अनुभाग–3 (प्रायोगिक)

अध्याय–14
प्रयोगशाला के उपकरण एवं अभिकर्मक
EQUIPMENTS AND REAGENTS USED IN LABORATORY

प्रयोगशाला में काम आने वाले आवश्यक उपकरणों एवं अभिकर्मकों की सामान्य जानकारी होना आवश्यक है।

14.1 प्रयोगशाला के आवश्यक उपकरण (Important Equipment of Laboratory) –

क्र.सं.	उपकरण	उपयोग
1.	लोहे की हथोड़ी	पदार्थों को पीटने के काम आती हैं।
2.	रासायनिक तुला	पदार्थों का भार ज्ञात करने के लिए
3.	भैतिक तुला	पदार्थों का भार ज्ञात करने के लिए
4.	चाकू	कठोर पदार्थों को काटने के लिए
5.	नपना जार	द्रव पदार्थों का आयतन मापने के लिए
6.	प्लास्टिक बाल्टी	विलयन बनाने हेतु
7.	इलेक्ट्रोड	चालकता ज्ञात करने में
8.	कॉपर तार	परिपथ बनाने के लिए
9.	बालू ऊष्मक	फ्लास्क या वाष्पन प्याली को गर्म करने में
10.	छैनी	ठोस पदार्थ (टीन पत्ती) में गड्ढे करने में
11.	बर्नर	पदार्थों को गरम करने में
12.	स्टैंड	ब्यूरेट, परखनली, फ्लास्क व जार रखने में
13.	वाष्पन प्याली	पदार्थों को वाष्पशील करने में
14.	कीप	विलयन डालने में एवं ऊर्ध्वपातन क्रिया में
15.	चिमटी	परखनली को पकड़ने में
16.	परखनली	पदार्थों के परीक्षण में
17.	ब्यूरेट	पदार्थों की नॉर्मलता, मोलरता एवं सांद्रता ज्ञात करने में
18.	ब्यूरेट स्टैंड	ब्यूरेट को स्थिर करने में
19.	बीकर	विलयन डालने में (50, 100, 250, 500 mL)
20.	कोनिकल फ्लास्क	विलयन डालने में (100, 250, 500 mL)
21.	थर्मामीटर	विलयन का तापमान ज्ञात करने में
22.	ब्यूरेट क्लेम्प	ब्यूरेट के विलयन को रोकने व निकालने में
23.	थिसेल कीप	विलयन फ्लास्क में डालने हेतु
24.	पिपेट	नॉर्मलता, मोलरता एवं सांद्रता ज्ञात करने के लिए विलयन की निर्धारित मात्रा डालने में (5, 10, 20, 25 mL)
25.	गैस जार	गैस भरने में

26.	रबर जेड (कॉर्क)	जार या फ्लास्क को बंद करने में
27.	निकास नली	गैस को जार में भरने व फ्लास्क में से निकालने में
28.	पृथक्कारी कीप	हल्के व भारी द्रव को अलग करने में
29.	संघनित्र	निकास नली को गर्म होने से बचाने के लिए, इसमे जल भरा रहता है
30.	आसवन फ्लास्क	पदार्थो के आसवन करने में
31.	फिल्टर पत्र	विलयन छानने में
32.	काँच की छड़	विलयन को मिलाने में
33.	पॉर्सिलेन प्याली	पदार्थों को गर्म करने में
34.	लोहे की जाली	बर्नर के ऊपर रखने के लिए
35.	ग्लास स्टॉपर	ब्यूरेट के पदार्थ को बहने से रोकने हेतु, आयतनी फ्लास्क पर ढक्कन लगाने हेतु
36.	आयतनी फ्लास्क	विलयन का आयतन ज्ञात करने में, निश्चित आयतन का विलयन बनाने में
37.	क्वथन नली	द्रव पदार्थो को उबालने में
38.	टौंग (Tong)	कैंचीनुमा उपकरण, गर्म उपकरणों व वस्तुओं को पकड़ने में
39.	काँच की नली	जिसमे आर–पार छिद्र होता है, प्रयोगो में काम लेते है
40.	फुकनी	शुष्क परीक्षण करने में
41.	अभिकर्मक बोतल	अभिकर्मक को भरने में
42.	धावन बोतल	अवक्षेप तथा अन्य उपकरणों को धोने में
43.	बुन्सन बर्नर	पदार्थो को गर्म करने में
44.	जल ऊष्मक	पदार्थो को कम ताप पर गर्म करने में
45.	पी.एच. (pH) मीटर	पी.एच. मान ज्ञात करने में
46.	चालकता मीटर	विद्युत चालकता ज्ञात करने में
47.	स्पेचुला	अभिकर्मक को तोलते समय उपयोग करने में
48.	निर्वात पंप	मृदा के संतृप्त पेस्ट को निकालने में
49.	बुकनर कीप	मृदा के संतृप्त पेस्ट को छानने में
50.	फिल्टरिंग फ्लास्क	बुकनर कीप एवं निर्वात पंप द्वारा मृदा के संतृप्त पेस्ट को छानने में

14.2 प्रयोगशाला में काम आने वाले आवश्यक अभिकर्मक (Important Reagents of Laboratory) –

क्र.सं.	सामान्य नाम	रासायनिक नाम	सूत्र
1.	अम्ल राज	1 भाग सान्द्र HNO_3 व 3 भाग HCl	$HNO_3 + 3\ HCl$
2.	ब्लीचिंग चूर्ण	कैल्सियम क्लोरो हाइपोक्लोराइट	$CaOCl_2$
3.	नीला थोथा	कॉपर सल्फेट	$CuSO_4.H_2O$
4.	कॉस्टिक पोटॉश	पोटैशियम हाइड्रॉक्साइड	KOH
5.	कॉस्टिक सोडा	सोडियम हाइड्रॉक्साइड	NaOH
6.	चॉक, चूना, पत्थर, मार्बल खड़िया	कैल्सियम कार्बोनेट	$CaCO_3$
7.	चिली सॉल्ट पीटर	सोडियम नाइट्रेट	$NaNO_3$
8.	एप्सम सॉल्ट	मैग्नीशियम सल्फेट	$MgSO_4.7\ H_2O$
9.	फायर डेम्प (मार्श गैस)	मेथेन	CH_4
10.	गैलेना	लैड सल्फाइड	PbS
11.	ग्लेबर सॉल्ट	सोडियम सल्फेट	$Na_2SO_4.10\ H_2O$
12.	हरा कसीस	फैरस सल्फेट	$FeSO_4.7\ H_2O$
13.	आयरन पाइराइट्स	आयरन डाइसल्फाइड	FeS_2
14.	चूने का पानी, चूने का दूध, बुझा चूना	कैल्सियम हाइड्रॉक्साइड	$Ca(OH)_2$

15.	लुनार कॉस्टिक	सिल्वर नाइट्रेट	$AgNO_3$
16.	मैग्नीशिया	मैग्नीशियम ऑक्साइड	MgO
17.	गंधक का तेजाब	सल्फ्यूरिक अम्ल	H_2SO_4
18.	प्लास्टर ऑफ पैरिस	हाइड्रेटेड कैल्सियम सल्फेट	$2CaSO_4.H_2O$
19.	क्वार्ट्ज (सिलिका)	सिलिकन ऑक्साइड	SiO_2
20.	पारा	मर्करी	Hg
21.	बिना बुझा चूना	कैल्सियम ऑक्साइड	CaO
22.	लाल सीसा	ट्राइप्लंबिक टेट्राऑक्साइड	Pb_3O_4
23.	साधारण नमक	सोडियम क्लोराइड	$NaCl$
24.	नौसादर	अमोनियम क्लोराइड	NH_4Cl
25.	सॉल्ट पीटर	पोटैशियम नाइट्रेट	KNO_3
26.	धोने का सोडा	सोडियम कार्बोनेट	$Na_2CO_3.10H_2O$
27.	खाने का सोडा	सोडियम बाइ कार्बोनेट	$NaHCO_3$
28.	नमक का तेजाब	हाइड्रोक्लोरिक अम्ल	HCl
29.	शोरे का तेजाब	नाइट्रिक अम्ल	HNO_3
30.	ब्राइन घोल	सोडियम क्लोराइड	$NaCl$
31.	कपूर	–	$C_{10}H_{16}O$
32.	फिटकरी	–	$K_2SO_4Al_2(SO_4)_3.24H_2O$
33.	डच् मेटल	4 भाग तांबा, 1 भाग जस्ता	$Cu + Zn$

14.3 विश्लेषण हेतु परीक्षण पत्र (Testing Papers for Analysis) –

1.	डाइक्रोमेट पेपर	2.	लेड एसीटेट पेपर	3.	स्टार्च पेपर
4.	स्टार्च आयोडाइड पेपर	5.	लिटमस पेपर	6.	हल्दी पेपर (Turmeric Paper)

14.4 प्रयोगशाला में काम आने वाले अम्ल एवं क्षारक अभिकर्मक एवं उनकी सान्द्रता (Acid and Base Raegents used in Laboratory and their Concentration) –

क्र.सं.	अभिकर्मक का नाम	सूत्र	सान्द्रता (लगभग)
1.	**सान्द्र अम्ल :**		
	(i) सल्फ्यूरिक अम्ल	H_2SO_4	36 N
	(ii) हाइड्रोक्लोरिक अम्ल	HCl	12 N
	(iii) नाइट्रिक अम्ल	HNO_3	16 N
	(iv) ग्लेशियल ऐसीटिक अम्ल	CH_3COOH	17 N
2.	**तनु अम्ल :**		
	(i) सल्फ्यूरिक अम्ल	H_2SO_4	5 N
	(ii) हाइड्रोक्लोरिक अम्ल	HCl	5 N
	(iii) नाइट्रिक अम्ल	HNO_3	5 N
	(iv) ऐसीटिक अम्ल	CH_3COOH	5 N
3.	**क्षारक :**		
	(i) अमोनियम हाइड्रॉक्साइड	NH_4OH	5 N
	(ii) सोडियम हाइड्रॉक्साइड	$NaOH$	5 N

14.5 अन्य अभिकर्मकों की जानकारी –

क्र.सं.	अभिकर्मक	सूत्र
1.	अमोनियम ऐसीटेट	CH_3COONH_4
2.	अमोनियम कार्बोनेट	$(NH_4)_2CO_3$
3.	अमोनियम ऑक्सेलेट	$(NH_4)_2C_2O_4.H_2O$
4.	अमोनियम सल्फेट	$(NH_4)_2SO_4$
5.	अमोनियम मोलिब्डेट	$(NH_4)_6MO_7O_{24}.4H_2O$
6.	बेरियम क्लोराइड	$BaCl_2.2H_2O$
7.	ब्रोमीन जल	Br_2 जलीय
8.	कैल्सियम क्लोराइड	$CaCl_2.2H_2O$
9.	क्लोरीन जल	Cl_2 जलीय
10.	कोबाल्ट नाइट्रेट	$Co\ (NO_3)_2.6H_2O$
11.	कॉपर सल्फेट	$CuSO_4.5H_2O$
12.	फेरिक क्लोराइड	$FeCl_3.6H_2O$
13.	लेड ऐसीटेट	$(CH_3COO)_2Pb.3H_2O$
14.	मर्क्यूरिक क्लोराइड	$HgCl_2$
15.	पोटैशियम क्रोमेट	K_2CrO_4
16.	पोटैशियम फेरोसायनाइड	$K_4Fe(CN)_6$
17.	पोटैशियम परमैंग्नेट	$KMnO_4$
18.	फीनॉलफ्थेलिन	---
19.	सिल्वर नाइट्रेट	$AgNO_3$
20.	डाइसोडियम हाइड्रोजन फॉस्फेट	$Na_2HPO_4.12H_2O$
21.	सोडियम ऐसीटेट	CH_3COONa
22.	सोडियम नाइट्रोप्रुसाइड	$Na_2[Fe(CN)_5NO].2H_2O$
23.	टाइटन येलो	---
24.	स्टार्च का विलयन	---
25.	एलुमिनोन	---
26.	मेग्नेसोन	---
27.	टॉलेन अभिकर्मक	---
28.	मेथिल रेड	---
29.	N-फेनिल एन्थ्रेनिलिक अम्ल	---
30.	पाटैशियम नाइट्राइट	KNO_2
31.	यूनिवर्सल सूचक	---

14.6 प्रयोगशाला में आवश्यक सावधानियाँ –

रसायन प्रयोगशाला में कार्य करते समय आपको विभिन्न रसायनों, काँच के सामान, उपकरणों आदि को उपयोग करते समय कुछ बातों का विशेष ध्यान रखना चाहिऐ, जिससे प्रयोगशाला में किसी भी प्रकार की अप्रिय घटना से बचा जा सकता है।

प्रयोगशाला में रखी जाने वाली आवश्यक सावधानियाँ –

1. सर्वप्रथम आपको ज्ञात होना चाहिए कि आज प्रयोगशाला में क्या कार्य करना है। उससे सम्बन्धित निर्देशों को ध्यान से पढ़े एवं दोहरा लें।
2. प्रयोगशाला में अनुशासनहीनता एवं आपस में बातचीत नहीं करें।
3. अभ्यास करते समय प्रायोगिक पुस्तिका साथ रखें।
4. प्रयोगशाला सहायक या मार्गदर्शक द्वारा दिये गये निर्देशों का अनुसरण करें।
5. किसी प्रकार की समस्या के समाधान के लिए शिक्षक से परामर्श करें।
6. कार्यस्थल की स्वच्छता का विशेष ध्यान रखें।

7. प्रयोगशाला में रखे अनावश्यक सामान/रसायन को न छुए, न चखें, न सूंघे, आवश्यक हो तो शिक्षक या प्रयोगशाला सहायक से जानकारी लेवें।
8. प्रयोग संबंधी आवश्यक उपकरण या काँच के सामान या रसायन को लेते समय अच्छी प्रकार से जाँच कर लें।
9. किसी भी रसायन को गर्म करते समय परखनली/ फ्लास्क/ बीकर का मुँह दीवार की तरफ तिरछा रखना चाहिए।
10. निकास नली या कार्क को अपने निर्दिष्ट उपकरण पर सही तरह से लगाना चाहिए।
11. अभिकर्मक का उपयोग करते समय बोतल पर लिखे नाम को अवश्य देखें। उपयोग के पश्चात बोतल पुनः अपने स्थान पर ही रखें।
12. काँच के टूटे सामान को फर्श पर न डालकर कचरा पात्र में डालें।
13. किसी भी रसायन का विलयन अधिक मात्रा में नहीं बनाना चाहिए। इससे रसायन की बर्बादी को रोका जा सकता है।
14. प्रयोगशाला में अधिक टाइट या ढीले–ढाले कपड़े नहीं पहनने चाहिए। हमेशा एप्रन का उपयोग करना चाहिए।
15. प्रयोगशाला में आपस में बातचीत नहीं करना चाहिए बल्कि एकाग्रचित हो कर काम करना चाहिए।
16. नमक का तेजाब (HCl) या गंधक का तेजाब (H_2SO_4) यदि शरीर के किसी भाग पर गिर जाये तो उस जगह को बार–बार ठण्डे पानी से धोना चाहिए।
17. पिपेट को सावधानीपूर्वक भरें और उसके विलयन को एक साथ नहीं खींचे। पिपेट को हवा से खाली नहीं करना चाहिए।
18. तेजाब का विलयन प्लास्टिक के बर्तन/पात्र में बनाना चाहिये।
19. विलयन को लकड़ी के विलोडक द्वारा मिलाना चाहिए।
20. प्रयोगशाला में एक–दूसरे छात्र से न्यूनतम दूरी बनाकर काम करना चाहिए।
21. अमोनिया बोतल को खोलते समय उसका मुँह दीवार की तरफ रखना चाहिए तथा बोतल को ज्यादा हिलाना नहीं चाहिए।
22. कभी भी अम्ल में पानी नहीं डालना चाहिए।
23. हाइड्रोजन फ्लोराइड अम्ल को काँच के बर्तन में नहीं डालना चाहिए अन्यथा यह अम्ल बोरो सिलिकेट काँच को घोल देती है।
24. प्रयोगशाला में उपयोग होने वाले विभिन्न उपकरणों को दिये गये निर्देशों के अनुसार ही उपयोग करना चाहिए।
25. वाष्पशील गैस या कार्बनिक रसायन विलयनों को ज्यादा गहरी–गहरी सांस से सूंघना नहीं चाहिए।

अध्याय–15
रासायनिक विलयन बनाना
PREPARATION OF CHEMICAL SOLUTION

गुणात्मक विश्लेषण में यौगिकों के तत्त्वों और मूलकों को उनके विशेष गुणों अथवा विशेष अभिक्रियाओं के प्रेक्षण द्वारा ज्ञात किया जाता है। इस प्रकार के विश्लेषणों में अम्लमिति और क्षारमिति अनुमापन एवं ऑक्सीकरण–अपचयन अनुमापन के दौरान विभिन्न रासायनिक विलयनों की आवश्यकता पड़ती हैं। कुछ रासायनिक विलयनों की सान्द्रता ज्ञात रहती है, साथ ही कुछ की सान्द्रता, ज्ञात सान्द्रता के विलयन से अनुमापन द्वारा ज्ञात करते है। इस अध्याय में हम विभिन्न रासायनिक विलयन बनाने के बारे में जानकारी प्राप्त करेंगे। साथ ही यह भी जानेंगे कि विलयन कितने प्रकार के होते हैं।

15.1 प्रामाणिक विलयन (Standard Solution) – वह विलयन जिसकी सान्द्रता ज्ञात होती है, प्रामाणिक या मानक विलयन कहलाता है। ऐसे विलयन से किसी आयतन में विलेय पदार्थ की मात्रा की गणना की जा सकती है। ऐसे विलयन को ज्ञात विलयन भी कहते हैं।

15.1.1 मानक विलयन बनाना – मानक विलयन के एक निश्चित आयतन को पिपेट की सहायता से शंकुरूपी (कोनिकल) फ्लास्क में भर कर, अज्ञात सान्द्रता के विलयन का ब्यूरेट की सहायता से अनुमापन करते हैं।

अम्ल और क्षारकों के लिए प्रारम्भिक मानक पदार्थ निम्नलिखित है:

