनों परखनलियों में 2 cm³ बेनेडिक्ट विलयन मिलाते हैं।
- परीक्षण विलयन और आसुत जल की दोनों परखनलियों को परखनली होल्डर की मदद से उबलते जल वाले जल बाथ में 3 से 5 मिनट के लिए रखते हैं।
- परखनलियों में लाल भूरे या ईंट के समान लाल रंग बनने पर ध्यान देते हैं।
- रंग परिवर्तन के परीक्षण को प्रेक्षण सारणी II में लिखें।
- इस प्रक्रिया को और दूसरे शर्कराओं के विलयन और अज्ञात शर्करा के विलयन के लिए दोहराएं।

बार्फेड परीक्षण के लिए कार्यविधि

- एक शुष्क परखनली में 1cm³ परीक्षण विलयन लेते हैं।
- एक अन्य परखनली में 1cm³ आसुत जल लेते हैं। इसे एक नियंत्रण प्रयोग के तौर पर तुलना के लिए करते हैं।
- दोनों परखनलियों में 2 cm³ बार्फेड विलयन मिलाते हैं।
- परीक्षण विलयन और आसुत जल की दोनों परखनलियों को परखनली होल्डर की मदद से उबलते जल वाले जल बाथ में रखते हैं।
- यह जांचने के लिए कि क्या लाल रंग का अपक्षेप को बनता है या नहीं, जल बाथ से नियमित रूप से टेस्ट ट्यूब को हटा कर देखें। जल बाथ में बार-बार टेस्ट ट्यूब वापस डालें। लाल रंग विकसित बनने में लगने वाले समय पर ध्यान दें।
- रंग परिवर्तन के लगने वाले समय को प्रेक्षण सारणी III में लिखें।
- इस प्रक्रिया को और दूसरे शर्कराओं के विलयन और अज्ञात शर्करा के विलयन के लिए दोहराएं।



शर्करा के विलयन की तुलना में, बार्फेड अभिकर्मक को अधिक मात्रा में मिलाया जाना चाहिए। यह अच्छी प्रतिक्रिया सुनिश्चित करता है और एक सकारात्मक परिणाम अधिक देखने योग्य होगा।

समय का ध्यान रखना बहुत आवश्यक है। सुनिश्चित करें कि परीक्षण करते समय आपके पास एक डिजिटल स्टॉप घड़ी हो। समय इस परीक्षण में सब कुछ है और यदि समय का ध्यान नहीं रखा गया तो आप अपना प्रयोग खो सकते हैं। प्रक्रिया में वर्णित सटीक समय के अनुसार विलयन उबलने दें।

11.5 प्रेक्षण

प्रेक्षण सारणी-I

पदार्थ	परीक्षण मिश्रण का रंग	निष्कर्ष: अपचयन/अपचायक शर्करा
1 नियंत्रण	नीला	--
2 ग्लूकोस		
3 फ्रक्टोस		
4 माल्टोस		
5 सूक्रोस		
6 लेक्टोस		
7 स्टार्च विलयन		
8 अज्ञात		

प्रेक्षण सारणी-II

पदार्थ		परीक्षण मिश्रण का रंग	निष्कर्ष: अपचयन/अपचायक शर्करा
1	नियंत्रण		
2	ग्लूकोस		
3	फ्रक्टोस		
4	माल्टोस		
5	सूक्रोस		
6	लेक्टोस		
7	स्टार्च विलयन		
8	अज्ञात		

प्रेक्षण सारणी-III

पदार्थ	परीक्षण मिश्रण का रंग	निष्कर्ष : अपचयन /अपचायक शर्करा	निष्कर्ष : मोनोसैकेराइड/डाइसैकेराइड
1	नियंत्रित	नियंत्रण	
2	ग्लूकोस		
3	फ्रक्टोस		
4	माल्टोस		
5	सूक्रोस		
6	लेक्टोस		
7	अज्ञात		

11.6 परिणाम

अज्ञात कार्बोहाइड्रेट की पहचान:

परीक्षण अभिकर्मक

	प्रेक्षण	निष्कर्ष
1. फेलिंग विलयन:	_____	_____
2. बेनेडिक्ट विलयन	_____	_____
3. बाफोर्ड विलयन	_____	_____

फॉर्मिलीकरण विधि से ग्लाइसिन के विलय की सांद्रता का आकलन

प्रयोग की रूपरेखा

12.1 प्रस्तावना	12.4 आवश्यकताएँ
उद्देश्य	12.5 क्रियाविधि
12.2 कार्बनिक यौगिकों के विश्लेषण पर एक दृष्टि	12.6 प्रेक्षण
12.3 सिद्धांत	12.7 परिकलन
	12.8 परिणाम

12.1 प्रस्तावना

BCHCL-132 और BCHCL-134 पाठ्यक्रमों में आपका परिचय विश्लेषणात्मक और मात्रात्मक विश्लेषण की विभिन्न तकनीकों कराया गया था। उनमें हमने मात्रात्मक विश्लेषण में प्रयुक्त विभिन्न विधियों का उल्लेख किया था। उदाहरण के लिए भारात्मक विधियों में पदार्थ के भार की माप की जाती है, अनुमापनी विधियों में आयतन की माप की जाती है, और भौतरासायनिक (यंत्रिय) विधियाँ, किसी भौतिक अथवा रासायनिक गुणधर्म की माप पर आधारित होती है। इस प्रयोग में हम अनुमापनी विधि का उपयोग, कार्बनिक मात्रात्मक विश्लेषण के लिए करेंगे। इस प्रयोग के भाग 12.2 सर्वप्रथम कार्बनिक विश्लेषण पर दृष्टिपात किया जाएगा। इससे आपको अन्दाज होगा कि कार्बनिक मात्रात्मक विश्लेषण, कार्बनिक विश्लेषण में किस प्रकार उपयोगी हैं। इसके बाद आपका परिचय वास्तविक प्रयोग से किया जाएगा जिसमें ग्लाइसिन के आकलन के लिए आप फॉर्मिलीकरण विधियों का उपयोग करेंगे।

उद्देश्य

इस प्रयोग को करने के बाद, आप

- ❖ कार्बनिक विश्लेषण में कार्बनिक मात्रात्मक विश्लेषण के महत्व पर प्रकाश डाल सकेंगे;
- ❖ दिए गए किसी नमूने में ग्लाइसिस की मात्रा का निर्धारण कर सकेंगे; और
- ❖ फॉर्मिलीकरण अभिक्रिया का उल्लेख कर सकेंगे और मानक क्षार का उपयोग कर अम्ल-क्षारक अनुमापन कर सकेंगे।

12.2 कार्बनिक यौगिकों के विश्लेषण पर एक दृष्टि

कार्बनिक यौगिकों के अध्ययन में प्रयुक्त विधियों की रूपरेखा इस प्रकार है :

1. पृथक्करण और शोधन

किसी कार्बनिक यौगिकों के गुणधर्म और संरचना ज्ञात करने से पहले यह आवश्यक है कि यौगिक शुद्ध हो। पृथक्करण और शोधन की सामान्य विधियां इस प्रकार हैं।

1. निष्कर्षण
2. क्रिस्टलीकरण
3. ऊर्ध्वपातन
4. आसवन
5. वर्णलेखन

शुद्धता ज्ञात करने के अनेक परीक्षण हैं। ठोस पदार्थों के लिए सर्वाधिक प्रयुक्त परीक्षण गलनांक और द्रवों के लिए क्वथनांक है। आजकल शुद्धता के परीक्षण के लिए अवरक्त स्पेक्ट्रम (IR) का उपयोग किया जाता है। सभी मामलों में शोधन प्रक्रम को तब तक दोहराया जाता है जब तक भौतिक अथवा स्पेक्ट्रम अपरिवर्तित न हो जाएं। कार्बनिक यौगिकों के पृथक्करण, शोधन और शुद्धता के परीक्षण की विधियों का उल्लेख रसायन प्रयोगशाला II (BCHCL-134) के अन्तर्गत किया गया है।

शुद्ध कार्बनिक यौगिक प्राप्त करने के बाद अगला कार्य यौगिक की संरचना का अभिनिर्धारण और अभिलक्षण करना है। इसे कार्बनिक गुणात्मक विश्लेषण और कार्बनिक मात्रात्मक विश्लेषण द्वारा किया जा सकता है।

2. कार्बनिक गुणात्मक विश्लेषण

गुणात्मक विश्लेषण द्वारा नाइट्रोजन, सल्फर अथवा हैलोजन तत्वों की और $-OH$, $>CO$, $-COOH$, $-NH_2$ आदि अभिलक्षक समूहों की उपस्थिति का पता लगता है यह प्रक्रम निम्नलिखित चरणों में होता है।

- i) भौतिक परीक्षण
- ii) तत्व विश्लेषण
- iii) विलेयता परीक्षण
- iv) भौतिक स्थिरांक का निर्धारण
- v) अभिलक्षक समूह विश्लेषण
- vi) व्युत्पन्न बनाना

इन चरणों पर विस्तृत चर्चा इस पाठ्यक्रम के अंतर्गत गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण के प्रयोगों में की गई है।

3. कार्बनिक मात्रात्मक विश्लेषण

कार्बनिक यौगिक में विद्यमान घटक तत्वों और अभिलक्षण समूहों की जानकारी हो जाने के बाद अगला महत्वपूर्ण चरण उसका मात्रात्मक विश्लेषण है। इससे मूलानुपाती सूत्र

परिकलित किया जाता है जो विद्यमान तत्वों के परमाणु अनुपात को व्यक्त करता है। आपेक्षिक अणु द्रव्यमान के निर्धारण से निश्चित अणु सूत्र ज्ञात होता है जिससे यौगिक में विद्यमान प्रत्येक तत्व के परमाणुओं की वास्तविक संख्या को जानकारी मिल जाती है। इसके अतिरिक्त मात्रात्मक अभिलक्षक समूहों के विश्लेषण से पदार्थ में विद्यमान अभिलक्षक समूहों की संख्या की जानकारी भी मिलती है।