(अ) अम्लीय विलयनों के प्रमाणीकरण के लिए प्रारम्भिक मानक पदार्थ (जल में विलेय) –

(1) निर्जल सोडियम कार्बोनेट (A.R)

(2) सोडियम टेट्राबोरेट : शुद्ध बोरेक्स (A.R)

(ब) क्षारकीय विलयनों के लिए प्रारम्भिक मानक पदार्थ –

(1) ऑक्सेलिक अम्ल (A.R)

(2) सक्सिनिक अम्ल (A.R)

साधारणतः प्रबल अम्ल (हाइड्रॉक्लोरिक, सल्फ्यूरिक अम्ल आदि) या प्रबल क्षारक (सोडियम एवं पोटैशियम हाइड्रॉक्साइड) पूर्ण शुद्धता में प्राप्त नहीं होते। अतः इनका प्रमाणिक विलयन सरलता से नहीं बनाया जा सकता। इसलिए पहले इनका लगभग सान्द्रता का विलयन बनाकर उसका प्रमाणीकरण कर लेतें है।

अम्लों या क्षारकों के विलयनों की सान्द्रता प्रकट करने के लिए कुछ इकाई शब्दों का प्रयोग किया जाता है।

15.1.2 नॉर्मल विलयन (Normal Solution) – यदि एक लीटर विलयन में पदार्थ का एक ग्राम तुल्यांकी भार विलेय हो तब यह पदार्थ का नार्मल विलयन या N कहलाता है। इस विलयन की नार्मलता 1N कहलाती है।

15.1.3 मोलर विलयन (Molar Solution) – जब किसी विलयन के एक लीटर में पदार्थ का एक ग्राम अणु भार विलेय होता है तब वह पदार्थ का मोलर विलयन या M कहलाता है। **इस विलयन की** मोलरता 1M कहलाती है।

15.2 ग्राम तुल्यांकी भार (Gram Equivalent Weight)–

15.2.1 अम्ल का ग्राम तुल्यांकी भार (Gram Equivalent Weight of Acid) – किसी अम्ल का g तुल्यांकी भार उस का वह भार है जिसमें उदासीनीकरण के लिये एक ग्राम मोल हाइड्रोजन आयन प्राप्त होते है। अतः यह वह संख्या है जो कि अम्ल के मोलर द्रव्यमान को प्रतिस्थापनीय हाइड्रोजन परमाणुओं की संख्या से विभाजित करने से प्राप्त होती है। अर्थात्

अम्ल का ग्राम तुल्यांकी भार =

$$\frac{\text{अम्ल का मोलर द्रव्यमान}}{\text{अम्ल से प्राप्त प्रतिस्थापनीय हाइड्रोजन परमाणु की संख्या}}$$

अथवा

अम्ल में उपस्थित प्रतिस्थानीय हाइड्रोजन परमाणु की संख्या

उदाहरणार्थ –

HCl और H_2SO_4 का ग्राम तुल्यांकी भार

HCl का तुल्यांकी भार =

$$\frac{\text{HCl का मोलर द्रव्यमान}}{\text{अम्ल में उपस्थित प्रतिस्थापनीय हाइड्रोजन परमाणु की संख्या}}$$

$$= \frac{36.5}{1} = 36.5$$

H_2SO_4 का ग्राम तुल्यांकी भार =

$$\frac{H_2SO_4 \text{का मोलर द्रव्यमान}}{\text{अम्ल में उपस्थित प्रतिस्थापनीय हाइड्रोजन परमाणु की संख्या}}$$

$$= \frac{98}{2} = 49$$

15.2.2 क्षारक का ग्राम तुल्यांकी भार (Gram Equivalent Weight of Base) – किसी क्षारक का g तुल्यांकी भार वह भार है जो एक g mol हाइड्रोजन आयन के साथ संयोग करती है। **उदाहरणार्थ** –

$$\text{NaOH का g तुल्यांकी भार} = \frac{\text{NaOH का मोलर द्रव्यमान}}{1}$$

15.2.3 ऑक्सीकारक का तुल्यांकी भार (Equivalent Weight of Oxidising Agent) – ऑक्सीकारक पदार्थ वह है जो इलेक्ट्रॉन ग्रहण कर अपचयित हो जाता है।

ऑक्सीकारक का तुल्यांकी भार =

$$\frac{\text{आयन भार या मोलर द्रव्यमान}}{\text{ग्रहण किये गए इलेक्ट्रोनों की संख्या}}$$

उदाहरण – अम्लीय माध्यम में पोटैशियम परमेंग्नेट का तुल्यांकी भार ज्ञात करना

$$2KMnO_4 + 3H_2SO_4 \longrightarrow K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 3H_2O + 5[O]$$

या

$$\underset{Mn\ (+7)}{MnO_4^-} + 8H^+ + 5e^- \longrightarrow \underset{Mn\ (+2)}{Mn^{2+}} + 4H_2O$$

$KMnO_4$ का मोलर द्रव्यमान = $39.1 + 54.93 + (4\times16) = 158.03$

ग्रहण किये गये इलेक्ट्रोन = 5

अतः $KMnO_4$ का तुल्यांकी भार $= \frac{158.03}{5} = 31.6$

15.2.4 अपचायक का तुल्यांकी भार (Gram Equivalent Weight of Reducing Agent) – वह पदार्थ जो इलेक्ट्रॉन का परित्याग कर ऑक्सीकृत हो जाता है, अपचायक कहलाता है।

अपचायक का तुल्यांकी भार =

$$\frac{\text{मोलर द्रव्यमान या आयन भार}}{\text{परित्याग किए गए इलेक्ट्रॉनों की संख्या}}$$

उदाहरण – फैरस सल्फेट या फैरस अमोनियम सल्फेट का ऑक्सीकरण फैरिक सल्फेट में होता है।

$$Fe^{2+} \longrightarrow Fe^{3+} + e^-$$

इस प्रकार एक इलेक्ट्रॉन का परित्याग होता है।

(i) फैरस सल्फेट ($FeSO_4.7H_2O$) का मोलर द्रव्यमान

$= 55.88 + 32.06 + (4\times16) + 7\,(18.016)$

$= 278.052 \cong 278$

परित्याग किए गए इलेक्ट्रॉन = 1

अतः फैरस सल्फेट का तुल्यांकी भार $= \frac{278}{1}$

$= 278$

(ii) फैरस अमोनियम सल्फेट ($FeSO_4.(NH_4)_2SO_4.6H_2O$) का मोलर द्रव्यमान

$FeSO_4 = 151.94$

$(NH_4)_2SO_4 = 132.124$

$6H_2O = 108.096$

कुल मोलर द्रव्यमान = 392.16

परित्याग किए गए इलेक्ट्रॉन = 1

अतः फैरस अमोनियम सल्फेट का तुल्यांकी भार $= \frac{392.16}{1}$

$= 392.16$

अम्ल–क्षारक अनुमापन में अन्तिम बिन्दु पर मिलाये गये अम्ल और क्षारक की ग्राम तुल्यांकी संख्या बराबर होती है। इन अनुमापनों में सान्द्रता की गणना इसी सिद्धान्त पर आधारित है। इस सिद्धान्त को तुल्य अनुपात का सिद्धान्त कहते हैं।

15.3 सान्द्रता की गणना – तुल्य अनुपात के नियमानुसार "जब पदार्थ अभिक्रिया करते हैं तब यह अभिक्रिया उनके तुल्यांकी भारों के अनुपात में होती है।" अतः समान आयतन एक – दूसरे से पूर्ण रूप से अभिक्रिया करेंगे। यदि एक विलयन की नार्मलता ज्ञात हो तो अनुमापन करके दूसरे विलयन की नॉर्मलता ज्ञात की जा सकती है। अर्थात्

ज्ञात विलयन का आयतन × इसकी नॉर्मलता =

अज्ञात विलयन का आयतन × इसकी नॉर्मलता

या $V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$

यहां V_1 और N_1 ज्ञात है और अनुमापन द्वारा V_2 ज्ञात हो जाता है। इस प्रकार चार संख्याओं मे से तीन ज्ञात हैं और चौथी संख्या की गणना की जा सकती है।

$$N_2 = \frac{V_1 \times N_1}{V_2}$$

gL^{-1} में सान्द्रता ज्ञात करने के लिए नॉर्मलता को अज्ञात विलयन में विलेय पदार्थ के तुल्यांकी भार से गुणा किया जाता हैं।

gL^{-1} में सान्द्रता $= \frac{V_1 \times N_1}{V_2} \times$ तुल्यांकी भार

15.4 सूचक (Indicator) – अम्ल–क्षारक अनुमापन में कई प्रकार के सूचक प्रयोग में लिए जाते हैं परन्तु साधारणतः दो सूचकों का प्रयोग अधिकतर किया जाता है। सूचक की उपस्थिति में विलयन का रंग उसकी अम्लीयता या क्षारकीयता पर निर्भर करता है, क्योंकि इन सूचकों की निम्नलिखित विशेषतायें हैं –

1. ये सूचक अम्लीय तथा क्षारकीय विलयन में अलग – अलग रंग देते हैं।

2. अम्लीय या क्षारकीय माध्यम से क्षारकीय या अम्लीय माध्यम परिवर्तन होने पर सूचक का रंग बदल जाता है।

अम्ल और क्षारक की दो श्रेणियां हैं, जो उनकी अम्लीय या क्षारकीय सामर्थ्य पर निर्भर करती हैं। हाइड्रॉक्लोरिक, नाइट्रिक और सल्फ्यूरिक अम्ल प्रबल अम्ल कहलाते हैं। इनकी तुलना में ऐसीटिक अम्ल एक दुर्बल अम्ल हैं। NaOH और KOH प्रबल क्षारक हैं। इनकी तुलना में धावन सोडा ($Na_2CO_3 . 10H_2O$) एक दुर्बल क्षारक है।

अम्ल–क्षारक अनुमापनों में सारणी के प्रथम स्तम्भ में ऊपर (पहले) की ओर लिखे पदार्थ पिपेट में और नीचे की ओर लिखे पदार्थ ब्यूरेट में लेने चाहिए नहीं तो अन्तिम बिन्दु को ज्ञात करने के प्रयास में कठिनाई होगी।

अम्ल–क्षारक अनुमापन के प्रकार	प्रयुक्त सूचक	अनुमापन के प्रारम्भ में सूचक का रंग	अनुमापन के अन्त में सूचक का रंग	अनुमापन के अन्त में विलयन की प्रकृति
प्रबल अम्ल – प्रबल क्षारक	फीनॉलफ्थेलिन	रंगहीन	गुलाबी	क्षारकीय
प्रबल अम्ल दुर्बल क्षारक–	मेथिल ओरेंज	पीला	गुलाबी	अम्लीय
दुर्बल अम्ल– प्रबल क्षारक	फीनॉलफ्थेलिन	रंगहीन	गुलाबी	क्षारकीय
दुर्बल अम्ल– दुर्बल क्षारक	फीनॉल रेड	पीला	लाल	क्षारकीय / अम्लीय

1. प्रयोग – नॉर्मल सोडियम हाइड्रॉक्साइड का विलयन बनाना।

सामग्री –

1. सोडियम हाइड्रॉक्साइड (NaOH)
2. भौतिक तुला।
3. आयतनी फ्लास्क।
4. आसुत जल।

विधि –

1. सोडियम हाइड्रॉक्साइड एक प्रबल क्षारक है, जिसका नॉर्मल विलयन बनाने के लिए उसका तुल्यांकी भार ज्ञात करते हैं।

NaOH का तुल्यांकी भार = मोलर द्रव्यमान / $1 = \frac{40}{1} = 40$ mL

2. 40 g NaOH को तोलकर उसको एक L के आयतनी फ्लास्क में डालकर फ्लास्क में 900 mL आसुत जल डालकर NaOH को घोल लेते हैं।
3. NaOH के पूर्ण रूप से घुल जाने के बाद आसुत जल द्वारा आयतनी फ्लास्क में लगे 1 L के चिन्ह तक आयतन पूर्ण कर देते है।
4. इस प्रकार बना विलयन नॉर्मल (लगभग) विलयन होता है।
5. नॉर्मल विलयन के प्रमाणीकरण को नॉर्मल ऑक्सेलिक अम्ल के विलयन से अनुमापन द्वारा (फीनॉलफ्थेलिन सूचक की उपस्थिति में) पता किया जा सकता हैं।

2. प्रयोग – नॉर्मल ऑक्सेलिक अम्ल एवं सोडियम कार्बोनेट का विलयन बनाना।

सामग्री –

1. ऑक्सेलिक अम्ल (A.R.)
2. सोडियम कार्बोनेट (A.R.)
3. भौतिक तुला।
4. आयतनी फ्लास्क।
5. आसुत जल।
6. काँच की छड़।

विधि –

(अ) नॉर्मल ऑक्सेलिक अम्ल का विलयन बनाना –

1. सर्वप्रथम ऑक्सेलिक अम्ल का तुल्यांकी भार ज्ञात करते हैं।
2. ऑक्सेलिक अम्ल का मोलर द्रव्यमान
   $C_2H_2O_4 . 2H_2O$
   $(2 \times 12) + (2 \times 1) + (4 \times 16) + 2\,(18)$
   $= 24 + 2 + 64 + 36 = 126$

3. ऑक्सेलिक अम्ल का तुल्यांकी भार $= \frac{126}{2} = 63$
4. ऑक्सेलिक अम्ल $(C_2H_2O_4.2H_2O)$ के 63 g को तोलकर 1 L के आयतनी फ्लास्क में डाल देते हैं।
5. इसमें 900 mL आसुत जल डालकर ऑक्सेलिक अम्ल को घोल लेते हैं।
6. पदार्थ के घुलने पर 1 L के चिन्ह तक आसुत जल द्वारा आयतन पूर्ण कर देते हैं।
7. इस प्रकार बना विलयन ऑक्सेलिक अम्ल का नॉर्मल विलयन बन जाएगा। यह एक मानक विलयन होता हैं।

(ब) नॉर्मल सोडियम कार्बोनेट का विलयन बनाना –

1. सोडियम कार्बोनेट का तुल्यांकी भार ज्ञात करते हैं।
Na_2CO_3 का मोलर द्रव्यमान $= (2 \times 23) + 12 + (3 \times 16) = 106$

तुल्यांकी भार $= \frac{106}{2} = 53$

2. सोडियम कॉर्बोनेट (Na_2CO_3) के 53 g को तोलकर 1 L आयतनी फ्लास्क में डाल देते हैं।
3. इसमें 900 mL आसुत जल डालकर सोडियम कार्बोनेट को घोल लेते हैं। अगर गर्म आसुत जल का उपयोग करते हैं तो सोडियम कार्बोनेट से कार्बन डाइ ऑक्साइड (CO_2) निकल जाती है, तथा स्थायी विलयन बन जाता हैं।
4. सोडियम कार्बोनेट के घुल जाने पर 1 L के चिन्ह तक आसुत जल द्वारा भर कर आयतन पूर्ण कर देते हैं।
5. इस प्रकार बना विलयन सोडियम कार्बोनेट का नॉर्मल विलयन बन जाता हैं। यह एक मानक विलयन कहलाता है।

3. प्रयोग – नॉर्मल पोटैशियम डाइक्रोमेट का विलयन बनाना।

सामग्री –

1. पोटैशियम डाइक्रोमेट (A.R.)
2. तुला।
3. आयतनी फ्लास्क।
4. आसुत जल।
5. कांच की छड़।

विधि –

1. पोटैशियम डाइक्रोमेट $(K_2Cr_2O_7)$ एक ऑक्सीकारक है। सर्वप्रथम इसका तुल्यांकी भार ज्ञात करते हैं।
2. $K_2Cr_2O_7 + 4\,H_2SO_4 \longrightarrow K_2CO_4 + Cr_2(SO_4) + 4\,H_2O + 3[O] \times 2$

$2Cr\,(+6) + 6\,e^-$

ग्रहण किये गए इलेक्ट्रॉन $= 6$

$K_2Cr_2O_7$ का मोलर द्रव्यमान $= 294.24$

$K_2Cr_2O_7$ का तुल्यांकी भार $= \frac{\text{मोलर द्रव्यमान}}{\text{ग्रहण किये गए इलेक्ट्रॉन}}$

$= 49.04$

3. पोटैशियम डाइक्रोमेट के 49.04 g को तोलकर 1 L आयतनी फ्लास्क में डाल देते हैं।
4. इसमें 900 mL आसुत जल डालकर पोटैशियम डाइक्रोमेट को घोल लेते हैं।
5. पोटैशियम डाइक्रोमेट के घुल जाने पर 1 L के चिन्ह तक आसुत जल डालकर आयतन पूर्ण कर लेते हैं।
6. इस प्रकार बना विलयन पोटैशियम डाइक्रोमेट का नॉर्मल विलयन बन जाता है, यह मानक विलयन होता है।

4. प्रयोग – नॉर्मल पोटैशियम परमेंगनेट का विलयन बनाना।

सामग्री –

1. पोटैशियम परमेंगनेट (A.R.)
2. तुला।
3. आयतनी फ्लास्क।
4. आसुत जल।
5. काँच की छड़।

विधि –

1. सर्वप्रथम पोटैशियम परमेंगनेट का तुल्यांकी भार ज्ञात करते हैं, पोटैशियम परमेंगनेट एक ऑक्सीकारक है।

अम्लीय माध्यम में $KMnO_4$ का तुल्यांकी भार –

$2KMnO_4 + 3H_2SO_4 \longrightarrow K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 3H_2O + 5[0]$

$MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- \longrightarrow Mn^{2+} + 4H_2O$

$Mn\,(+7) \qquad Mn\,(+2)$

$KMnO_4$ का मोलर द्रव्यमान $= 39.1 + 54.93 + (4 \times 16)$

$= 158.03$

ग्रहण किये गये इलेक्ट्रॉन $= 5$

$KMnO_4$ का तुल्यांकी भार $= \frac{158}{5} = 31.6$

2. पोटैशियम परमेंगनेट के 31.6 g को तोलकर 1 L आयतनी फ्लास्क में डाल देते हैं।
3. इसमें 900 mL आसुत जल डालकर अच्छी तरह घोल लेते हैं।
4. पदार्थ के घुल जाने पर इसका आयतन 1 L के चिन्ह तक आसुत जल से पूर्ण कर लेते हैं।
5. इस प्रकार $KMnO_4$ का नॉर्मल विलयन बन जाता है।

अध्याय–16
pH आधारित प्रयोग
pH BASED EXPERIMENTS

हाइड्रोजन आयन की सक्रियता का ऋणात्मक लघुगुणक (Negative Logarithm) को pH कहा जाता है, जिसे संकेत द्वारा इस प्रकार प्रदर्शित किया जा सकता हैं :

$$pH = -\log [H^+] = \frac{1}{\log [H^+]}$$

यहाँ $[H^+]$ हाइड्रोजन आयनों की सान्द्रता और log प्राकृतिक लघुगुणक है। ऋणात्मक लघुगुणक का यहाँ प्रयोग इसलिए किया गया है, क्योंकि हम भिन्न (Fraction) नहीं चाहते। pH स्केल 0 से 14 तक विचरित होता है। अलग–अलग द्रवों का pH मान अलग होता है। यहाँ हम फलों के रस, दूध, जल एवं प्रदुषित अपवाह का pH मान ज्ञात करेंगे।

16.1 प्रयोग – pH मीटर द्वारा फलों के रस/दूध/जल/प्रदूषित अपवाह का pH मान ज्ञात करना।

सामग्री –

1. बीकर 50 mL क्षमता
2. बीकर 250 mL क्षमता
3. काँच की छड़
4. pH मीटर
5. आसुत जल
6. वह द्रव जिसका pH मान ज्ञात करना है।

विधि –

1. सर्वप्रथम वह द्रव (फलों का रस/दूध/जल/प्रदूषित अपवाह) जिसका pH मान ज्ञात करना है, उसे 50 mL क्षमता वाले बीकर में भर लेते है।
2. बीकर में काँच की छड़ द्वारा द्रव को अच्छी तरह से मिला लेते हैं।
3. pH इलेक्ट्रोड को उपरोक्त में से किसी द्रव में डुबोकर pH मान ज्ञात करते हैं, पाठ्यांक प्रेक्षण सारणी में लिख लेते हैं।

प्रेक्षण सारणी –

क्र.सं.	द्रव का विवरण	pH मान	निष्कर्ष (अम्लीय/क्षारकीय/उदासीन)
1.			
2.			
3.			
4.			