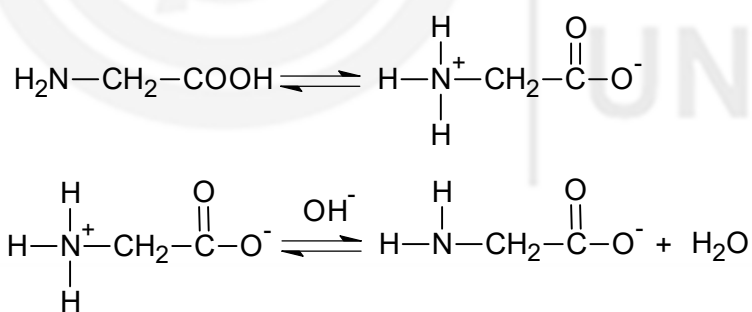
इसकी दो विधियाँ हैं। पहली विश्लेषण विधि, परंपरागत विधि, जिसकी चर्चा ऊपर की गई है। यह रासायनिक अभिक्रियाओं पर निर्भर करती है। आधुनिक विधि में स्पेक्ट्रमिति का उपयोग किया जाता है जिसका वर्णन आगे के पाठ्यक्रमों में किया जाएगा।

मात्रात्मक अभिलक्षक समूह विश्लेषण

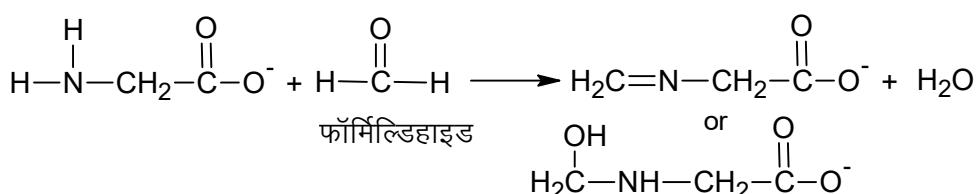
अभिलक्षक समूहों का मात्रात्मक आकलन, उदासीनीकरण, ऐसीटिलीकरण, अपचयन, ऑक्सीकरण, संकलन, जल-अपघटन आदि अभिक्रियाओं के रससमीकरणमितीय समीकरणों पर आधारित है। अभिलक्षक समूह विश्लेषण से ने केवल यौगिक में उपस्थित अभिलक्षक समूहों के आकलन में सहायता मिलती है बल्कि उससे कार्बनिक घटकों की मात्रा अथवा सान्द्रता निर्धारित करने की विधियाँ भी ज्ञात होती हैं। इस पाठ्यक्रम में आपका परिचय ऐसे ही एक प्रयोग से किया जाएगा। ये प्रयोग है—प्रतिनिधि के तौर पर हम फॉर्मिलीकरण विधि से ग्लाइसिन के विलयन की सांद्रता का आकलन करेंगे।

12.3 सिद्धांत

ग्लाइसिन, ऐलानिन आदि ऐमीनों अम्लों की संरचना में एक ऐमीनो समूह और एक कार्बोक्सिलिक समूह होता है। विपरीत स्वभाव के ये समूह होता है। विपरीत स्वभाव के ये समूह अन्तःअणुकतः एक दूसरे को उदासीन कर आंतरिक लवण बनाते हैं जिन्हें उभयाविष्ट आयन (zwitter ion) अथवा द्वि-ध्रुव आयन कहते हैं। ये आयन स्थिर वैद्युत् आकर्षण द्वारा परस्पर बद्ध रहते हैं। वे उदासीन होते हैं किन्तु क्षारों की उपस्थिति में वियोजन से अम्ल बनाते हैं।



इस प्रकार प्राप्त मुक्त ऐमीनो समूह के फॉर्मिलिडहाइड के साथ संघनन से मोनो और डाइमैथिल व्युत्पन्न प्राप्त होते हैं। इस संघनन उत्पादों के बनने से ऐमीनों समूहों का क्षारकीय गुण कम हो जाता है और कार्बोक्सिलिक समूह का मानक क्षार के साथ आसानी से अनुमापन किया जा सकता है।



12.4 आवश्यकताएँ

उपकरण	रासायनिक द्रव्य
ब्यूरेट (50 cm ³)	1 ग्लाइसिन
पिपेट (25 cm ³)	1 सोडियम हाइड्रॉक्साइड
शंक्वाकार फ्लास्क (250 cm ³)	1 फॉर्मलिन विलयन
तोल बोतल	1 फीनॉल्फथैलीन सूचक
फनेल (छोटा)	1
धावन बोतल	1
(आसुत जल के लिए)	
परख नली	1
ब्यूरेट स्टैंड	1

उपलब्ध विलयन

- सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन, 0.1 M: एक 250 cm³ आयतनमापी फ्लास्क में 1 g सोडियम हाइड्रॉक्साइड घोलें और आसुत जल मिलकर निशान तक बना लें।
- उदासीन 40% फॉर्मलिन विलयन: एक 250 cm³ शंक्वाकार फ्लास्क में 40% फॉर्मलिन के 50 cm³ लें और उसमें फीनॉल्फथैलीन सूचक की 8-10 बूंदें मिलाएं। एक ब्यूरेट से सावधानी के साथ तनु सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन (0.1 M) मिलाएं ताकि विलयन का रंग ठीक हल्का गुलाबी हो जाए।
- फीनॉल्फथैलीन सूचक: 10g फीनॉल्फथैलीन को 100 cm³ में घोलें और 100 cm³ जल मिलाकर तनु कर लें।