परिणाम एवं विवेचन – द्रव (फलों का रस/दूध/जल/प्रदूषित अपवाह) का pH मान ..... है।

16.2 प्रयोग – यूनिवर्सल सूचक द्वारा फलों के रस/दूध/ जल/ प्रदूषित अपवाह का pH मान ज्ञात करना।

सामग्री –

1. बीकर 50 mL क्षमता या पॉर्सिलेन प्लेट।
2. यूनिवर्सल सूचक।
3. द्रव जिसका pH मान ज्ञात करना है।
4. ड्रॉपर।

विधि –

1. सर्वप्रथम बीकर या पॉर्सिलेन प्लेट में द्रव (फलों का रस/दूध/जल/प्रदूषित अपवाह) की 3–4 बूंद लेते है।
2. एक बूंद यूनिवर्सल सूचक को उपरोक्त द्रव की बूंदों पर डाल देते हैं।
3. इस विलयन का जो रंग प्राप्त होता है, उसको यूनिवर्सल रंग चार्ट के माध्यम से तुलना कर उसका pH मान प्रेक्षण सारणी में लिख लेते हैं।

प्रेक्षण सारणी –

क्र.सं.	द्रव का विवरण	यूनिवर्सल सूचक द्वारा प्राप्त रंग	निष्कर्ष (अम्लीय/क्षारकीय/उदासीन)
1.			
2.			
3.			
4.			

परिणाम एवं विवेचन – द्रव (फलों का रस/दूध/जल/प्रदूषित अपवाह) का pH मान .....है।

16.3 प्रयोग – प्रबल एवं दुर्बल अम्लों का तुलनात्मक अध्ययन।

सामग्री –

1. प्रबल अम्ल (HCl, H_2SO_4, HNO_3)
2. दुर्बल अम्ल (ऐसीटिक अम्ल/सिट्रिक अम्ल)
3. यूनिर्वसल सूचक/pH मीटर
3. बीकर/पॉर्सिलेन प्याली।
4. कांच की छड़।
5. ड्रॉपर।

विधि –

1. यूनिवर्सल सूचक द्वारा pH मान ज्ञात करने के लिए प्रबल अम्ल एवं दुर्बल अम्ल को अलग–अलग बीकर या पॉर्सिलेन प्लेट में 3–4 बूंद डाल लेते है।
2. फिर उपरोक्त अम्लों के ऊपर ड्रॉपर की सहायता से एक बूंद यूनिर्वसल सूचक की डालकर प्राप्त रंग का निरीक्षण यूनिवर्सल रंग चार्ट द्वारा करते हैं।
3. प्रबल अम्ल लाल रंग (pH –1) तथा दुर्बल अम्ल नारंगी रंग (pH 3-4)देते है।
4. इसी प्रकार pH मीटर द्वारा pH मान ज्ञात करने के लिए उपरोक्त द्रवों को बीकर (50 mL क्षमता) में लेते है।
5. कांच की छड़ द्वारा द्रव को अच्छी तरह से मिला लेते हैं।
6. pH मीटर इलेक्ट्रोड को उपरोक्त द्रव वाले बीकर में डुबोकर pH मान ज्ञात कर लेते हैं।
7. पाठ्यांक प्रेक्षण सारणी में लिख लेते हैं।

प्रेक्षण सारणी –

क्र.सं.	द्रव का विवरण	pH मान या यूनिवर्सल सूचक द्वारा प्राप्त रंग	निष्कर्ष (अत्यधिक अम्लीय या कम अम्लीय)
1.			
2.			
3.			
4.			

परिणाम एवं विवेचन – दिये गये प्रबल अम्ल का pH..... है तथा दुर्बल अम्ल का pH..... हैं।

यूनिवर्सल सूचक रसायनों का मिश्रण है, जो विभिन्न रंगों द्वारा pH मान के बारे में बताता हैं।

प्रबल अम्ल	लाल रंग
दुर्बल अम्ल	नारंगी रंग
वर्षा जल	पीला
उदासीन या आसुत जल	हरा
दुर्बल क्षारक	नीला
प्रबल क्षारक	बैंगंनी

अध्याय–17

आयतनात्मक अनुमापन
VOLUMETRIC TITRATION

अम्लमिति एवं क्षारकमिति द्वि अनुमापन (Acidimetry and Alkalimetry Double Titration) –

गुणात्मक विश्लेषण में यौगिकों के तत्वों और मूलकों को उनके विशेष गुणों अथवा विशेष अभिक्रियाओं के प्रेक्षण द्वारा ज्ञात किया जाता है। आयतनी आकलन परिमाणात्मक विश्लेषण की एक मुख्य शाखा है। इसमें पदार्थों की मात्रा का, उनके या उनके विलयनों के आयतन के सही मापन द्वारा परिकलन किया जाता है।

17.1 अम्लमिति –

मुक्त क्षारक अथवा दुर्बल अम्लों के लवणों के जल अपघटन द्वारा बने क्षारकों का मानक अम्ल विलयन से अनुमापन को **अम्लमिति** कहते हैं।

17.2 क्षारकमिति –

मुक्त अम्ल अथवा क्षारकों के लवणों के जल अपघटन द्वारा बने अम्लों का मानक क्षारक विलयन से अनुमापन को **क्षारकमिति** कहते हैं।

17.3 अम्ल–क्षारक अनुमापन (Acid-Base Titration) –

तुल्य अनुपात के नियमानुसार जब पदार्थ अभिक्रिया करते हैं तब यह अभिक्रिया उनके तुल्यांकी भारों के अनुपात में होती है। अतः समान सान्द्रता वाले विलयनों के समान आयतन एक दूसरे से पूर्ण रूप से अभिक्रिया करेंगे अर्थात् एक ग्राम तुल्यांकी भार HCl + एक ग्राम तुल्यांकी भार NaOH → एक ग्राम तुल्यांकी भार NaCl + एक ग्राम तुल्यांकी भार H_2O

अर्थात् यदि अभिक्रिया में प्रयुक्त अभिकर्मक की सान्द्रता समान हो तो

$$HCl(\ell) + NaOH(\ell) \rightarrow NaCl(\ell) + H_2O(\ell)$$

1 आयतन	1 आयतन	1 आयतन	1 आयतन
1 L	1 L	1 L	1 L
(V mL)	(V mL)	(V mL)	(V mL)

अतः यदि उपर्युक्त अभिक्रिया में प्रयुक्त दो विलयनों में से एक की सान्द्रता ज्ञात हो तो उसके आयतनों का अनुमापन कर दूसरे की सान्द्रता अर्थात् निश्चित आयतन में मात्रा ज्ञात की जा सकती है। अतः पदार्थों के विलयनों के अनुमापन द्वारा पदार्थ की मात्रा के आंकलन को **आयतनी परिमापन** कहते हैं।

अन्तिम बिन्दु – अम्ल तथा क्षारकों के विलयन की सान्द्रता ज्ञात करने के लिए अन्तिम बिन्दु का सही–सही ज्ञात होना परम आवश्यक है। अतः अम्ल और क्षारक के अनुमापन में अभिक्रिया के अन्तिम बिन्दु को ज्ञात करने के लिए फीनॉलफ्थेलिन या मेथिल ओरेंज के विलयन का प्रयोग किया जाता है। इन पदार्थों का रंग, पदार्थ के अम्लीय या क्षारकीय गुणों पर निर्भर करता है अर्थात् –

फीनॉलफ्थेलिन + अम्ल → रंगहीन
फीनॉलफ्थेलिन + क्षारक → गुलाबी
मेथिल ओरेंज + अम्ल → गुलाबी
मेथिल ओरेंज + क्षारक → पीला

अतः इन पदार्थों की उपस्थिति से अभिक्रिया के प्रारम्भ में विलयन अम्लीय या क्षारकीय है, ज्ञात किया जा सकता है। इसी प्रकार अभिक्रिया के अन्त में विलयन की प्रकृति का अनुमान इन सूचकों के रंग परिवर्तन के आधार पर किया जा सकता है। अतः इनको **अम्ल–क्षारक सूचक** कहते हैं।

17.3.1 आयतनी विष्लेषण में उपयोग में आने वाले उपकरण (Apparatuses used in Volumetric Analysis) –

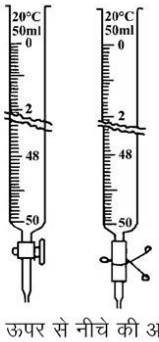
अनुमापन के लिए मुख्यतः निम्नलिखित उपकरणों का उपयोग होता है– (1) ब्यूरेट (2) पिपेट (3) बीकर या शंकुरूपी फ्लास्क

(4) कीप (5) ड्रॉपर (6) आयतनी फ्लास्क और (7) कुछ बोतलें।

कांच के उपकरणों को स्वच्छ करना – कांच के प्रत्येक उपकरण को पुर्णतः स्वच्छ करना चाहिए और चिकनाई या अन्य किसी प्रकार के धब्बे हटा देने चाहिए। ऐसा करने के लिए उन्हें सोडियम कार्बोनेट विलयन से धोते हैं। क्रोमिक अम्ल ($K_2Cr_2O_7$ + सान्द्र H_2SO_4) से भी कांच के उपकरण साफ किए जाते हैं। जिस उपकरण को साफ करना हो तो उसे क्रोमिक अम्ल के सान्द्र विलयन से भर दो और कुछ समय (यदि सम्भव हो सके तो रात भर) तक क्रोमिक अम्ल को उसी उपकरण में रहने दो। अब क्रोमिक अम्ल को वापस निकाल दो और उपकरण को पहले कई बार साफ जल से धो लो और अन्त में दो–तीन बार आसुत जल से भी साफ कर लो।

प्रक्षालन या खंगालना – ब्यूरेट, पिपेट और बोतलों में विलयन लेने से पहले उनकी अन्दर की सतह को उन विलयनों से, जो उनमें लेने हों, पूर्णतः भिगो लेना चाहिए। इस क्रिया को प्रक्षालन या खंगालना कहते हैं। इसके लिए उपकरण में 2–3 mL विलयन लेकर इस प्रकार ऊपर–नीचे, आड़ा–तिरछा घुमाओ कि भीतर की पूरी सतह उस विलयन से भीग जाए। अब इस विलयन को सिंक में फेंक दो। इस क्रिया को कम से कम दो बार दोहराना चाहिए। ऐसा कर लेने से उपकरण की भीतरी सतह पर जल की लगी हुई बूंदों के कारण विलयन की सान्द्रता में कोई अन्तर नहीं पड़ेगा और हमारे मापे हुए आयतन से परिकलन करने में अशुद्धि नहीं होगी। जिस बीकर या शंकुरूपी फ्लास्क में अनुमापन करते हैं उसे कभी भी विलयन से मत खंगालो। उसे केवल आसुत जल से ही धो लेना पर्याप्त होगा।

ब्यूरेट – यह एक लम्बी और समान व्यास वाली कांच की नली होती है जिसके निचले सिरे पर कांच की टोंटी लगी होती है। कांच की टोंटी के स्थान पर एक छोटी सी रबड़ की नली लगाकर उस पर पिंच कॉक भी लगा देते हैं। (चित्र 17.1)



चित्र 17.1 : ब्यूरेट

नली पर ऊपर से नीचे की ओर mL और उसके दसवें भाग तक के चिह्न अंकित रहते हैं। साधारणतः 50 mL के ब्यूरेट काम में लाए जाते हैं। ब्यूरेट की सहायता से किसी ज्ञात आयतन का द्रव बाहर निकाला जाता है। द्रव निकालने से पहले और बाद में दोनों ही बार नली पर अंकित चिह्न पढ़ लिए जाते हैं। इन दो चिह्नों का अन्तर ही निकाले हुए द्रव के आयतन के बराबर होता है।

सावधानियां – ब्यूरेट का सही प्रयोग करने के लिए निम्नलिखित सावधानियां बरतनी चाहिए –

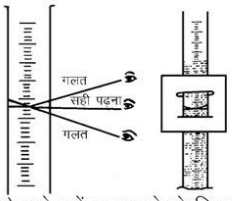
(1) ब्यूरेट अन्दर और बाहर से साफ होनी चाहिए। सफाई उसी प्रकार करते हैं जैसा कि ऊपर बताया जा चुका है। यदि आवश्यक हो तो सोडियम कार्बोनेट के घोल को डालकर एक लम्बे हैंडिल वाले ब्रुश से भी साफ किया जाता है। इसके खंगालने के लिए इसमें 5–10 mL विलयन लो और इसका मुंह अंगूठे से बन्द करके इस तरह घुमाओ कि भीतर की पूर्ण सतह उस विलयन से भीग जाए। अब ब्यूरेट को सीधा करके टोंटी या पिंच कॉक को खोलकर विलयन बाहर निकाल दो। ऐसा एक–दो बार करो और फिर स्टैण्ड में सीधा लगा दो।

(2) ब्यूरेट में जल भरकर देख लो कि जल टपक तो नहीं रहा है। यह भी देखो कि उसकी टोंटी भी अच्छी तरह बिना जल टपकाए हुए घूमती है या नहीं, यदि अच्छी तरह न घूमती हो तो निकालकर उसमें कुछ ग्रीस या वैसलीन लगा लो। ग्रीस इतना और इस प्रकार लगाओ कि टोंटी का छेद रुकने न पाए।

(3) कभी–कभी ब्यूरेट की जेट में वायु के बुलबुले रह जाते हैं। इन्हें निकालने के लिए कांच की टोंटी या पिंच कॉक को हल्के झटके से खोलते हैं। वायु के बुलबुले हटाए बिना ब्यूरेट को उपयोग नहीं करना चाहिए।

(4) ब्यूरेट से बीकर या फ्लास्क में द्रव डालते समय अन्त में जब टोंटी बन्द कर दी जाती है तो कभी–कभी एक बूंद ब्यूरेट की जेट से लटकी रहती है। इसको बीकर या फ्लास्क में लेने के लिए बूंद को उनकी भीतरी सतह से जेट को छुआ दो।

(5) ब्यूरेट को पढ़ते समय आंखों को ठीक द्रव की सतह के सामने रखो। ऊपर–नीचे आंख रखने से पाठ्यांक त्रुटिपूर्ण आते हैं (चित्र 17.2)। यदि आवश्यकता हो तो ब्यूरेट पढ़ते समय ब्यूरेट के पीछे कागज रख लो। इससे द्रव की सतह, अंकित चिह्न एवं मेनिस्कस और भी स्पष्ट लगेंगे।



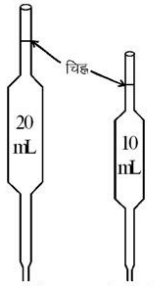
चित्र 17.2 : ब्यूरेट से सही पाठ्यांक पढ़ने का तरीका

(6) ब्यूरेट में द्रव भरने के लिए कीप (जिसे विलयन से पहले ही खंगाल लिया जाता है) का भी उपयोग करते हैं परन्तु अनुमापन करते समय कीप को हटा देना चाहिए।

(7) कार्य समाप्त करने के तुरन्त पश्चात् ब्यूरेट को जल से कई बार धोकर साफ कर लेना चाहिए और स्टैण्ड में उल्टा लगाकर

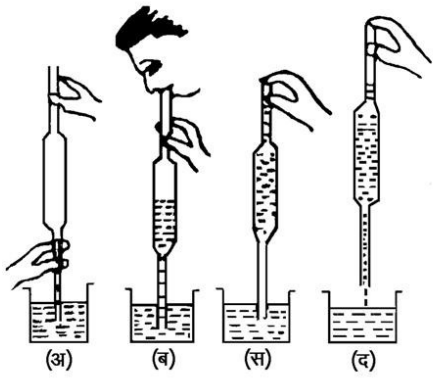
रख देना चाहिए (अर्थात् जेट ऊपर और मुंह नीचे) ऐसा करने से कोई गन्दगी, रेत आदि उसके अन्दर नहीं गिर पाती। कुछ वस्तुएँ विशेषकर क्षारक (जैसे NaOH, KOH आदि) कांच से बहुत समय तक सम्पर्क में रहने से क्रिया करते हैं जिससे कभी–कभी ब्यूरेट की टोंटी का घूमना बन्द हो जाता है और ब्यूरेट खराब हो जाता है।