12.5 क्रियाविधि

- ग्लाइसिन का मानक विलयन बनाना : 2g ग्लाइसिन ठीक-ठीक तोलकर 250 cm³ आयतनमापी फ्लास्क में स्थानांतरित करें और आसुत जल मिलाकर निशान तक बना लें।
- मानक विलयन के साथ अनुमापन: एक 250 cm³ शंक्वाकार फ्लास्क में 25 cm³ मानक ग्लाइसिन लेकर फीनॉल्फथैलीन सूचक की 3-4 बूंदें मिलाएं। इसमें एक ब्यूरेट से तनु सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन (0.1 M) को बूंदें-बूंदें मिलाएं जब तक कि गुलाबी रंग प्राप्त न हो जाए। अब उसमें उदासीन फॉर्मलिन विलयन के 10 cm³ मिलाएं। गुलाबी रंग लुप्त हो जाएगा सोडियम हाइड्रॉक्साइड मिलाते जाएं ताकि गुलाबी रंग पुनः प्राप्त हो जाए। प्रयुक्त सोडियम हाइड्रॉक्साइड का आयतन नेट कर लें। दो सुसंगत पठनांक प्राप्त होने तक प्रयोग को दोहराएं। प्रेक्षणों को सारणी में रिकार्ड कर लें।

- iii) अज्ञात ग्लाइसिन विलयन के साथ अनुमापन: उपर्युक्त अनुमापन को 20 cm³ अज्ञात ग्लाइसिन विलयन के साथ करें और प्रयुक्त सोडियम हाइड्रॉक्साइड के आयतन को नोट कर लें प्रेक्षणों की सारणी II में रिकार्ड कर लें।

12.6 प्रेक्षण

तोल बोतल का द्रव्यमान = $m_1 = \dots\dots\dots$ g

बोतल + ग्लाइसिन का द्रव्यमान = $m_1 = \dots\dots\dots$ g

बोतल का द्रव्यमान = $m_1 = \dots\dots\dots$ g

(यौगिक स्थानांतरण के बाद)

प्रेक्षण सारणी I

मानक ग्लाइसिन विलयन प्रति सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन

क्र.सं.	ग्लासिन विलयन का आयतन, cm ³ में	ब्यूरेट पाठ्यांक		सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन का आयतन, cm ³ में (अंतिम-आरंभिक)
		आरंभिक	अंतिम	
1	25			
2	25			
3	25			

प्रेक्षण सारणी II

अज्ञात ग्लाइसिन विलयन प्रति सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन

क्र.सं.	ग्लासिन विलयन का आयतन, cm ³ में	ब्यूरेट पाठ्यांक		सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन का आयतन, cm ³ में (अंतिम-आरंभिक)
		आरंभिक	अंतिम	
1	25			
2	25			
3	25			

12.7 परिकलन

25 cm³ मानक ग्लाइसिन विलयन के लिए प्रयुक्त

सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन का आयतन V_1 cm³

25 cm³ अज्ञात ग्लाइसिन विलयन के लिए प्रयुक्त

सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन का आयतन = V_1 cm³

दिए गए विलयन में ग्लाइसिन की मात्रा $\frac{m \times V_1}{V_2} = \dots \text{g}$

अज्ञात ग्लाइसिन विलयन की सांद्रता $\frac{4 \times m \times V_2}{V_1} = \dots \text{gdm}^{-3}$

$$= \frac{\text{मानक ग्लाइसिन विलयन की सांद्रता} \times V_2}{V_1}$$

12.8 परिणाम

दिए गए विलयन में ग्लाइसिन की मात्रा =g

अज्ञात ग्लाइसिन विलयन की सांद्रता =g dm³

प्रयोग 13

स्टार्च पर लार ऐमिलेस की क्रिया और स्टार्च पर लाला ऐमिलेस की क्रिया पर ताप का प्रभाव

इकाई की रूपरेखा

13.1 प्रस्तावना	13.4 विधि
उद्देश्य	13.5 प्रेक्षण
13.2 सिद्धांत	13.6 परिणाम
13.3 आवश्यकताएँ	

13.1 प्रस्तावना

पाठ्यक्रम BCHCT-135 के खंड 4 में हमने प्रोटीनों के रसायन की चर्चा की थी। हमने यह उल्लेख किया था कि एंजाइम प्रोटीन उत्प्रेरक होते हैं और वे जैव अभिक्रियाओं के लिए उत्प्रेरकों का कार्य करते हैं। अन्य उत्प्रेरकों की भांति, एंजाइम भी स्वयं समाप्त हुए बिना, अभिक्रियाओं की दर में वृद्धि कर देते हैं। ये ऐसा, अभिक्रिया की सक्रियण ऊर्जा को कम करने द्वारा करते हैं। चूंकि एंजाइम, प्रोटीन होते हैं, उनका ताप के परिवर्तन द्वारा विकृतीकरण हो सकता है। अधिकांश एंजाइमों की स्थैतिक pH और शरीर के ताप दर इष्टतम सक्रियता होती है।

मनुष्यों की लार में α -ऐमिलेस मुख्य एंजाइम होता है। स्वस्थ मनुष्यों के शरीर में प्रतिदिन 1.5 dm³ लार निकलती है।