पिपेट – यह एक कांच की पतली एवं लम्बी नली होती है जिसके मध्य भाग में फूला हुआ बल्ब और नीचे के भाग में जेट या तुण्ड होता है। बल्ब के ऊपर की नली पर एक गोल चिह्न खुदा रहता है (चित्र 17.3)। एक निश्चित् आयतन निकालने के लिए द्रव को इस चिह्न तक भरना होता है। बल्ब पर इस चिह्न तक का आयतन अंकित रहता है। साधारणतः 10, 20 या 25 mL आयतन के पिपेट काम में लाए जाते हैं।



चित्र 17.3 : पिपेट

पिपेट का उपयोग द्रव के निश्चित् आयतन को एक पात्र से दूसरे पात्र में निकालने के लिए किया जाता है।

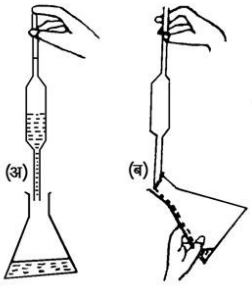


चित्र 17.4 : पिपेट से विलयन निकालना

प्रयोग में लाने से पहले पिपेट को स्वच्छ करके उस द्रव से खंगालो जिसको इसकी सहायता से एक से दूसरे पात्र में लाना है। अब पिपेट के तुण्ड को द्रव में डुबाकर दूसरे सिरे से धीरे–धीरे खींचो। जब द्रव चिह्न के ऊपर आ जाए तब मुंह हटाकर तुरन्त पिपेट के ऊपरी सिरे को तर्जनी उंगली से बन्द कर लो। अब उंगली को धीरे–धीरे ढीला करो और द्रव को बूंद–बूंद कर निकलने दो। जब द्रव का मेनिस्कस चिह्न से छूने लगे तो उंगली को जोर से दबाकर द्रव का निकलना बन्द कर दो (चित्र 17.4)।

अब इसको इसी अवस्था में बीकर या अनुमापन फ्लास्क के ऊपर ले जाओ और उंगली हटा लो। पिपेट के जेट को अनुमापन फ्लास्क की दीवार पर लगा कर द्रव को धीरे–धीरे निकलने दो (चित्र 17.5) जब सारा द्रव निकल जाए तो लगभग 15 s और रूको जिससे पिपेट के अन्दर की दीवार पर लगा द्रव भी अनुमापन फ्लास्क में निकल आये। यदि अब भी तुण्ड में कोई बूंद रह जाये तो उसको रहने दो। उस को किसी भी प्रकार जैसे फूंक कर या झटका देकर न निकालो।

सावधानियां– (1) द्रव को पिपेट में से निकालते समय बीकर या फ्लास्क की तली से बहुत ऊंचे नहीं रखना चाहिये नहीं तो नीचे गिरने वाले द्रव के छींटे उछलेंगे और द्रव का आयतन कम हो जायेगा। इसलिए जैसा ऊपर बताया जा चुका है, बर्तन को टेढ़ा करके (चित्र 17.5) पिपेट से फ्लास्क में द्रव निकाल लेना चाहिये।



चित्र 17.5 : पिपेट द्वारा विलयन को अनुमापन फ्लास्क में निकालना

(2) पिपेट से कभी भी गर्म द्रव, तीव्र अम्ल या विषैले पदार्थ नहीं निकालने चाहिये क्योंकि कभी–कभी मुँह से खींचते समय द्रव मुँह में जा सकता है जिससे दुर्घटना हो सकती है।

(3) पिपेट से द्रव निकालते समय कभी भी इधर–उधर मत देखो।

(4) पिपेट में द्रव की सतह चिन्ह के निकट देखने के लिये पिपेट को सीधा (ऊर्ध्वाधर) अवस्था में इस प्रकार पकड़ो की चिन्ह आँख के सामने रहे।

(5) मुँह से द्रव खींचते समय ध्यान रखो कि द्रव खिंचकर मुँह में न चला जाये।

मापक फ्लास्क – यह अंशाकित फ्लास्क या आयतनी फ्लास्क भी कहलाता है यह एक चपटी पेंदी और पतली लम्बी गर्दन का फ्लास्क होता है। इसको बन्द करने के लिये घिसे हुए काँच की खोखली या ठोस 'डाट' काम में लाई जाती है। इसकी गर्दन पर एक गोल चिन्ह खुदा हुआ होता है। जब कोई द्रव इस चिन्ह तक भर दिया जाता है तो उसका आयतन फ्लास्क पर अंकित आयतन के बराबर होता है (चित्र 17.6)। साधारणतः 100 mL, 250 mL,

500 mL, और 1000 mL आयतन वाले फ्लास्क प्रयोग में लाये जाते हैं। इन फ्लास्कों में प्रयोगशाला में प्रामाणिक विलयन बनाया जाता है।

सावधानियां– (1) काम में लाने से पहले यह देख लेना चाहिये कि मापक फ्लास्क का डाट ठीक प्रकार से लगा हुआ है या नहीं। इसमें रखे हुये द्रव को हिलाने से वह बाहर तो नहीं निकलता।

चित्र 17.6 : मापक फ्लास्क

(2) मापक फ्लास्क को कभी भी गर्म मत करो। जिस पदार्थ का विलयन कठिनाई से बनता है उसे बीकर में बाहर ही गर्म करके हिलाकर घोल लो। विलयन ठण्डा होने के बाद ही मापक फ्लास्क में डालों।

(3) जब द्रव चिन्ह तक भर जाये तो उसे बाहर निकालने से पूर्व फ्लास्क की डाट पकड़ कर, अच्छी प्रकार से हिलाओ ताकि विलयन समांग हो जाये।

अन्य काँच के उपकरणों को साफ करने की विधि उसी प्रकार है जैसा कि ब्यूरेट, पिपेट आदि की। यह पहले ही बताया जा चुका है कि बीकर या अनुमापन फ्लास्क को विलयन से खंगालने की आवश्यकता नहीं है, उन्हें केवल जल से ही बार–बार धो लेते हैं। जिन बोतलों में अम्ल या क्षारक के विलयन दिये जाते हैं, उनको खंगालना आवश्यक है। इस प्रकार काँच को भी खंगालना चाहिए। ड्रॉपर आदि को केवल जल से धोकर सुखा लेना ही पर्याप्त होगा।

17.4 सूचक (Indicator) –

अम्ल–क्षारक अनुमापन के लिए बहुत संख्या में सूचक ज्ञात हैं परन्तु साधारणतः दो पदार्थों का प्रयोग किया जाता है। सूचक की उपस्थिति में विलयन का रंग उसकी अम्लीयता या क्षारकीयता पर निर्भर करता है क्योंकि इन सूचकों की निम्नलिखित विशेषतायें हैं –

(1) ये सूचक अम्लीय तथा क्षारकीयता विलयन में अलग–अलग रंग देते हैं।

(2) अम्लीय या क्षारकीयता माध्यम से क्रमशः क्षारकीयता या अम्लीय माध्यम परिवर्तन होने पर सूचक का रंग बदल जाता है।

17.4.1 : अम्ल और क्षारक की दो श्रेणियां हैं, जो उनकी अम्लीय या क्षारकीय सामर्थ्य पर निर्भर करती है। हाइड्रोक्लोरिक, नाइट्रिक और सल्फ्यूरिक अम्ल प्रबल अम्ल कहलाते हैं। इनकी तुलना में ऐसीटिक अम्ल एक दुर्बल अम्ल है। NaOH और KOH प्रबल क्षारक हैं। इनकी तुलना में धोवन सोडा ($Na_2CO_3.10H_2O$) एक दुर्बल क्षारक है।

17.4.2 : अम्ल क्षारक अनुमापनों में सारणी 17.1 के प्रथम स्तम्भ में ऊपर की ओर लिखे पदार्थ पिपेट में और नीचे की ओर लिखे पदार्थ ब्यूरेट में लेने चाहिए नहीं तो अन्तिम बिन्दु को ज्ञात करने के प्रयास में कठिनाई होगी।

सारणी 17.1

अम्ल–क्षारक अनुमापन के प्रकार	प्रयुक्त सूचक	**अनुमापन के प्रारम्भ में सूचक का रंग**	अनुमापन के अन्त में सूचक का रंग	**अनुमापन के अन्त में विलयन की प्रकृति**
प्रबल अम्ल–प्रबल क्षारक	फीनॉलफ्थेलिन	रंगहीन	गुलाबी	क्षारकीय
दुर्बल क्षारक–प्रबल अम्ल	**मेथिल ओरेंज**	पीला	गुलाबी	अम्लीय
दुर्बल अम्ल–प्रबल क्षारक	फीनॉलफ्थेलिन	रंगहीन	गुलाबी	क्षारकीय
दुर्बल अम्ल–दुर्बल क्षारक	**लिटमस**	लाल	नीला	क्षारकीय

17.5 आयतनी परिमापन में निम्नलिखित निर्देषों का अनुसरण करना चाहिए –

1. कार्य करने वाली मेज को स्वच्छ एवं शुष्क रखना चाहिए।
2. ब्यूरेट, पिपेट और बोतलों को उनमें भरे जाने वाले विलयनों से दो बार खंगालो। खंगालने से पूर्व पात्र की स्वच्छता की जांच कर लो। खंगालने के लिए केवल 3–4 mL विलयन काम में लो तथा खंगालने के पश्चात् उस विलयन को फेंक दो।
3. ब्यूरेट और बोतलों में विलयन कीप की सहायता से डालो तथा ब्यूरेट में विलयन भरने के पश्चात् कीप को हटा लो। अनुमापन करते समय ब्यूरेट में कीप लगा हुआ नहीं रहना चाहिए।
4. ब्यूरेट में शून्य के चिह्न तक विलयन भरना आवश्यक नहीं है। आपको ब्यूरेट रीडिंग पढ़ने में आसानी हो, ऐसे किसी भी चिह्न तक विलयन भरा जा सकता है परन्तु ब्यूरेट में भरा विलयन अनुमापन हेतु पर्याप्त होना चाहिए।
5. पिपेट के खुले सिरे को तर्जनी उंगली से बन्द करो।
6. प्रत्येक अनुमापन के पश्चात् बीकर को आसुत जल से धोना चाहिए। बीकर को किसी भी विलयन से खंगालना नहीं चाहिए। धोने के पश्चात् बीकर को रुमाल आदि से पोंछना या सुखाना नहीं चाहिए। यदि बीकर में आसुत जल की बूंदें हैं तो रहने दो। बीकर में किसी विलयन का निश्चित आयतन डालने के पश्चात् जल मिलाने से कोई प्रभाव नहीं होगा।

7. बीकर की दीवार की भीतरी सतह पर विलयन की बूंदें लगी हुई नहीं रहनी चाहिए। ब्यूरेट से द्रव निकलने के पश्चात् ब्यूरेट की जेट से लटकी हुई बूंदे भी नहीं छोड़नी चाहिए।
8. ब्यूरेट, पिपेट और बोतलों में भरने से पूर्व विलयन को अच्छी तरह से हिलाना चाहिए जिससे विलयन समांगी हो जाए।
9. अनुमापन करते समय बीकर के विलयन को निरन्तर हिलाते रहना चाहिए। इसके लिए बीकर को लगातार गोल चक्कर में घुमाना चाहिए तथा जहां तक सम्भव हो सके, बीकर को मेज पर से उठाना नहीं चाहिए।
10. अन्तिम बिन्दु पर विलयन को तीव्रता से हिलाओ तथा कुछ क्षणों के लिए उसका निरीक्षण करो। रंग परिवर्तन स्थाई होना चाहिए।
11. प्रथम अनुमापन हमेशा अनुमानित पाठ्यांक बताता है। मान लो कि रंग परिवर्तन 10 और 11 mL के मध्य होता है। द्वितीय अनुमापन में ब्यूरेट से बीकर में लगभग 10 mL विलयन डालो। इसके पश्चात् बूंद–बूंद करके विलयन डालो और प्रत्येक बूंद मिलाने से जो अभिक्रिया हो, उसकी जांच करो। इस प्रकार वह स्थिति ज्ञात करो जहां एक बूंद मिलाने से बीकर के विलयन का स्थिर रंग–परिवर्तन हो जाता है।
12. अन्तिम बिन्दु पर सूचक का रंग परिवर्तन होता है। अन्तिम बिन्दु ज्ञात करने के लिए रंग की तीव्रता पर ध्यान नहीं देना चाहिए।
13. जब तक दो सुसंगत पाठ्यांक न आ जाएं, अनुमापन अपूर्ण होता है। अतः त्रुटि का पता लगाकर अनुमापन दोहराओ।
14. सब पाठ्यांकों को प्रायोगिक कॉपी में लिखो। कागज के टुकड़ों पर पाठ्यांक मत लिखो।
15. मापों की इकाइयां लिखो।
16. यदि कोई पाठ्यांक गलत आ जाए तो कोई हानि नहीं। उसे क्रॉस लगाकर छोड़ सकते हो पर किसी भी स्थिति में उसे बदलने या उसके ऊपर अविलेखन नहीं करना चाहिए। इससे परीक्षक के मन में संदेह उत्पन्न हो सकता है।
17. परिणाम का परिकलन दशमलव तीन अंक तक करना चाहिए। लॉग सारणी से भी सही परिकलना की जा सकती है तथा समय की बचत भी होती है।
18. गणनाएं कॉपी में ही करनी चाहिए तथा कागज के टुकड़ों आदि पर नहीं करनी चाहिए। पाठ्यक्रम में निर्देशित प्रयोगों में प्रयुक्त अम्लों और क्षारकों के विभिन्न नॉर्मलता का विलयन बनाने के लिए उसकी मात्रा या आयतन का विवरण सारणी संख्या 17.2 में दिया गया है –

सारणी 17.2

पदार्थ	पदार्थ की मात्रा प्रति लीटर विलयन के लिए	पदार्थ का आयतन प्रति लीटर विलयन के लिए	नॉर्मलता
ठोस –			
ऑक्सेलिक अम्ल	63 g		
$(COOH)_2\,2H_2O$			N
सोडियम कार्बोनेट (निर्जल)	53 g		
Anhydrous Na_2CO_3 A.R.			N
सोडियम हाइड्रॉक्साइड	40 g		N
बोरेक्स (सोडियम टैट्राबोरेट)	180.72 g		
$Na_2B_4O_3.10H_2O$: A.R.			N
हाइड्रोक्लोरिक अम्ल (आ.घ.1.19)		430 mL	5N
सल्फ्यूरिक अम्ल (आ.घ.1.84)		140 mL	5N
नाइट्रिक अम्ल (आ.घ.1.40)		85 mL	5N

ऐसी अनुमापन क्रिया जिसमें एक पदार्थ का ऑक्सीकरण तथा दूसरे पदार्थ का अपचयन होता है, रेडॉक्स अनुमापन कहते हैं। उदाहरणार्थ – पोटैशियम परमैंग्नेट तथा फैरस अमोनियम सल्फेट का अनुमापन रेडॉक्स अनुमापन है। इसमें पोटैशियम परमैंग्नेट का अपचयन तथा फैरस अमोनियम सल्फेट का ऑक्सीकरण होता है –

$$2KMnO_4 + 10FeSO_4(NH_4)_2SO_4.6H_2O + 8H_2SO_4 \rightarrow K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 5Fe_2(SO_4)_3 + 10(NH_4)_2SO_4 + 68H_2O$$

या

$$MnO_4^- + 8H^+ + 5Fe^{2+} \rightarrow Mn^{2+} + 5Fe^{3+} + 4H_2O$$

17.6 द्विअनुमापन (Double Titration) –

अनुमापन की वह प्रक्रिया जो दो भागों में पूर्ण की जाती है, **द्विअनुमापन** कहलाती है। इस विधि में पहले मानक विलयन द्वारा माध्यमिक विलयन का मानकीकरण किया जाता है। तत्पश्चात् इस मानक माध्यमिक विलयन द्वारा अज्ञात सान्द्रता वाले विलयन की सान्द्रता ज्ञात की जाती है।

17.7 पोटैषियम परमैंग्नेट द्वारा Fe (II) का अनुमापन–

अम्लीकरण (Acidification) – पोटैशियम परमैंग्नेट प्रबल ऑक्सीकारक है। Fe (II) जैसे अपचायकों के अनुपामन हेतु इसे अम्लीय माध्यम में लेते हैं। अम्लीय माध्यम के लिए केवल सल्फ्यूरिक अम्ल का ही प्रयोग किया जाता है। नाइट्रिक अम्ल स्वयं प्रबल ऑक्सीकारक होने के कारण प्रयुक्त नहीं किया जाता

तथा हाइड्रोक्लोरिक अम्ल निम्नलिखित प्रकार अभिक्रिया कर लेता है –

$$2MnO_4^- + 10Cl^- + 16H^+ \rightarrow 2Mn^{2+} + 5Cl_2 + 8H_2O$$

सूचक (Indicator) – पोटैशियम परमैंग्नेट का जलीय विलयन बैंगनी होता है तथा अन्तिम बिन्दु पर गुलाबी हो जाता है अतः इसके अनुमापन में किसी अन्य सूचक की आवश्यकता नहीं रहती। यह स्वयंसूचक (Self Indicator) का कार्य करता है।

प्रयोग–1

उद्देष्य – बोतल 'B' में दिए गए विलयन में क्रिस्टलीय फैरस अमोनियम सल्फेट की सान्द्रता ग्राम प्रति लीटर में ज्ञात कीजिये। इसके लिए आपको बोतल 'A' में 6.4245 g प्रति 500 mL सान्द्रता का क्रिस्टलीय फैरस अमोनियम सल्फेट का मानक विलयन दिया गया है। आपको पोटैशियम परमैंग्नेट का माध्यमिक विलयन भी दिया गया है।

(i) आवष्यक सामग्री – अनुमापन सेट, $KMnO_4$ का माध्यमिक विलयन, फैरस अमोनियम सल्फेट का मानक विलयन (बोतल A) तथा अज्ञात विलयन (बोतल B), तनु H_2SO_4।