इस प्रयोग में लार ऐमिलेस एंजाइम लेकर ताप के प्रभाव का अध्ययन करेंगे। यह एंजाइम स्टार्च के जल-अपघटन के लिए उत्तरदायी होता है।

उद्देश्य

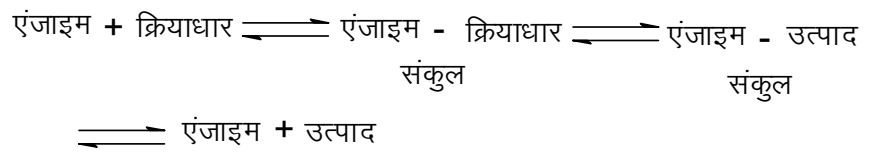
इस प्रयोग को करने के बाद, आप

- ❖ एंजाइम सक्रियता को प्रभावित करने वाले विभिन्न कारकों की व्याख्या कर सकेंगे;
- ❖ स्टार्च की ऐमिलेस एंजाइम द्वारा पाचन अभिक्रिया का वर्णन कर सकेंगे;
- ❖ स्टार्च और ऐमिलेस की जल-अपघटन अभिक्रिया को ताप किस प्रकार प्रभावित करता है का वर्णन कर सकेंगे है; और

- ❖ सूचक विधि द्वारा लार ऐमिलस की सक्रियता पर ताप के प्रभाव को दर्शा सकेंगे।

13.2 सिद्धांत

उत्प्रेरक के रूप में एंजाइम की कार्य करने की क्षमता, प्रोटीन की आकृति पर निर्भर करती है। स्मरण कीजिए कि सभी प्रोटीनों की विशिष्ट आकृति होती है और उनमें विभिन्न सक्रिय बंधन स्थल होते हैं। इन्हीं अभिलक्षणों के कारण ये बहुत विशिष्ट होते हैं— वे केवल एक क्रियाधार या संबंधित क्रियाधारों के एक वर्ग के साथ क्रिया करते हैं। एक विशिष्ट एंजाइम उत्प्रेरित अभिक्रिया को निम्नलिखित प्रकार निरूपित किया जा सकता है :



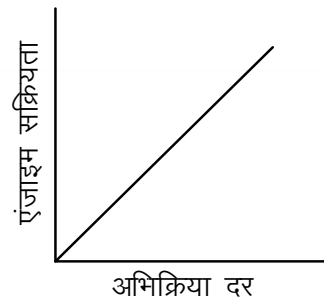
एंजाइम सक्रियशीलता को प्रभावित करने वाले कारक

एंजाइम सबसे तेजी से कार्य करने वाले उत्प्रेरकों में से एक हैं। किसी क्रियाधार को उत्पाद में परिवर्तित करने की एंजाइम की क्षमता, एंजाइम सक्रियता कहलाती हैं।

यह आवश्यक नहीं है कि एंजाइम सक्रियता स्थिर हो एंजाइम की सक्रियता को प्रभावित करने वाले कई कारण हो सकते हैं। यहाँ हम एंजाइम सक्रियता को प्रभावित कर सकने वाले कुछ सामान्य कारकों पर विचार करेंगे।

1. एंजाइम सांद्रता का प्रभाव

एंजाइम उत्प्रेरित अभिक्रियाओं में, प्रत्येक एंजाइम अणु में क्रियाधार अणु को उत्पाद में रूपांतरित करने के लिए एक या अधिक सक्रिय बंधन स्थल होते हैं। अतः एंजाइम जितना अधिक उपलब्ध होगा, क्रियाधार उतनी तीव्रता से उत्पाद में रूपांतरित होगा। यह मानते हुए कि अन्य सभी कारक स्थिर हों, तो सामान्यतः एंजाइम की सांद्रता में वृद्धि के साथ अभिक्रिया दर में आनुपातिक वृद्धि होती है (देखें चित्र 13.1)।

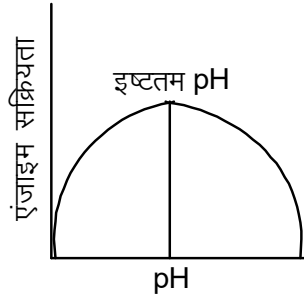


चित्र 13.1: एंजाइम सांद्रता और एंजाइम सक्रियशीलता के बीच गणितीय संबंध दिखाते हुए आलेख।

2. pH का प्रभाव

प्रत्येक एंजाइम का इष्टतम pH होता है। इस इष्टतम pH से अधिक या कम pH पर एंजाइम सक्रियता कम होती है। मानव शरीर में अधिकांशतः एंजाइम pH 7 से 8 के बीच इष्टतम रूप से कार्य करते हैं। परंतु कुछ एंजाइमों के लिए जैसे कि पाचन-तंत्र