(ii) सिद्धान्त – तनु H_2SO_4 से अम्लीकृत फैरस अमोनियम सल्फेट का अनुमापन पोटैशियम परमैंग्नेट के विलयन से सामान्य कमरे के ताप पर किया जाता है। अन्तिम बिन्दु पर अनुमापन फ्लास्क में गुलाबी रंग आ जाता है। सम्पन्न होने वाली आयनिक अभिक्रिया निम्नलिखित है –

$$MnO_4^- + 8H^+ + 5Fe^{2+} \rightarrow Mn^{2+} + 5Fe^{3+} + 4H_2O$$

(iii) विधि –

(1) ब्यूरेट को माध्यमिक विलयन ($KMnO_4$) से खंगालकर भर लें।

(2) 20 mL के पिपेट से फैरस अमोनियम सल्फेट का मानक विलयन (बोतल A) फ्लास्क में लें। इसमें लगभग 10 mL तनु H_2SO_4 डालें।

(3) फ्लास्क के विलयन में ब्यूरेट से तब तक $KMnO_4$ विलयन मिलायें जब तक कि हल्का गुलाबी रंग न आ जाए। पाठ्यांक को सारणी में लिखें तथा सुसंगत पाठ्यांक आने तक अनुमापन को दोहराते रहें।

(4) द्वितीय अनुमापन अज्ञात विलयन (बोतल B) तथा माध्यमिक विलयन ($KMnO_4$) के मध्य उपरोक्त प्रथम अनुमापन के समान ही सुसंगत पाठ्यांक आने तक दोहराएं।

(iv) प्रेक्षण सारणी – (अ) फैरस अमोनियम सल्फेट के मानक विलयन तथा पोटैशियम परमैंग्नेट के माध्यमिक विलयन के मध्य अनुमापन –

क्र. सं.	पिपेट द्वारा लिए गए फैरस अमोनियम सल्फेट विलयन का आयतन (mL)	ब्यूरेट का पाठ्यांक		प्रयुक्त $KMnO_4$ का आयतन (B - A) (mL)	$KMnO_4$ का सुसंगत आयतन (mL)
		प्रारंभिक (A)	अंतिम (B)		
1.	20	0.0	19.5	19.5	
2.	20	0.0	19.4	19.4	19.4
3.	20	0.0	19.4	19.4	

(ब) अज्ञात फैरस अमोनियम सल्फेट विलयन तथा माध्यमिक (पोटेशियम परमैंग्नेट) के मध्य अनुमापन –

क्र. सं.	पिपेट द्वारा लिए गए फैरस अमोनियम सल्फेट विलयन का आयतन (mL)	ब्यूरेट का पाठ्यांक		प्रयुक्त $KMnO_4$ का आयतन (B - A) (mL)	$KMnO_4$ का सुसंगत आयतन (mL)
		प्रारंभिक (A)	अंतिम (B)		
1.	20	0.0	19.9	19.9	
2.	20	0.0	18.8	18.8	18.8
3.	20	0.0	18.8	18.8	

(v) गणना – (अ) फैरस अमोनियम सल्फेट (FAS) के मानक विलयन की नॉर्मलता –

$$\text{नॉर्मलता} = \frac{\text{सान्द्रता } gL^{-1}}{\text{तुल्यांकी भार}}$$

FAS की सान्द्रता = 6.4245 g/500 mL या
2 x 6.4245 g/L
FAS का तुल्यांकी भार = 392

अतः FAS के मानक विलयन की नॉर्मलता $= \frac{2 \times 6.4245}{392} N$

(ब) मानक FAS विलयन तथा माध्यमिक विलयन के मध्य अनुमापन –

सूत्र – $N_1V_1 = N_2V_2$

जहां N_1 = मानक FAS विलयन की नॉर्मलता $= \frac{2 \times 6.4245}{392} N$

V_1 = मानक FAS विलयन का प्रयुक्त आयतन = 20 mL
N_2 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन की नॉर्मलता = ?
V_2 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन का प्रयुक्त आयतन = 19.4 mL

$$N_2 = \frac{N_1V_1}{V_2} = \frac{2 \times 6.4245}{392.16} \times \frac{20}{19.4} N$$

(स) अज्ञात FAS विलयन तथा माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन के मध्य अनुमापन –

सूत्र – $N_3V_3 = N_4V_4$
जहां N_3= अज्ञात FAS विलयन की नॉर्मलता = ?
V_3 = अज्ञात FAS विलयन का प्रयुक्त आयतन = 20 mL
N_4 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन की नॉर्मलता = N_2
V_4 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन का प्रयुक्त आयतन = 18.8 mL

$$N_3 = \frac{N_4V_4}{V_3} = \frac{2.64245}{392.16} \times \frac{20}{19.4} \times \frac{18.8}{20} N$$

$$= \frac{2.64245}{392.16} \times \frac{18.8}{19.4} N$$

(द) अज्ञात FAS विलयन की सान्द्रता –
सूत्र – सान्द्रता (g/L) = नॉर्मलता x तुल्यांकी भार
यहां, अज्ञात FAS विलयन की नॉर्मलता = N_3
FAS का तुल्यांकी भार = 392.16

अतः अज्ञात FAS विलयन की सान्द्रता =

$$\frac{2 \times 6.4245}{392.16} \times \frac{18.8}{19.4} \times 392.16 = \frac{2 \times 6.4245 \times 18.8}{19.4} N$$

$$= 12.4516 \text{ g/L}$$

(vi) परिणाम – बोतल 'B' में दिए गए अज्ञात फैरस अमोनियम सल्फेट की सान्द्रता 12.4516 g/L है।

प्रयोग–2

उद्देष्य – बोतल 'B' में दिए गए विलयन में क्रिस्टलीय फैरस अमोनियम सल्फेट की सान्द्रता g/500 mL में ज्ञात कीजिये। इसके लिए आपको बोतल 'A' में 0.033 N नॉर्मलता का क्रिस्टलीय फैरस अमोनियम सल्फेट का मानक विलयन दिया गया है। आपको पोटैशियम परमैंगनेट का माध्यमिक विलयन भी दिया गया है जो 1.06 g/L घोलकर बनाया गया है।

(i) आवष्यक सामग्री – अनुमापन सेट, $KMnO_4$ का माध्यमिक विलयन, फैरस अमोनियम सल्फेट का मानक विलयन (बोतल A) तथा अज्ञात विलयन (बोतल B), तनु H_2SO_4।

(ii) सिद्धान्त – तनु H_2SO_4 से अम्लीकृत फैरस अमोनियम सल्फेट का अनुमापन पोटैशियम परमैंग्नेट के विलयन से कक्ष के ताप पर किया जाता है। अन्तिम बिन्दु पर अनुमापन फ्लास्क में गुलाबी रंग आ जाता है। सम्पन्न होने वाली आयनिक अभिक्रिया निम्नलिखित है –

$$MnO_4^- + 8H^+ + 5Fe^{2+} \rightarrow Mn^{2+} + 5Fe^{3+} + 4H_2O$$

(iii) विधि –
(1) ब्यूरेट को माध्यमिक विलयन ($KMnO_4$) से खंगालकर भर लें।
(2) 20 mL के पिपेट से फैरस अमोनियम सल्फेट का मानक विलयन (बोतल A) फ्लास्क में लें। इसमें लगभग 10 mL तनु H_2SO_4 डालें।
(3) फ्लास्क के विलयन में ब्यूरेट से तब तक $KMnO_4$ विलयन मिलायें जब तक कि हल्का गुलाबी रंग न आ जाए। पाठ्यांक को सारणी में लिखें तथा सुसंगत पाठ्यांक आने तक अनुमापन को दोहराते रहें।
(4) द्वितीय अनुमापन अज्ञात विलयन (बोतल B) तथा माध्यमिक विलयन ($KMnO_4$) के मध्य उपरोक्त प्रथम अनुमापन के समान ही सुसंगत पाठ्यांक आने तक दोहराएं।

(iv) प्रेक्षण सारणी – (अ) मानक विलयन तथा माध्यमिक विलयन के मध्य अनुमापन –

क्र. सं.	मानक FAS विलयन का प्रयुक्त आयतन (mL)	ब्यूरेट का पाठ्यांक		माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन का प्रयुक्त आयतन (mL)	$KMnO_4$ का सुसंगत आयतन (mL)
		प्रारंभिक (A)	अंतिम (B)		
1.	20	0.0	19.9	19.9	
2.	20	0.0	19.7	19.7	19.7
3.	20	0.0	19.7	19.7	

(ब) अज्ञात फैरस अमोनियम सल्फेट विलयन तथा माध्यमिक (पोटैशियम परमैंग्नेट) के मध्य अनुमापन –

क्र. सं.	अज्ञात FAS विलयन का प्रयुक्त आयतन (mL)	ब्यूरेट का पाठ्यांक		माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन का प्रयुक्त आयतन (mL)	$KMnO_4$ का सुसंगत आयतन (mL)
		प्रारंभिक (A)	अंतिम (B)		
1.	20	0.0	19.1	19.1	
2.	20	0.0	18.8	18.8	18.8
3.	20	0.0	18.8	18.8	

(v) गणना – (अ) मानक FAS विलयन तथा माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन के मध्य अनुमापन –
सूत्र – $N_1V_1 = N_2V_2$ जहां,
N_1= मानक FAS विलयन की नॉर्मलता = 0.033 N
V_1 = मानक FAS विलयन का आयतन = 20 mL
N_2 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन की नॉर्मलता = ?
V_2 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन का प्रयुक्त आयतन = 19.7 mL

$$N_2 = \frac{N_1V_1}{V_2} = \frac{0.033 \times 20}{19.7} N$$

(ब) अज्ञात FAS विलयन तथा माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन के

मध्य अनुमापन –

सूत्र – $N_3V_3 = N_4V_4$ जहां,

N_3= अज्ञात FAS विलयन की नॉर्मलता = ?

V_3 = अज्ञात FAS विलयन का प्रयुक्त आयतन = 20 mL

N_4 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन की नॉर्मलता = N_2

V_4 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन का प्रयुक्त आयतन = 18.8 mL

$$N_3 = \frac{N_4V_4}{V_3} = \frac{0.033 \times 20}{19.7} \times \frac{18.8}{20} N = \frac{0.033 \times 18.8}{19.7} N$$

(स) अज्ञात FAS विलयन की सान्द्रता –

सूत्र – सान्द्रता (g/L) = नॉर्मलता x तुल्यांकी भार

$$\frac{0.033 \times 18.8}{19.7} \times 392 = 12.3500 \text{ g/L}$$

(द) अज्ञात FAS विलयन की सान्द्रता g/500 mL में –

$$= \frac{\text{सान्द्रता g/L}}{2}$$

$$= \frac{12.3500}{2} = 6.1750 \text{ g/500 mL}$$

(vi) परिणाम – बोतल 'B' में दिए गए अज्ञात फैरस अमोनियम सल्फेट विलयन की सान्द्रता 6.1750 g/500 mL है।

प्रयोग–3

उद्देष्य – हरा कसीस के एक नमूने में क्रिस्टलीय फैरस सल्फेट की प्रतिशतता ज्ञात कीजिये जिसका विलयन बोतल B में 12.0 g/L नमूने को घोलकर बनाया गया है। इसके लिए आपको बोतल A में 6.3245 g/500 mL सान्द्रता का क्रिस्टलीय फैरस अमोनियम सल्फेट का मानक विलयन दिया गया है। आपको $KMnO_4$ का माध्यमिक विलयन भी दिया गया है जो लगभग N/30 सान्द्रता का है।

(i) आवष्यक सामग्री – अनुमापन सेट, तनु H_2SO_4, $KMnO_4$ का माध्यमिक विलयन, फैरस अमोनियम सल्फेट का मानक विलयन (बोतल A) तथा अज्ञात विलयन (बोतल B)।

(ii) सिद्धान्त – तनु H_2SO_4 से अम्लीकृत फैरस अमोनियम सल्फेट का अनुमापन पोटैशियम परमैंग्नेट के विलयन से कक्ष के ताप पर किया जाता है। अन्तिम बिन्दु पर अनुमापन फ्लास्क में गुलाबी रंग आ जाता है। सम्पन्न होने वाली आयनिक अभिक्रिया निम्नलिखित है –

$$MnO_4^- + 8H^+ + 5Fe^{2+} \rightarrow Mn^{2+} + 5Fe^{3+} + 4H_2O$$

(iii) विधि –

(1) ब्यूरेट को माध्यमिक विलयन ($KMnO_4$) से खंगालकर भर लें।

(2) 20 mL के पिपेट से फैरस अमोनियम सल्फेट का मानक विलयन (बोतल A) फ्लास्क में लें। इसमें लगभग 10 mL तनु H_2SO_4 डालें।

(3) फ्लास्क के विलयन में ब्यूरेट से तब तक $KMnO_4$ विलयन मिलायें जब तक कि हल्का गुलाबी रंग न आ जाए। पाठ्यांक को सारणी में लिखें तथा सुसंगत पाठ्यांक आने तक अनुमापन को दोहराते रहें।

(4) द्वितीय अनुमापन अज्ञात विलयन (बोतल B) तथा माध्यमिक विलयन ($KMnO_4$) के मध्य उपरोक्त प्रथम अनुमापन के समान ही सुसंगत पाठ्यांक आने तक दोहराएं।

(iv) प्रेक्षण सारणी – (अ) मानक विलयन तथा माध्यमिक विलयन के मध्य अनुमापन –

क्र. सं.	मानक FAS विलयन का प्रयुक्त आयतन (mL)	ब्यूरेट का पाठ्यांक		माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन का प्रयुक्त आयतन (mL)	$KMnO_4$ का सुसंगत आयतन (mL)
		प्रारंभिक (A)	अंतिम (B)		
1.	20	0.0	20.0	20.0	
2.	20	0.0	19.5	19.5	19.5
3.	20	0.0	19.5	19.5	

(ब) अज्ञात फैरस अमोनियम सल्फेट विलयन तथा माध्यमिक विलयन के मध्य अनुमापन –

क्र. सं.	अज्ञात फैरस सल्फेट FS विलयन का प्रयुक्त आयतन (mL)	ब्यूरेट का पाठ्यांक		माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन का प्रयुक्त आयतन (mL)	$KMnO_4$ का सुसंगत आयतन (mL)
		प्रारंभिक (A)	अंतिम (B)		
1.	20	0.0	19.0	19.0	
2.	20	0.0	18.5	18.5	18.5
3.	20	0.0	18.5	18.5	

(v) गणना – (अ) मानक FAS विलयन तथा माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन के मध्य अनुमापन –

सूत्र – $N_1V_1 = N_2V_2$ जहां,

N_1= मानक FAS विलयन की नॉर्मलता = $\frac{2 \times 6.3245}{392}$

V_1 = मानक FAS विलयन का आयतन = 20 mL

N_2 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन की नॉर्मलता = ?

V_2 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन का प्रयुक्त आयतन = 19.5 mL

$$N_2 = \frac{N_1V_1}{V_2} = \frac{2 \times 6.3245}{392} \times \frac{20}{19.5} N$$

(ब) अज्ञात फैरस सल्फेट (FS) विलयन तथा माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन के मध्य अनुमापन –

सूत्र – $N_3V_3 = N_4V_4$ जहां,

N_3= अज्ञात FS विलयन की नॉर्मलता = ?

V_3 = अज्ञात FS विलयन का प्रयुक्त आयतन = 20 mL

N_4 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन की नॉर्मलता = N_2

V_4 = माध्यमिक $KMnO_4$ विलयन का प्रयुक्त आयतन = 18.5 mL

$$N_3 = \frac{N_4V_4}{V_3} = \frac{2 \times 6.3245}{392} \times \frac{20}{19.5} \times \frac{18.5}{20} N$$

$$= \frac{2 \times 6.3245}{392} \times \frac{18.5}{19.5} N$$

(स) फैरस सल्फेट की सान्द्रता –

सूत्र – सान्द्रता (g/L) = नॉर्मलता x तुल्यांकी भार

$$= \frac{2 \times 6.3245}{392} \times \frac{18.5}{19.5} \times 278 = 8.5069 \text{ g/L}$$

(द) हरा कसीस के नमूने में क्रिस्टलीय फैरस सल्फेट की प्रतिशतता–

$$\text{FS की प्रतिशतता} = \frac{\text{FS की सान्द्रता g/L}}{\text{हरा कसीस नमूने की मात्रा}} \times 100$$

$$= \frac{8.5069}{12} \times 100 = 70.89\%$$

(vi) परिणाम – बोतल 'B' में दिए गए हरा कसीस नमूने के विलयन में क्रिस्टलीय फैरस सल्फेट 70.89% प्रतिशत है।

अध्याय–18
कार्बनिक यौगिक में क्रियात्मक समूह की पहचान
DETECTION OF FUNCTIONAL GROUP IN ORGANIC COMPOUND

प्रमुख क्रियात्मक समूह हैं – कार्बोक्सिलिक, ऐल्कोहॉलिक, फीनॉलिक, ऐल्डिहाइड, कीटोन, एमीनो, असंतृप्तता आदि। दिए गए कार्बोनिक यौगिक में उपस्थित क्रियात्मक समूह की पहचान करने के लिए प्रारम्भिक परीक्षण, यौगिक की प्रकृति और यौगिक में उपस्थित तत्त्वों की जानकारी की जाती है। इस आधार पर संभावित समूह का अनुमान लगाया जाता है।

प्रारम्भिक परीक्षण – ये परीक्षण हैं : (1) भौतिक अवस्था (2) रंग (3) गन्ध (4) विलेयता और (5) ज्वलन परीक्षण।

(1) भौतिक अवस्था – दिए गए यौगिक की भौतिक अवस्था देखकर निम्नानुसार समूह का अनुमान लगाया जाता है :

ठोस : कार्बोक्सिलिक, ऐमीनो तथा फीनॉल।

द्रव : ऐल्कोहॉलिक, ऐल्डिहाइड, कीटोन, ऐमीन, कार्बोक्सिलिक, फीनॉलिक तथा असंतृप्तता।