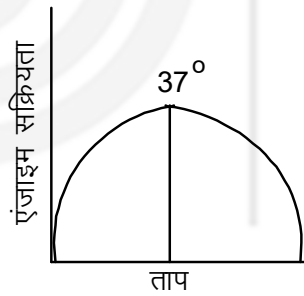
के एंजाइमों का इष्टतम pH अधिक अम्लीय (pH 2) या अधिक क्षारीय (pH 8) हो सकता है। इस प्रभाव का कारण वास्तव में एंजाइम की, विभिन्न pH मानों पर प्रोटीन संरचना में परिवर्तन होना है जैसा कि अम्ल-क्षार अनुमापनों में सूचक का विभिन्न pH मानों पर रंग में परिवर्तन होता है। दूसरे शब्दों में, इष्टतम pH परिस्थितियों की अपेक्षा भिन्न अम्लीय परिस्थितियों में एंजाइमों का विकृतीकरण हो जाता है। एंजाइम उत्प्रेरित अभिक्रिया की दर का pH के साथ परिवर्तन को दर्शाता चित्र 13.2 गया है।



चित्र 13.2: एंजाइम उत्प्रेरित अभिक्रिया की दर का pH के साथ परिवर्तन दर्शाता हुआ आलेख।

ताप का प्रभाव

सामान्यतः किसी रासायनिक अभिक्रिया चाहे वह उत्प्रेरित हो या उत्प्रेरित न हो, की दर में ताप में वृद्धि के साथ वृद्धि होती है। इसका कारण यह है कि निम्न ताप की अपेक्षा उच्च ताप पर अभिक्रिया मिश्रण में उपस्थित अणु तेज गति अग्रसर होते हैं और उनके बीच अधिक ऊर्जा के साथ एक-दूसरे के साथ टकराने (संघट्टन) की प्रवृत्ति बढ़ जाती है। हालांकि यदि ताप बहुत अधिक (70°C से ऊपर) हो जाए तो एंजाइम-उत्प्रेरित अभिक्रियाएँ धीमी हो जाती हैं या रुक भी जाती हैं क्योंकि एंजाइम उच्च ताप पर विकृत हो जाते हैं। चित्र 13.3 एंजाइम सक्रियता पर ताप के प्रभाव को दर्शाया गया है।



चित्र 13.3: अभिक्रिया की दर और ताप के बीच संबंध दर्शाता आलेख

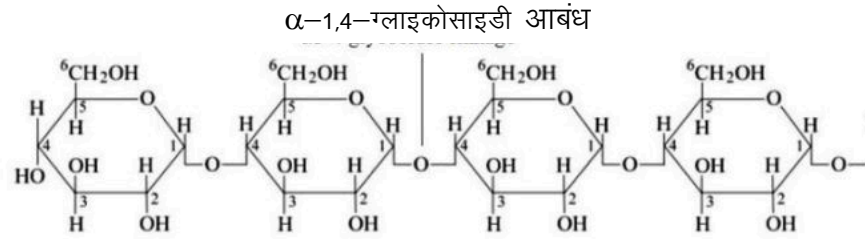
कुछ अन्य कारक भी हैं जो एंजाइम सक्रियता को प्रभावित करते हैं, जैसे कि क्रियाधार सांद्रता का प्रभाव, सहकारक/सहएंजाइम सांद्रता का प्रभाव और संदमक आदि। परंतु यहाँ हम इन कारकों के बारे में विस्तार से चर्चा नहीं करेंगे।

स्टार्च और लार ऐमिलेस के बीच अभिक्रिया

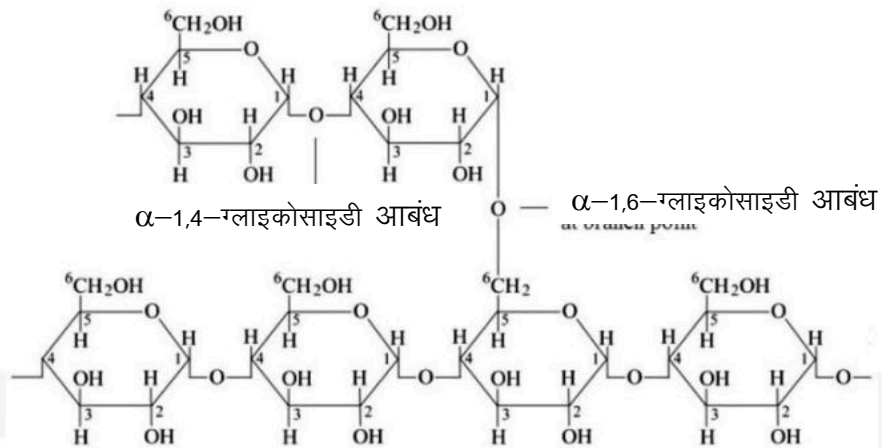
हमारे लार में एक एंजाइम लार ऐमिलेस होता है। यह हमारे भोजन के स्टार्च घटक के साथ अभिक्रिया करता है और उसे मुख्यतः माल्टोस में जल-अपघटित कर देता है। छोटी आंत में, एक बहुत सक्रिय अग्नायशयी (pancreatic) एंजाइम की उपस्थिति में, स्टार्च का ग्लूकोस में पूर्ण जलघटन हो जाता है।