(2) रंग – कार्बनिक यौगिक का रंग उसकी संरचना, क्रियात्मक समूह तथा उपस्थित तत्त्वों पर निर्भर करता है। ये यौगिक, जिनमें केवल कार्बन, हाइड्रोजन एवं ऑक्सीजन होते हैं प्रायः रंगहीन होते हैं। क्रोमोफोरिक समूह वाले यौगिक प्रायः रंगीन होते हैं। कुछ कार्बनिक यौगिक अशुद्धियों के कारण भी रंगीन हो जाते हैं। जैसे फीनॉल, ऐमीन, ऐनिलीन, क्रीसॉल आदि हवा में पड़े रहने पर रंगीन हो जाते हैं।

(3) गन्ध – विशिष्ट गन्ध के कारण यौगिक और समूह की पहचान का अनुमान लगाया जाता है –

गन्ध	**यौगिक**
कार्बोलिक	फीनॉल
तीखी	फॉर्मिक एवं ऐसीटिक अम्ल
कड़वे बादाम जैसी	बेन्जैल्डिहाइड
मछली जैसी	ऐरोमैटिक एमीन
मदिरा जैसी	ऐल्कोहॉल
चूहे जैसी	ऐसिटैमाइड

(4) विलेयता – कार्बनिक यौगिक में उपस्थित क्रियात्मक समूह की पहचान यौगिक की विलेयता के आधार पर निम्नानुसार की जाती है –

जल तथा ईथर में विलेय : ऐल्कोहॉल, ऐल्डिहाइड, कीटोन, फीनॉल, कार्बोक्सिलिक अम्ल, ऐमीन।

जल में विलेय परन्तु ईथर में अविलेय : कार्बोहाइड्रेट ऐमीन।

5% सोडियम बाइकार्बोनेट विलयन में विलेय : कार्बोक्सिलिक अम्ल।

5% सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में विलेय : कार्बोक्सिलिक अम्ल, फीनॉल।

5% हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में विलेय : ऐमीन।

(5) ज्वलन परीक्षण – सामान्यतः निकल या कॉपर की पन्नी पर थोड़ा सा कार्बनिक यौगिक लेकर गर्म करते हैं परन्तु कॉपर की पन्नी को पहले इतना गर्म करते हैं कि वह हरे रंग की ज्वाला देना बन्द कर दे, फिर उस पर यौगिक लेकर गर्म करते हैं।

अगर धुंए रहित ज्वाला है तो कार्बन के कम प्रतिशत वाला, धुएं सहित चमकदार ज्वाला है तो यौगिक में कार्बन का प्रतिशत अधिक और काली धुएं वाली ज्वाला है तो ऐरोमैटिक यौगिक है।

हरी ज्वाला होने पर यूरिया हो सकता है। यौगिक को जलाने पर अमोनिया गैस की गन्ध आती है तो एमाइड हो सकता है।

तत्त्वों की पहचान – यहां दिए गए कार्बनिक यौगिक में कार्बन, हाइड्रोजन, ऑक्सीजन तथा नाइट्रोजन की उपस्थिति ज्ञात

करने के बारे में चर्चा की गई है। अन्य तत्त्वों की चर्चा इसलिए नहीं की गई है क्योंकि वे पाठ्यक्रम में शामिल नहीं किए गए हैं।

कार्बन, हाइड्रोजन व ऑक्सीजन के लिए परीक्षण करना यद्यपि आवश्यक नहीं है पर आपकी जानकारी के लिए यहां दिया गया है। इस परीक्षण का सिद्धान्त यह है कि कार्बनिक यौगिक में उपस्थित कार्बन से कार्बनडाइ ऑक्साइड तथा हाइड्रोजन से जल बनता है जिनकी पहचान आसानी से की जा सकती है। ऑक्सीजन के लिए परीक्षण यहां देना अनुपयुक्त है।

लगभग एक g कार्बनिक यौगिक को थोड़े शुष्क क्यूप्रिक ऑक्साइड के साथ कठोर कांच की नली में गर्म करते हैं। जिससे CO_2 तथा H_2O बनते हैं। जल परखनली के मुंह के पास नन्ही बूंदों के रूप में दिखाई देता है। जल से हाइड्रोजन की उपस्थिति निश्चित होती है।

$$2\,CuO + H_2 \rightarrow Cu + H_2O$$

उक्त परखनली से निकलने वाली गैस को चूने के पानी में से गुजारते हैं तो वह दूधिया हो जाता है जो कार्बन की उपस्थिति दर्शाता है।

$$2\,CuO + C \rightarrow 2\,Cu + CO_2$$

$$Ca(OH)_2 + CO_2 \rightarrow CaCO_3 + H_2O$$

नाइट्रोजन का परीक्षण – कार्बनिक यौगिक में नाइट्रोजन की उपस्थिति लैसें परीक्षण (Lassaigne's Test) से की जाती है। इसका कारण यह है कि कार्बनिक यौगिक सह–संयोजी होते हैं जो विलयन में आयनित नहीं होते हैं, जबकि हम आयनों का ही परीक्षण कर सकते हैं।

लैसें परीक्षण में यौगिक में उपस्थित नाइट्रोजन आदि तत्त्वों को आयनित होने वाले यौगिकों में बदला जाता है ताकि वांछित परीक्षण किए जा सकें। इसके लिए यौगिक का सोडियम धातु के साथ संगलन (Fusion) करते हैं।

लैसें विलयन : ज्वार के एक दाने जितना सोडियम का टुकड़ा फिल्टर पत्र में दबाकर शुष्क करें। इस टुकड़े को शुष्क ज्वलन नली (Ignition Tube) में तब तक गर्म करें कि वह चमकते हुए दाने का रूप ग्रहण कर ले। ठण्डा करके अब इसमें 8–10 mg या 5–7 बूंदें कार्बनिक यौगिक डालकर ज्वलन नली को थोड़ी देर रक्त तप्त होने तक गर्म करें। अब इसे एक बीकर अथवा कठोर कांच की परखनली जिसमें लगभग 10 mL आसुत जल हो, डालकर उबालें। ठण्डा करके छान लें। यह छनित **लैसें विलयन** कहलाता है।

इस विलयन में उपस्थित नाइट्रोजन अब सोडियम साइनाइड बन जाता है। जिसका आयनन Na^+ व CN^- में हो जाता है।

$$Na + C + N \rightarrow NaCN$$

नाइट्रोजन का परीक्षण

प्रयोग	प्रेक्षण	निष्कर्ष
(1) एक mL लैसें विलयन+1 बूंद NaOH विलयन (कभी–कभी नहीं डालते हैं) + एक mL ताजा बनाया हुआ $FeSO_4$ का संतृप्त विलयन।	हरा अवक्षेप / विलयन	नाइट्रोजन उपस्थित हो सकता है।
अवक्षेप / विलयन को उबालकर सान्द्र H_2SO_4/सान्द्र HCl मिलाऐं।	नीला या हरा विलयन	नाइट्रोजन निश्चित
(2) उपर्युक्त (1) का नीला या हरा अवक्षेप / विलयन + $FeCl_3$ विलयन	प्रशियन नीला / हरा अवक्षेप	नाइट्रोजन निश्चित

अभिक्रियाएं –

$$2NaOH + FeSO_4 \rightarrow Fe(OH)_2 \downarrow + Na_2SO_4$$

$$6NaCN + Fe(OH)_2 \rightarrow Na_4[Fe(CN)_6] + 2NaOH$$

$$Na_4[Fe(CN)_6] + FeCl_3 \rightarrow Fe_4[Fe(CN)_6]_3 + 12NaCl$$

नाइट्रोजन के लिए मिडलटन परीक्षण – मिडलटन परीक्षण विशेष परिस्थितियों में किया जाता है। इस परीक्षण में पदार्थ को जिंक सायनाइड में परिवर्तित करते हैं। लैसें विलयन बनाना कई बार कठिन हो जाता है क्योंकि कई वाष्पशील यौगिक परीक्षण करते समय ज्वलन नली के मुंह पर जलने लगते हैं। कई बार सोडियम का टुकड़ा तीव्रता से जलता हुआ ज्वलन नली से बाहर आ जाता है। तब मिडलटन परीक्षण आसान हो जाता है।

एक शुष्क ज्वलन नली में थोड़ा सा कार्बनिक यौगिक तथा इससे लगभग दो गुना निर्जल सोडियम कार्बोनेट और लगभग पांच गुना जिंक पाउडर लेकर पहले धीरे–धीरे तथा बाद में तेज रक्त तप्त होने तक गर्म करते हैं जिससे जिंक साइनाइड बन जाता है।

रक्त तप्त ज्वलन नली को 10 mL आसुत जल युक्त बीकर या क्वथन नली में डालकर उबालते हैं। ठण्डा करके छान लेते हैं और छनित में ताजा बना फैरस सल्फेट विलयन मिलाते हैं। इस अवक्षेप युक्त विलयन को उबालकर ठण्डा करते हैं। इसमें कुछ बूंदें सान्द्र H_2SO_4 की डालने पर विलयन हरा या नीला हो जाने पर नाइट्रोजन की उपस्थिति दर्शाता है।

कार्बनिक यौगिकों की प्रकृति (Nature of Organic Compounds) – किसी कार्बनिक यौगिक में उपस्थित क्रियात्मक समूह की पहचान करने से पूर्व प्रारम्भिक परीक्षण, तत्त्वों की उपस्थिति के साथ उसकी प्रकृति की जानकारी लेना लाभप्रद होता है। निम्नलिखित परीक्षणों द्वारा यह पता लगाया जाता है कि यौगिक अम्लीय, क्षारकीय,

फीनॉलिक या उदासीन है।

(1) अम्लीय प्रकृति के लिए –

(क) एक परखनली में थोड़ी मात्रा या 2–3 बूंद (द्रव होने पर) यौगिक लेकर 1 mL आसुत जल मिलाकर हिलाएं और देखें कि यह विलेय, अल्प विलेय या अविलेय है। विलेय होने पर यदि नीला लिटमस पत्र लाल कर देता है तो यह यौगिक अम्लीय या फीनॉल हो सकता है।

(ख) यौगिक की उपर्युक्त मात्रा में सोडियम बाइकार्बोनेट विलयन मिलाने पर बुदबुदाहट (Effervescence) होती है। छानकर छनित में तनु HCl मिलाकर अम्लीय करें। कोई अवक्षेप नहीं आने पर यह एलिफैटिक अम्ल यथा सक्सिनिक अम्ल या ऑक्सेलिक अम्ल हो सकता है। अवक्षेप आने पर यह एरोमैटिक अम्ल जैसे बेन्जोइक अम्ल, सिनेमिक अम्ल या थैलिक अम्ल हो सकता है।

(2) क्षारकीय प्रकृति के लिए – दिए गए यौगिक की थोड़ी सी मात्रा में 10 प्रतिशत तनु HCl विलयन मिलाने पर विलेय हो जाता है। अब NaOH विलयन बूंद–बूंद करके डालें ताकि विलयन क्षारकीय हो जाए। अवक्षेप या तेल जैसी सतह बनती है। यौगिक क्षारकीय प्रकृति का हो सकता है। जैसे ऐरोमैटिक ऐमीन यथा ऐनिलीन, टॉलूडीन, नैफ्थैल ऐमीन आदि।

(3) फीनॉलिक प्रकृति के लिए – ये यौगिक नीले लिटमस पत्र को लाल कर देते हैं परन्तु सोडियम बाइकार्बोनेट विलयन के साथ बुदबुदाहट नहीं देते हैं। यौगिक की उपर्युक्त मात्रा में NaOH विलयन मिलाकर हिलाएं। यदि यौगिक विलेय हो जाता है या थोड़ा विलेय होता है या तेल जैसी सतह बनती है और तनु HCl से पुनः अवक्षेपित हो जाता है तो यह फीनॉल है। जैसे α–नैफ्थॉल, β–नैफ्थॉल, क्रीसॉल आदि।

(4) उदासीन प्रकृति के लिए – यदि दिया गया यौगिक उपर्युक्त तीन परीक्षण नहीं देता है तो यह उदासीन प्रकृति का हो सकता है। जो हाइड्रोकार्बन, ऐल्कोहॉल, ऐल्डिहाइड, कीटोन, ईथर आदि में से एक है।

क्रियात्मक समूह का परीक्षण – आपको निम्नांकित दो श्रेणियों के यौगिकों में से एक यौगिक में उपस्थित क्रियात्मक समूह की पहचान करना है। विशिष्ट समूह की पहचान करने से पूर्व आपको इस अध्याय में पहले दिए गए परीक्षण करके परिणाम नोट करने हैं जिससे सही क्रियात्मक समूह की पहचान करने में सहायता मिलेगी। ये श्रेणियां हैं –

प्रथम श्रेणी – कार्बन, हाइड्रोजन एवं ऑक्सीजन युक्त यौगिकः कार्बोक्सिलिक अम्ल (कार्बोक्सिलिक समूह), फीनॉल या ऐल्कोहॉल (हाइड्रॉक्सिल समूह), ऐल्डिहाइड या कीटोन।

द्वितीय श्रेणी – कार्बन, हाइड्रोजन एवं नाइट्रोजन युक्त यौगिकः ऐमाइड, ऐमीन।

1. ऐमीडो समूह $\left(-\underset{\underset{O}{\|}}{C}-NH_2\right)$ – यूरिया में ऐमीडो समूह उपस्थित होता है।

$$NH_2-\underset{\underset{O}{\|}}{C}-NH_2$$

यूरिया

(1) सोडियम हाइड्रॉक्साइड (NaOH) के साथ परीक्षण – पदार्थ की अल्प मात्रा को NaOH विलयन के साथ गर्म किया जाता है। अमोनिया की गन्ध ऐमीडो समूह की उपस्थिति दर्शाती है।

$$RCONH_2 + NaOH \rightarrow RCOONa + NH_3\uparrow$$

(2) सोडियम नाइट्राइट ($NaNO_2$) के साथ परीक्षण – पदार्थ की अल्प मात्रा में तनु HCl के 2 mL तथा $NaNO_2$ विलयन के 2 mL डालकर हिलाते हैं। तेजी से नाइट्रोजन गैस निकलती है तो ऐमीडो समूह उपस्थित होता है।

$$RCONH_2 + HNO_2 \xrightarrow{NaNO_2/HCl} RCOOH + N_2\uparrow + H_2O$$

2. ऐल्डिहाइड (-CHO) समूह – ऐल्डिहाइडों में कार्बोनिल समूह $(>C=O)$ पाया जाता है। फॉर्मेल्डिहाइड को छोड़कर शेष सभी ऐल्डिहाइडों में कार्बोनिल समूह हाइड्रोजन और ऐलिफैटिक या ऐरोमैटिक समूह से जुड़ा होता है।

$H-\underset{\underset{H}{\|}}{C}=O$	$CH_3-\underset{\underset{H}{\|}}{C}=O$	$C_6H_5-\underset{\underset{H}{\|}}{C}=O$
फॉर्मेल्डिहाइड	ऐसीटेल्डिहाइड	बेन्जैल्डिहाइड

(1) शिफ़ अभिकर्मक परीक्षण – परखनली में यौगिक की 5–6 बूंद या थोड़ा सा यौगिक लेकर शिफ अभिकर्मक के 1–2 mL मिलाइये। अच्छी तरह हिलाकर 2 मिनट तक पड़ा रहने दें। गर्म न करें। गुलाबी रंग आने पर ऐल्डिहाइड समूह उपस्थित।

यदि बेन्जऐल्डिहाइड दिया गया है तो गुलाबी रंग धीरे–धीरे आएगा। जबकि डाइमेथिल कीटोन भी इस परीक्षण में गुलाबी रंग देता है।

शिफ अभिकर्मक क्षारक विलयन के सम्पर्क में आने पर ऐल्डिहाइड की अनुपस्थिति में भी गुलाबी रंग देता है।

(2) टॉलेन अभिकर्मक परीक्षण – परखनली में 2 mL अभिकर्मक (अमोनियम हाइड्रॉक्साइड युक्त $AgNO_3$ विलयन) में दिए गए यौगिक की 4–5 बूंदें या थोड़ा सा यौगिक मिलाएं। हिलाकर गर्म

करें। काला अवक्षेप या रजत दर्पण आता है। एल्डिहाइड समूह उपस्थित है।

$$2\,Ag(NH_3)_2^+ + RCHO + 3\,OH^- \rightarrow$$
$$RCOO^- + 2\,Ag\downarrow + 4\,NH_3 + 2\,H_2O$$

(3) फेहलिंग विलयन परीक्षण – 2 mL फेहलिंग विलयन A और B अथवा बेनेडिक्ट विलयन में 0.5 g या 0.5 mL यौगिक मिलाकर 2–3 मिनट तक उबालें। धीरे–धीरे नीले रंग के स्थान पर लाल अवक्षेप आ जाता है जो ऐल्डिहाइड की उपस्थिति दर्शाता है।

बेन्जैल्डिहाइड और सैलिसिल ऐल्डिहाइड उक्त परीक्षण नहीं देते हैं। परन्तु फॉर्मिक अम्ल यह परीक्षण देता है।

$$\underset{\text{एल्डिहाइड}}{R-CHO} + \underbrace{2Cu^{2+} + 5OH^-}_{\text{फेहलिंग विलयन}} \longrightarrow \underset{\text{लाल अवक्षेप}}{Cu_2O\downarrow} + RCOO^- + 3H_2O$$

3. ऐल्कोहॉलिक (-OH) समूह – वे यौगिक जिनमें हाइड्रॉक्सिल समूह (-OH) ऐलिफेटिक कार्बन परमाणु श्रृंखला या कार्बन श्रृंखला के पार्श्व में जुड़ा है, ऐल्कोहॉल कहलाते हैं।

CH_3-OH मेथिल ऐल्कोहॉल

CH_3-CH_2-OH एथिल ऐल्कोहॉल

आइसोप्रोपिल ऐल्कोहॉल तृतीयक ब्यूटिल ऐल्कोहॉल

ऐल्कोहॉल लिटमस के प्रति उदासीन होते हैं।

(1) सोडियम धातु द्वारा परीक्षण – शुष्क परखनली में 1 mL दिया गया यौगिक लेकर लगभग एक g निर्जल कैल्सियम सल्फेट मिलाकर अच्छी तरह हिलाएं ताकि कुछ जल की मात्रा होने पर अवशोषित हो जाए। इसे छान कर निथार लें। अब छनित में शुष्क सोडियम का छोटा टुकड़ा डालें। H_2 निकलने के कारण बुदबुदाहट होती है तो एल्कोहॉलिक समूह की उपस्थिति दर्शाती है।

$$2\,R-OH + 2\,Na \rightarrow 2\,R-ONa + H_2\uparrow$$

(2) एस्टर परीक्षण – ऐल्कोहॉल कार्बोक्सिलिक अम्ल के साथ क्रिया करके मधुर गंध वाले एस्टर बनाते हैं। इस क्रिया को एस्टरीकरण कहते हैं। यह क्रिया सान्द्र H_2SO_4 की उपस्थिति में होती है।

स्वच्छ व शुष्क परख नली में एक mL दिया गया यौगिक लेकर 1 mL ग्लेशियल ऐसीटिक अम्ल और 2–3 बूंदें सान्द्र H_2SO_4 मिलाएं और लगभग 10 मिनट तक जल ऊष्मक पर गर्म करें। लगभग 20 mL जल एक बीकर में लेकर परख नली का मिश्रण इसमें उंडेल दें। सूंघने पर फलों जैसी मधुर गंध ऐल्कोहॉलिक समूह की उपस्थिति दर्शाती है।

$$\underset{\text{मेथिल ऐल्कोहॉल}}{CH_3-OH} + \underset{\text{ऐसीटिक अम्ल}}{CH_3COOH} \xrightarrow{H^+} \underset{\text{मेथिल ऐसीटेट}}{CH_3COOCH_3} + H_2O$$

(3) सेरिक अमोनियम नाइट्रेट परीक्षण – स्वच्छ व शुष्क परखनली में एक mL यौगिक लेकर 2–3 बूंदें सेरिक अमोनियम नाइट्रेट अभिकर्मक की मिलाकर हिलाएं। गुलाबी या लाल रंग ऐल्कोहॉलिक समूह की उपस्थिति दर्शाता है।

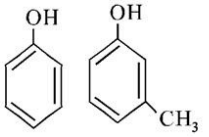
$$2CH_3-OH + (NH_4)_2Ce(NO_3)_6 \rightarrow (CH_3OH)_2Ce(NO_3)_4 + 2NH_4NO_3$$

(4) ऐसीटिल क्लोराइड परीक्षण – ऐल्कोहॉल ऐसीटिल क्लोराइड के साथ क्रिया करके एस्टर तथा हाइड्रोजन क्लोराइड गैस बनाता है। यह HCl गैस NH_4OH विलयन के साथ क्रिया करके अमोनियम क्लोराइड का श्वेत धुंआ देता है।

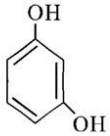
इसके लिए स्वच्छ व शुष्क परखनली में लगभग 2 mL यौगिक लेकर 1 g निर्जल कैल्सियम सल्फेट मिलाकर अच्छी तरह हिलाएं व छान लें। छनित में 2 या 3 बूंदें ऐसीटिल क्लोराइड की मिलाकर हिलाएं। अब अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में डूबी कांच की एक छड़ परख नली के मुंह पर रखें। छड़ पर श्वेत धूम बनते हैं जो ऐल्कोहॉलिक समूह की उपस्थिति दर्शाते हैं।

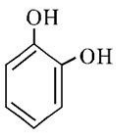
$$R-OH + CH_3COCl \rightarrow CH_3COOR + HCl$$
$$HCl + NH_4OH \rightarrow NH_4Cl + H_2O$$

4. फीनॉलिक (Ar-OH) समूह – जिन यौगिकों में बेन्जीन वलय पर एक या अधिक हाइड्रॉक्सिल समूह जुड़े होते हैं वे फीनॉल कहलाते हैं।



फीनॉल मेटा–क्रीसॉल कैटेकोल रिसोर्सिनॉल





अन्य यौगिक ठोस होते हैं लेकिन फीनॉल सर्दी में ठोस व गर्मी में द्रव अवस्था में पाया जाता है। ये सभी रंगहीन होते हैं किन्तु पड़े रहने पर ऑक्सीकृत हो जाते हैं जिससे रंगीन बन जाते

हैं। फीनॉल जल में कम किन्तु ऐल्कोहॉल में अधिक विलेय होते हैं। ये विशिष्ट गन्ध वाले यौगिक हैं।

(1) लिटमस परीक्षण – नम नीले लिटमस पत्र पर दिए गए यौगिक की एक बूंद या एक क्रिस्टल (ठोस होने पर) रखें। यदि लिटमस पत्र का रंग नीले से लाल हो जाए तो फीनॉलिक समूह उपस्थित हो सकता है।

नोट : यह परीक्षण कार्बोक्सिलिक अम्ल भी देते हैं क्योंकि फीनॉल दुर्बल अम्ल होते हैं इसलिए सोडियम बाइकार्बोनेट विलयन के साथ बुदबुदाहट (CO_2) की क्रिया नहीं देते हैं।

(2) फेरिक क्लोराइड परीक्षण – यौगिक के एक mL ठण्डे जलीय या ऐल्कोहॉलिक विलयन में 2–3 बूंदें उदासीन $FeCl_3$ (थोड़ा $FeCl_3$ विलयन लेकर उसमें तनु NH_4OH विलयन बूंद–बूंद करके हल्का गंदलापन आने तक मिलाते हैं। उबालकर ठण्डा करके छान लेते हैं। छनित उदासीन $FeCl_3$ का विलयन कहलाता है।) का जलीय विलयन मिलाएं। नीला, बैंगनी, लाल या गहरा भूरा रंग फीनॉलिक समूह की उपस्थिति दर्शाता है।

$$FeCl_3 + C_6H_5OH \rightarrow (C_6H_5O)_3Fe\downarrow + 3HCl$$

(3) लीबरमैन परीक्षण (Liberamann's Test) – वे सभी फीनॉल जिनमें पैरा–स्थिति रिक्त होती है, यह परीक्षण देते हैं।

शुष्क परखनली में थोड़ा सा यौगिक (दो या तीन बूंद) लेकर $NaNO_2$ के कुछ कण मिलाकर पहले गर्म करें और फिर ठण्डा करें। एक mL सान्द्र H_2SO_4 मिलाएं। गहरा नीला या काला रंग उत्पन्न होता है जो जल मिलाने पर लाल हो जाता है।

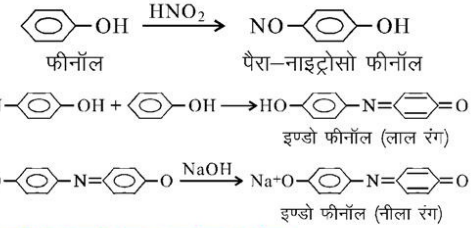
अब तनु NaOH का विलयन आधिक्य में मिलाने पर गहरा हरा या नीला रंग बनता है जो फीनॉल समूह की उपस्थिति दर्शाता है। इस परीक्षण के विस्तृत परिणाम निम्नांकित सारणी में दिए गए हैं –

यौगिक	$NaNO_2$+H_2SO_4 मिलाने पर रंग	जल मिलाने पर रंग	NaOH मिलाने पर रंग
फीनॉल	गहरा नीला या हरा	लाल	गहरा नीला या हरा
ऑर्थो क्रीसॉल	गहरा नीला या हरा	लाल	गहरा नीला या हरा
मेटा क्रीसॉल	गहरा नीला या हरा	भूरा	गन्दला हरा
पैरा क्रीसॉल	लाल या गन्दला भूरा	–	–
α–नैफ्थॉल	गहरा हरा	–	–
β–नैफ्थॉल	भूरा काला	–	–
रिसोर्सिनॉल	गहरा नीला	लाल	भूरा लाल

अभिक्रियाएं –

$$2NaNO_2 + H_2SO_4 \rightarrow 2HNO_2 + Na_2SO_4$$

सोडियम नाइट्राइट — नाइट्रस अम्ल



(4) सेरिक अमोनियम नाइट्रेट परीक्षण – इस अभिकर्मक के साथ फीनॉल हरा या भूरा रंग देते हैं जबकि ऐल्कोहॉल लाल रंग देते हैं। रंग परिवर्तन जटिल उपसहसंयोजी यौगिक के नाइट्रेट समूह के ऐल्कोहॉल या फीनॉल द्वारा प्रतिस्थापन के कारण होता है। जैसे –

$$(NH_4)_2[Ce(NO_3)_6] + 2ROH \rightarrow [Ce(NO_3)_4(ROH)_2] + 2NH_4NO_3$$

(यह परीक्षण ऐरोमैटिक एमीन भी देते हैं इसलिए कभी–कभी कठिनाई उत्पन्न हो सकती है।)

इस परीक्षण के लिए दिए गए यौगिक अथवा इसके जलीय विलयन में 3–4 बूंदें अभिकर्मक की (0.5 mL सेरिक अमोनियम नाइट्रेट + 3 mL जल में) मिलाकर हिलाएं। हरा, भूरा अथवा नीला अवक्षेप फीनॉल की उपस्थिति दर्शाता है।

5. कार्बनिक यौगिक में उपस्थित तत्त्वों का ज्ञान होने पर उसके क्रियात्मक समूह का कुछ अंश तक अनुमान लगाया जा सकता है तथा उसके अनुसार क्रियात्मक समूहों का परीक्षण किया जाता है।

उद्देश्य : दिए गए कार्बनिक यौगिक में उपस्थित क्रियात्मक समूह का परीक्षण करना।

प्रारम्भिक परीक्षण –

(i) भौतिक अवस्था

(ii) रंग

(ii) गंध

(iv) विलेयता

(v) ज्वलन परीक्षण

प्रेक्षण सारणी

क्र.सं.	प्रयोग	प्रेक्षण	निष्कर्ष

परिणाम : दिए गए कार्बनिक यौगिक में ..... क्रियात्मक समूह उपस्थित है।

अध्याय–19
उर्वरकों में अम्लीय एवं क्षारकीय मूलकों का परीक्षण
TEST OF ACIDIC AND BASIC RADICALS IN FERTILIZERS

गुणात्मक विश्लेषण में प्रयुक्त अभिक्रियाएं अधिकतर अकार्बनिक अम्लों, क्षारकों और लवणों की अनेक जलीय विलयनों में पारस्परिक अभिक्रियाएं हैं। कृषि में उपयोग होने वाले उर्वरकों में विभिन्न प्रकार के धनायन (NH_4^+, Cu^{2+}, Ca^{2+}, Mg^{2+} एवं Zn^{2+}) एवं ऋणायन (CO_3^{2-}, NO_3^-, Cl^- एवं CH_3COO^-) पाये जाते हैं, जिनका गुणात्मक विश्लेषण के द्वारा अध्ययन करके हम उपरोक्त धनायनों एवं ऋणायनों अर्थात क्षारकीय एवं अम्लीय मूलकों का पता लगा सकते हैं।

19.1 अम्लीय मूलकों का गुणात्मक विश्लेषण (Qualitative test of Acidic Redicals) –

(1) तनु H_2SO_4 से गुणात्मक परीक्षण (Qualitative test by dilute H_2SO_4)–

प्रयोग	प्रेक्षण	अनुमान
एक परखनली में थोड़ा सा उर्वरक लेकर उसमें तनु H_2SO_4 डालो। यदि कोई अभिक्रिया न हो तो धीरे–धीरे गर्म करो।	1. ठण्डे विलयन में तेजी से झाग का निकलना और रंगहीन व गंधहीन गैस का निकलना। उत्पन्न गैस को चूने के पानी में प्रवाहित करने पर वह दूधिया हो जाता हैं।	कार्बोनेट (CO_3^{2-})
	2. सिरके जैसी गंध आती है। लवण के जलीय विलयन में धीरे–धीरे $FeCl_3$ का उदासीन विलय डालें। विलयन का रंग गहरा लाल हो जाता है।	ऐसीटेट (CH_3COO^-)

निश्चयात्मक परीक्षण और उनकी रासायनिक अभिक्रियायें (Confermative Test and Chemical Reactions)–

1. कार्बोनेट – सभी कार्बोनेट अम्ल की क्रिया से अपघटित होकर कार्बन डाइ आक्साइड देते हैं, जिसको स्वच्छ चूने के पानी में से प्रवाहित करने पर वह (कैल्सियम कार्बोनेट के कारण) दूधिया हो जाता है। गैस को अधिक समय तक प्रवाहित करने से चूने का पानी पुनः रंगहीन हो जाता है, क्योंकि अब $Ca(HCO_3)_2$ (कैल्सियम बाइकार्बोनेट) बन जाता हैं जो जल में विलेय हैं।

$$CaCO_3 + H_2SO_4 \longrightarrow CaSO_4 + H_2O + CO_2$$
$$Ca(OH)_2 + CO_2 \longrightarrow CaCO_3 + H_2O$$
$$CaCO_3 + CO_2 + H_2O \longrightarrow Ca(HCO_3)_2$$

2. ऐसीटेट –

(i) सभी ऐसीटेट अम्लों के साथ क्रिया कर ऐसीटिक अम्ल बनाते हैं, जिसमें सिरके जैसी गंधी होती हैं।

$$2CH_3COONa + H_2SO_4 \longrightarrow Na_2SO_4 + 2CH_3COOH$$

(ii) लवण जलीय विलयन में $FeCl_3$ का उदासीन विलयन मिलाने में (फेरिक ऐसीटेट बनने के कारण) लाल अवक्षेप प्राप्त होता है। इसको उबालने से भास्मिक फेरिक ऐसीटेट बनने के कारण भूरा अवक्षेप प्राप्त होता है।

$$3CH_3COONa + FeCl_3 \longrightarrow (CH_3COO)_3Fe + 3NaCl$$

(iii) अपनी हथेली पर ठोस लवण और ऑक्सेलिक अम्ल 1 : 2 के अनुपात में मिश्रण लो और एक या दो बूंद जल मिलाकर गीला करके रगडों। सिरके जैसी गंधी आती है, जो ऐसीटिक अम्ल के समान है।

(iv) एक परखनली में ठोस पदार्थ लो। इसमें थोड़ा सान्द्र H_2SO_4 और एथिल एल्कोहल मिलाकर गर्म करो। फलों के समान मनमोहक गंध आती है। यह सुहावनी गंध एथिल ऐसीटेट बनने के कारण आती हैं।

$$CH_3COOH + C_2H_5OH \longrightarrow CH_3COOC_2H_5 + H_2O$$

नोट : कार्बोनेट का परीक्षण करते समय ताजा तैयार किया हुआ चूने का पानी प्रयोग में लाना चाहिए। CO_2 गैस एक मुड़ी हुई नली द्वारा प्रवाहित करनी चाहिए।

(2) सान्द्र H_2SO_4 से गुणात्मक परीक्षण (Qualitative Test by concentreated H_2SO_4)–

प्रयोग	प्रेक्षण	अनुमान
1. एक परखनली में थोड़ा सा उर्वरक लेकर उसमें सान्द्र H_2SO_4 डालो और गर्म करो।	1. रंगहीन गैस HCl जैसी तीव्र गंध निकलती हैं।	क्लोराइड (Cl^-) हो सकता है।
2. एक परखनली में थोड़ा सा उर्वरक लेकर उसमें MnO_2 और सान्द्र H_2SO_4 डालो और गर्म करो।	2. हल्के पीले–हरे रंग की गैस निकलती हैं।	क्लोराइड़ (Cl^-) हो सकता है।
3. परखनली में थोड़ा सा उर्वरक लेकर उसमें सान्द्र H_2SO_4 डालो और गर्म करो।	1. भूरे रंग के धूम्र निकलते है। 2. नली में कॉपर की छीलन डालकर गर्म करने से और अधिक धूम्र निकलते है।	नाइट्रेट (NO_3^-) हो सकता है।

निश्चयात्मक परीक्षण और उनकी रासायनिक अभिक्रियायें (Confermative Test and Chemical Reactions) –

1. क्लोराइड –

(i) एक परखनली में थोड़ा सा उर्वरक और सान्द्र H_2SO_4 डालकर गर्म करने से एक रंगहीन धूम्रयुक्त गैस HCl निकलती है, जिसकी तीव्र गंध होती है।

(ii) एक परखनली में थोड़ा सा उर्वरक लेकर उसके मुँह के पास NH_4OH (अमोनिया विलयन) में डुबोकर एक कांच की छड़ लाने पर NH_4Cl के गहरे श्वेत धूम्र बनते हैं।

(iii) एक परखनली में थोड़ा सा उर्वरक, ठोस $K_2Cr_2O_7$ और सान्द्र H_2SO_4 लेकर गर्म करने में क्रोमिल क्लोराइड CrO_2Cl_2 के भूरे–लाल वाष्प निकलते हैं। उनको जल में विलेय करने पर क्रोमिक अम्ल (H_2CrO_4) का पीला सा विलयन बनता है। इस विलयन में NH_4OH, ऐसीटिक अम्ल और लैड ऐसीटेट डालने से लैड क्रोमेट ($PbCrO_4$) का पीला अवक्षेप बनता है।

$$K_2Cr_2O_7 + 4NaCl + 5H_2SO_4 \quad 2CrO_2Cl_2 + 4NaHSO_4 + 3H_2O + K_2SO_4$$

$$CrO_2Cl_2 + 2H_2O \longrightarrow H_2CrO_4 + 2HCl$$

$$H_2CrO_4 + (CH_3COO)_2Pb \longrightarrow PbCrO_4 + 2CH_3COOH$$

(iv) लवण के जलीय विलयन (या सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष) में तनु HNO_3 डालकर $AgNO_3$ विलयन मिलाने पर श्वेत गाढ़ा अवक्षेप प्राप्त होता है। यह अवक्षेप NH_4OH में पूर्णतया विलेय है और इसमें सान्द्र HNO_3 डालने से अवक्षेप पुनः प्राप्त होता है।

$$KCl + AgNO_3 \longrightarrow KNO_3 + AgCl$$

$$AgCl + 2NH_4OH \longrightarrow [Ag(NH_3)_2]Cl + H_2O$$

$$[Ag(NH_3)_2]Cl + 2HNO_3 \longrightarrow AgCl + 2NH_4NO_3$$

2. नाइट्रेट –

(i) एक परखनली में थोड़ा सा उर्वरक और सान्द्र H_2SO_4 डालकर गर्म करने से हल्के लाल–भूरे धूम्र निकलते हैं। परखनली में थोड़ी–सी कॉपर की छीलन डालकर गर्म करने से भूरे धूम्र अधिक वेग के साथ निकलते हैं।

$$\longrightarrow KNO_3 + H_2SO_4 \longrightarrow KHSO_4 + HNO_3$$

$$4HNO_3 \longrightarrow 4NO_2 + 2H_2O + O_2$$

$$Cu + 4HNO_3 \longrightarrow Cu(NO_3)_2 + 2NO_2 + 2H_2O$$

$$3Cu + 8HNO_3 \longrightarrow Cu(NO_3)_2 + 2NO + 2H_2O$$

$$2NO + O \longrightarrow 2NO_2$$

19.2 क्षारकीय मूलकों का गुणात्मक विश्लेषण (Qualitative test of Basic Redicals) –

गुणात्मक विश्लेषण में क्षारकीय मूलकों को विभिन्न प्रकार के अविलेय यौगिक बनाने की क्षमता के आधार पर छः समूहों में विभाजित किया गया हैं।