प्रोटीनो की द्वितीयक, तृतीयक और चतुष्क संरचनाएँ सभी अपेक्षाकृत दुर्बल असहसंयोजी आबंधों जैसे हाइड्रोजन आबंधों, वान डर वाल्स बलों और आयनिक आबंधों पर निर्भर करती हैं जिनके द्वारा प्रोटीन के भिन्न क्षेत्र आपस में बंधित होते हैं। ताप के बढ़ने से प्रोटीन के विभिन्न क्षेत्रों में यादृच्छिक गति होती है जिससे इन दुर्बल आबंधों का अस्थायीकरण हो जाता है और इस कारण प्रोटीन की आकृति परिवर्तित (विकृतीकरण) हो जाता है। यदि ये दुर्बल आबंध अधिक संख्या में टूट जाएँ, तो सक्रिय स्थल की आकृति विकृत हो जाएगी और एंजाइम की क्रियाधार के साथ बंधन और अभिक्रिया को उत्प्रेरित करने की क्षमता समाप्त हो जाती है।

स्टार्च, दो यौगिको-एमिलोस और एमिलोपेक्टिन द्वारा बना पॉलिसैकेराइड है। ये दोनों बहुलक ग्लाइकोसाइडी आबंधों द्वारा जुड़े ग्लूकोस एकलकों द्वारा बने होते हैं। स्टार्च का पहले डाइसैकेराइड और अंततः ग्लूकोस में टूटना एंजाइम एमिलेस द्वारा उत्प्रेरित होता है।



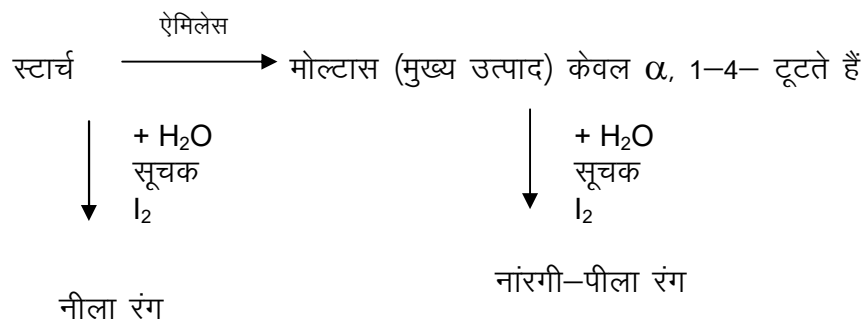
एमिलोस



एमिलोपेक्टिन

एंजाइम द्वारा उत्प्रेरित किसी अभिक्रिया की दर को जानने का एक सरल तरीका सूचक के उपयोग द्वारा है। यहाँ अध्ययन की जाने वाली इस अभिक्रिया के लिए, स्टार्च के सूचक के लिए आयोडीन विलयन का उपयोग किया जाता है और इससे स्टार्च के एमिलेस द्वारा पाचन का अध्ययन किया जा सकता है।

आयोडीन विलयन का विशिष्ट नांरगी-पीला रंग होता है और स्टार्च की उपस्थिति में यह नीला-काला हो जाता है। जलीय विलयन में आयोडीन अणु यादृच्छिक (random) क्रम में व्यवस्थित होते हैं। परंतु, जब आयोडीन विलयन में स्टार्च मिलाई जाती है, तब वह आयोडीन के साथ बंधित हो जाती है और आयोडीन को गैर-यादृच्छिक रूप में व्यवस्थित कर देती है। स्टार्च श्रृंखला द्वारा बनना इस गैर-यादृच्छिक व्यवस्था में आयोडीन नीला रंग देता है। जब स्टार्च ग्लूकोस में टूटता है, तब यह आयोडीन को गैर-यादृच्छिक व्यवस्था में नहीं कर सकता है। अतः विलयन फिर से पीला हो जाता है।



13.3 आवश्यकताएँ

1. विराम घड़ी (stop watch)	-1
2. परखनली (या 6 परखनलियाँ + 3 स्पॉट प्लेटें)	-20
3. ड्रॉपर	-3
4. थर्मामीटर	-3
5. बीकर	-1
6. स्थिर ताप जल ऊष्मक	-2

उपलब्ध किए गए विलयन

1. 1% स्टार्च विलयन
 - (i) एक 250 cm³ बीकर में 90 cm³ आसुत जल लीजिए और उसे हॉट प्लेट पर उबलने तक गर्म कीजिए।
 - (ii) आसुत जल के 10 cm³ में 1 g घुलनशील स्टार्च का चिकना पेस्ट बना लीजिए।
 - (iii) एक बार जब जल उबलने लगे तो, उबलते जल वाले बीकर को हॉट प्लेट से नीचे उतार लीजिए। अब स्टार्च के पेस्ट को उबलते जल में डाल दीजिए और तब तक काँच की छड़ से हिलाकर घोलिए जब तक कि स्टार्च पूरी तरह न घुल जाए। प्राप्त विलयन हल्का धुंधला हो सकता है।
 - (iv) प्रयोग से पहले स्टार्च विलयन को कक्ष के ताप तक ठंडा होने दें।
2. 1% NaCl विलयन : 100 cm³ आसुत जल में दृव 1 g NaCl ।
3. आयोडीन विलयन : 100 cm³ आसुत जल में 1 g आयोडीन, क्रिस्टल और 2 g पोटैशियम आयोडाइड घोल लीजिए।

13.4 कार्य—विधि

1. अगर आपकी प्रयोगशाला में दो बहु छेद जल-ऊष्मक हैं, तो उनमें से एक को 37°C पर और दूसरे को 100°C के लगभग सेट कीजिए। इन दोनों जल-ऊष्मकों को सभी विद्यार्थी बारी-बारी से उपयोग कर सकते हैं आपको कम ताप वाले एक और जल-ऊष्मक की आवश्यकता होगी। आप 250 cm³ बीकर या कॉपर जल-ऊष्मक को लेकर एक ऐसा जल-ऊष्मक अपने लिए बना सकते हैं। आप इसमें कुछ जल लीजिए और उसमें कुछ बर्फ मिला दीजिए और उसका ताप 0-5°C के बीच स्थिर कर लीजिए। यदि आपके पास बड़ा जल-ऊष्मक न हो तो

आप एक 250 cm³ बीकर या कॉपर जल-ऊष्मक को लेकर उसका तापमान बुंसेन बर्नर या हॉट प्लेट द्वारा संचालित कर सकते हैं।

2. एक बीकर में 1% स्टार्च विलयन के 15 cm³ और NaCl विलयन के 3 cm³ लीजिए और दूसरे बीकर में आयोडीन विलयन के लगभग 50 cm³ लीजिए।
3. आप अपने लिए, अपनी लार के 1-2 cm³ एक छोटे बीकर में लेकर ताजा ऐमिलेस विलयन बना सकते हैं (इसके लिए आपको एक बीकर में धीरे से अपनी थूक डालनी होगी)। आप 1 cm³ लार लीजिए और उसमें जल के 19 cm³ डालकर अच्छी तरह मिला लीजिए। यदि ऐमिलेस का व्यापारिक विलयन उपलब्ध हो तो आप अपनी लार के स्थान पर उसका उपयोग कर सकते हैं।
4. अब आप परखनलियों के तीन सेट (प्रत्येक सेट में 6-8 परखनलियाँ) तीन अलग-अलग परखनली स्टैंडों में लीजिए। प्रत्येक परखनली स्टैंड को A (5 °C के लिए), B (37 °C के लिए) और C (100 °C के लिए) और प्रत्येक सेट में, परखनलियों को 0,1,2,3..... आदि के रूप में चिह्नित कीजिए।
5. अब तीन परखनलियाँ लेकर, उनमें एक पर प्रयोग परखनली A, दूसरी पर प्रयोग परखनली B और तीसरी पर प्रयोग परखनली C चिह्नित कीजिए और प्रत्येक में 5 cm³ स्टार्च विलयन + NaCl विलयन वाले मिश्रण को, ले लीजिए।
6. फिर परखनली A को, बर्फ वाले जल ऊष्मक/बीकर जिसका ताप 5 °C है, में डाल दीजिए। दूसरी परखनली B को 37 °C वाले जल-ऊष्मक में रख दीजिए और तीसरी परखनली, C को 100 °C वाले उबलते जल के बाधा में रख दीजिए।
इन परखनलियों को इन जल-ऊष्मकों में 10 मिनट के लिए ऐसे ही रखे रहने दीजिए ताकि परखनलियों का ताप जल-ऊष्मक के ताप के समान हो जाए।
7. सभी जल-ऊष्मकों का ताप मापकर उसे रिकार्ड कर लीजिए। अब प्रत्येक परखनली जिसे A, B और C चिह्नित किया गया था, में लार विलयन का 1 cm³ डाल दीजिए।
8. इसके बार तुरंत, एक ड्रॉपर द्वारा परखनली A से कुछ बूंदें लीजिए और उन्हें A श्रेणी की परखनली 0 में डाल दीजिए जिसमें आयोडीन विलयन उपस्थित हैं।
9. इसी प्रकार, नए ड्रॉपर लेकर परखनलियों B और C के लिए दोहराएँ और B तथा C श्रेणियों की परखनलियों जिनमें आयोडीन विलयन लिया हुआ है, उनमें विलयन की कुछ बूंदें डाल लीजिए। आयोडीन में पहली बार अभिक्रिया मिश्रण को डालने को पहले पाठ्यांक के रूप में नोट कर लीजिए।
10. इसी प्रकार, ऊपर दिए चरण को प्रति 2 मिनट के अंतराल पर दोहराएँ और आयोडीन विलयन के रंग में परिवर्तन को नोट कर लीजिए। ऐसा तब तक करते रहिए जब तक कि आयोडीन का रंग न बदलता रहे।
11. भिन्न प्रायोगिक परखनलियों के लिए तब तक लिए गए समय को नोट कीजिए जब तक कि उनमें आयोडीन के साथ कोई रंग न प्राप्त हो जाए।

13.5 प्रेक्षण

समय / मिनट	प्रयोग परखनली A से आयोडीन के साथ अभिक्रिया	प्रयोग परखनली B से आयोडीन के साथ अभिक्रिया	प्रयोग परखनली C से आयोडीन के साथ अभिक्रिया
0			
2			
4			
6			
8			

13.6 परिणाम

स्टार्च के % विलयन के 5 cm³ के पूर्ण पाचन के लिए एंजाइम के 5°C पर मिनट 37°C पर मिनट और 70°C पर मिनट लगे।



ignou
THE PEOPLE'S
UNIVERSITY