समूह 0	NH_4^+
समूह I	Pb^{2+}, Ag^+, Hg_2^{2+}
समूह II (A)	Hg^{2+}, Pb^{2+}, Bi^{3+}, Cu^{2+}, Cd^{2+}
समूह II (B)	As^{3+}, Sb^{3+}, Sn^{2+}, Sn^{4+}
समूह III	Fe^{3+}, Cr^{3+}, Al^{3+}
समूह IV	Zn^{2+}, Ni^{2+}, Mn^{2+}, Co^{2+}
समूह V	Ba^{2+}, Sr^{2+}, Ca^{2+}
समूह VI	Mg^{2+}

समस्त अभिक्रियाएं विलयन में सम्पन्न होती हैं, अतः क्षारकीय मूलकों का परीक्षण करने के लिए लवण का विलयन बनाना बहुत महत्वपूर्ण है। इसके लिए लवण बारीक चूर्ण के रूप में होना चाहिए। यदि चूर्ण के रूप में न हो तो लवण को स्वच्छ खरल में पीसकर बारीक चूर्ण बना लेना चाहिए। लवण जल में अविलेय हो तो तनु HCl में विलयन बनाना चाहिए।

विलयन बनाने के लिए एक परखनली में लगभग 0.5 g लवण (उर्वरक) का बारीक चूर्ण लेकर उसमें 2 mL जल मिलाओ, उबालो और बूंद–बूंद करके सान्द्र HCl मिलाओ तथा लागातार हिलाते हुए इतना गर्म करो कि लवण (उर्वरक) पूर्ण रूप से विलेय हो जाये। यदि लवण (उर्वरक) विलेय न हो तो दूसरी परखनली में 0.5 g लवण (उर्वरक) लेकर दो mL सान्द्र HCl मिलाकर गर्म करो। इस प्रकार लवण (उर्वरक) विलेय हो जायेगा। किसी भी स्थिति में नाइट्रिक या सल्फ्यूरिक अम्ल में विलयन नहीं बनायें।

किसी भी एक समूह के सभी मूलकों को एक सामान्य अभिकर्मक, जिसे समूह अभिकर्मक कहते हैं, द्वारा अवक्षेपित किया जाता है। विलयन में समूह अभिकर्मक का आधिक्य मिलाया जाता है, जिससे कि उस समूह के सभी सदस्य अवक्षेपित हो जाते है, अब विलयन को छान लिया जाता है। अब विलयन में उस समूह के मूलक विद्यमान रहते हैं। यदि पहला समूह अनुपस्थित हो तब ही दूसरे समूह का परीक्षण करना चाहिए। अग्रिम सारणी के अनुसार एक समूह के पश्चात क्रम के अनुसार आगे समूह में बढ़ना चाहिए।

हम यहाँ पर NH_4^+, Cu^{2+}, Zn^{2+} , Ca^{2+} एवं Mg^{2+} क्षारकीय मूलकों जो कि क्रमश : 0, II, II (A), II (B), III, IV, V, एवं VI समूह के सदस्य हैं।

समूह संख्या	लवण/उर्वरक का विलयन+अभिकर्मक	समूह
0	लवण में NH_4^+ का अलग परीक्षण	NH_4^+
I	विलयन + तनु HCl	अवक्षेप I समूह Pb, Ag तथा Hg (अस) के श्वेत अवक्षेप।
II	विलयन + तनु HCl + H_2S	अवक्षेप II समूह i. काला – Hg (इक), Bi, Pb, Cu ii. नारंगी – Sb iii. पीला – Cd तथा As iv. गंदा पीला – Sn (इक) v. भूरा – Sn (अस) के सल्फाइड
III	विलयन + तनु HNO_3 (एक या दो बूंदें) + ठोस NH_4Cl + NH_4OH आधिक्य में	अवक्षेप III समूह i. लाल–भूरा – Fe ii. हरा – Cr iii. श्वेत – Al के हाइड्रॉक्साइड
IV	क्षारकीय विलयन + सान्द्र H_2S	अवक्षेप IV समूह i. गन्दा श्वेत – Zn ii. बादामी रंग या हल्का भूरा – Mn iii. काला – Co, Ni के सल्फाइड
V	क्षारकीय विलयन + $(NH_4)_2CO_3$	अवक्षेप V समूह श्वेत अवक्षेप – Ba, Sr, Ca के कार्बोनेट
VI	क्षारकीय विलयन + NaH_2PO_4	अवक्षेप VI समूह श्वेत – Mg

अमोनियम आयन (समूह शून्य) –

अमोनियम आयन की (NH_4^+) अभिक्रिया –

अमोनियम आयन की उपस्थिति का प्रारम्भ में ही परीक्षण कीजिए।

0.2 g प्रारम्भिक पदार्थ में 2 mL सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन मिलाओं और गर्म करो। अमोनिया गैस निकलती है– NH_4^+ निश्चित

$$NH_4Cl + NaOH \longrightarrow NH_3 + H_2O + NaCl$$

कॉपर समूह (समूह II - A) –

क्यूप्रिक आयन (Cu^{2+}) की अभिक्रियायें –

1. हाइड्रोजन सल्फाइड के साथ क्यूप्रिक सल्फाइड CuS का काला अवक्षेप प्राप्त होता है, जो गर्म तनु नाइट्रिक अम्ल में विलेय हैं।

$$CuSO_4 + H_2S \longrightarrow CuS + H_2SO_4$$

$$3CuS + 8HNO_3 \longrightarrow 3Cu(NO_3)_2 + 4\,H_2O + 2NO + 3S$$

2. अमोनियम हाइड्रॉक्साइड के साथ बेसिक कॉपर सल्फेट [$CuSO_4Cu(OH)_2$] का हल्के नीले रंग का अवक्षेप प्राप्त होता है जो अमोनियय हाइड्रॉक्साइड के आधिक्य में विलेयशील संकर यौगिक में परिणित हो जाता है। इस विलयन का रंग गहरा नीला होता है।

$$2CuSO_4 + 2HN_4OH \longrightarrow CuSO_4.Cu(OH)_2 + (NH_4)_2SO_4$$

$$CuSO_4 + Cu(OH)_2 + (NH_4)_2SO_4 + 6NH_4OH \longrightarrow 2[Cu(NH_3)_4]\ SO_4 + 8H_2O$$

3. पोटैशियम फैरोसायनाइड विलयन के साथ क्यूप्रिक फैरोसायनाइड का गहरा भूरा (चॉकलेटी) अवक्षेप प्राप्त होता है।

$$2CuSO_4 + K_4[Fe(CN)_6] \longrightarrow Cu_2[Fe(CN)_6] + 2K_2SO_4$$

4. क्यूप्रिक लवण के विलयन में लोहे की कील, ब्लेड या लोह चूर्ण डालने पर धात्विक कॉपर का अवक्षेपण हो जाता है।

$$CuSO_4 + Fe \longrightarrow FeSO_4 + Cu\downarrow$$

जिंक समूह (समूह IV) –

इस समूह के आयनों का, क्षारकीय माध्यम में H_2S गैस प्रवाहित करने से, उनके सल्फाइडों का अवक्षेपण हो जाता हैं।

जिंक आयन (Zn^{2+}) की अभिक्रियाएं –

1. हाइड्रोजन सल्फाइड के साथ क्षारकीय विलयन में जिंक सल्फाइड (ZnS) का श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है, जो तनु हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में विलेय है। उदासीन विलयन में आंशिक अवक्षेप होता है।

$$ZnSO_4 + H_2S \longrightarrow ZnS + H_2SO_4$$

2. सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन के साथ जिंक हाइड्रॉक्साइड विलयन का श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता और अभिकर्मक के आधिक्य में विलयनशील सोडियम जिंकेट बन जाता है।

$$ZnCl_2 + 2NaOH \longrightarrow Zn(OH)_2 + 2NaCl$$

$$Zn(OH)_2 + 2NaOH \longrightarrow Na_2(ZnO_2) + 3H_2O$$

3. पोटैशियम फैरोसायनाइड के साथ जिंक फैरोसायनाइड का श्वेत अवेक्षप प्राप्त होता है।

कैल्सियम समूह (समूह V) –

कैल्सियम आयन (Ca^{2+}) की अभिक्रियाएं –

1. अमोनियम कार्बोनेट विलयन के साथ कैल्शियम कार्बोनेट का श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है जो ऐसीटिक अम्ल, तनु अम्ल और कार्बोनिक अम्ल युक्त जल में विलेय है।

$$CaCl_2 + (NH_4)_2CO_3 \longrightarrow CaCO_3 + 2NH_4Cl$$

$$CaCO_3 + 2CH_3COOH \longrightarrow Ca(CH_3COO)_2 + CO_2 + H_2O$$

$$CaCO_3 + CO_2 + H_2O \longrightarrow Ca(HCO_3)_2$$

2. अमोनियम ऑक्सेलेट विलयन के साथ कैल्शियम ऑक्सेलेट (CaC_2O_4) का श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है।

$$Ca(CH_3COO)_2 + (NH_4)_2C_2O_4 \longrightarrow CaC_2O_4 + 2CH_3COONH_4$$

नोट : इस समूह के परीक्षण में समूह अभिकर्मक डालने से पहले विलयन क्षारकीय होना चाहिए।

मैग्नीशियम समूह (समूह VI) –

मैग्नीशियम आयन (Mg^{2+}) की अभिक्रियाएं –

1. डाइसोडियम हाइड्रोजन फॉस्फेट विलयन के साथ अमोनियम हाइड्रॉक्साइड (NH_4OH) की उपस्थिति में मैग्नीशियम अमोनियम फॉस्फेट का श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है। विलयन के अति संतृप्त हो जाने की प्रवृत्ति के कारण तनु विलयन में अवक्षेपण धीरे–धीरे होता है।

$$MgCl_2 + Na_2HPO_4 + NH_4OH \rightarrow Mg(NH_4)PO_4 + 2NaCl + H_2O$$

2. मैग्नीशियम आयन के तनु क्षारकीय विलयन में टाइटन यैलो अभिकर्मक (एक रंजक है) मिलाने पर गहरा लाल विलयन या अवक्षेप प्राप्त होता है।

3. **शुष्क परीक्षण –** चारकोल–कोबाल्ट नाइट्रेट परीक्षण में गुलाबी अवक्षेप बनता हैं।

$$MgO + CoO \longrightarrow CoO.MgO$$

नोट – अघुलनशील और बाधाकारी मूलक नहीं दिए जायें तथा एक समूह के दो धनायन एवं दो ऋणायन साथ नहीं दिये जायें।

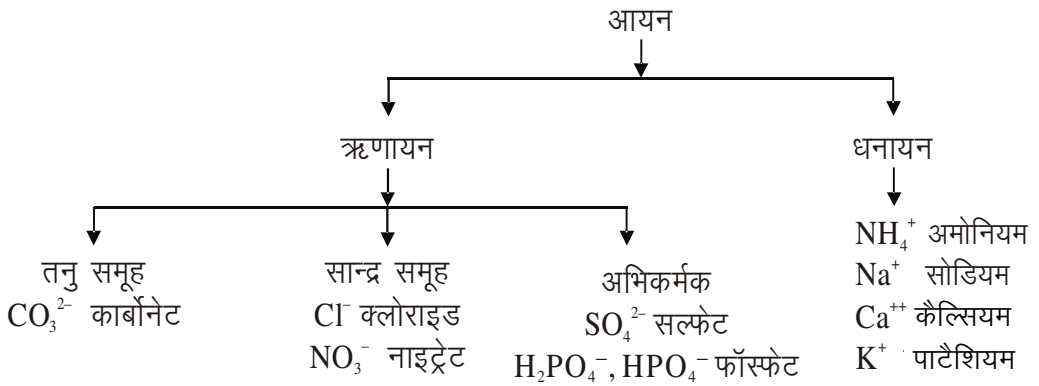
19.3 साधारण उर्वरकों में ऋणायन एवं धनायन की पहचान (Identification of Cations and Anions in Fertilizer) –

उर्वरक विभिन्न धनायनों एवं ऋणायनों से मिलकर बने होते हैं। इन उर्वरकों को मृदा में मिलाने पर ये अपने धनायन एवं ऋणायन में मुक्त होते हैं। कुछ धनायनों एवं ऋणायनों को पौधे सीधे ग्रहण करते हैं लेकिन कुछ पर विभिन्न सूक्ष्म जीवों की क्रिया द्वारा पौधों का उपलब्ध रूप (Available Form) बनता हैं। अतः उनकी पहचान करना आवश्यक है।

यहां उर्वरकों के उन धनायनों एवं ऋणायनों की पहचान दी जा रही हैं जिनका प्रयोगशाला में आसानी से विश्लेषण किया जा सकता है। उदारणार्थ –

क्र.सं.	उर्वरक का नाम	सूत्र	धनायन	ऋणायन
1.	अमोनियम सल्फेट	$(NH_4)_2SO_4$	NH_4^+	SO_4^{2-}
2.	अमोनियम क्लोराइड	NH_4Cl	NH_4^+	Cl^-
3.	अमोनियम डाइहाइड्रोजन फॉस्फेट	$NH_4H_2PO_4$	NH_4^+	$H_2PO_4^-$
4.	डाइ अमोनियम हाइड्रोजन फॉस्फेट	$(NH_4)_2HPO_4$	NH_4^+	HPO_4^{2-}
5.	सोडियम नाइट्रेट	$NaNO_3$	Na^+	NO_3^-
6.	कैल्सियम नाइट्रेट	$Ca(NO_3)_2$	Ca^{2+}	NO_3^-
7.	पोटैशियम नाइट्रेट	KNO_3	K^+	NO_3^-
8.	अमोनियम नाइट्रेट	NH_4NO_3	NH_4^+	NO_3^-
9.	कैल्सियम कार्बोनेट, अमोनियम नाइट्रेट	$NH_4NO_3 + CaCO_3$	NH_4^+ व Ca^{2+}	NO_3^- व CO_3^{2-}
10.	अमोनियम सल्फेट, नाइट्रेट	$(NH_4)_2SO_4 + NH_4NO_3$	NH_4^+	NO_3^- व SO_4^{2-}
11.	सिंगल सुपर फॉस्फेट	$Ca(H_2PO_4)_2$	Ca^{2+}	$H_2PO_4^-$
12.	पोटैशियम क्लोराइड	KCl	K^+	Cl^-
13.	पोटैशियम सल्फेट	K_2SO_4	K^+	SO_4^{2-}
14.	पोटैशियम कार्बोनेट	K_2CO_3	K^+	CO_3^{2-}

उपर्युक्त सरणी का अध्ययन करने पर पता चलता है कि उर्वरको में उपस्थित ऋणायनों एवं धनायनों को निम्नानुसार वर्गीकृत किया जा सकता है –



प्रयोग –

उद्देश्य – दिए गए उर्वरक में उपस्थित एक ऋणायन एवं धनायन की पहचान करना।

(1) आवश्यक सामग्री –

(अ) उपकरण –

(क) परखनली। (ख) परखनली स्टैण्ड। (ग) परखनली होल्डर।

(ब) विभिन्न अभिकर्मक

(2) प्रेक्षण सारणी –

ऋणायनों की पहचान करना –

क्र.सं.	प्रयोग	प्रेक्षण	निष्कर्ष
	प्रारम्भिक परीक्षण (तनु समूह)		
(i)	एक परखनली में उर्वरक का थोड़ा सा चूर्ण लेकर उसमें तनु H_2SO_4 डालिये। आवश्यक हो तो धीरे–धीरे गर्म कीजिए	तेजी से झाग के साथ रंगहीन, गंधहीन गैस निकलती हैं।	CO_3^{2-} हो सकता हैं।
	निश्चयात्मक परीक्षण		
(ii)	उत्पन्न गैस को चूने के पानी में प्रवाहित करने पर।	दूधिया हो जाता है।	निश्चित है।
(iii)	गैस को अधिक देर तक चूने के पानी में प्रवाहित करने पर।	दूधिया रंग गायब हो जाता है।	निश्चित है।
	प्रारम्भिक परीक्षण (सान्द्र समूह)		
(i)	एक परखनली में उर्वरक का थोड़ा सा चूर्ण लेकर उसमें सान्द्र H_2SO_4 डालिये। आवश्यक हो तो गर्म कीजिये।	रंगहीन, धूम्रयुक्त, तीव्र गंध वाली NO_2 गैस निकलती हैं।	Cl^- हो सकता हैं।
	निश्चयात्मक परीक्षण		
(ii)	परखनली के मुंह पर गैस निकलते समय NH_4OH से भीगी छड़ लाने पर।	श्वेत धूम्र बनते हैं।	Cl^- निश्चित है।
(iii)	(अ) उर्वरक का चूर्ण + तनु $HNO_3 + AgNO_3$ का विलयन मिलाने पर।	दही जैसा श्वेत अवक्षेप बनता हैं।	Cl^- निश्चित है।
	(ब) अवक्षेप में NH_4OH का विलयन तथा HNO_3 डालने पर।	अवक्षेप पूर्णतया घुल जाता है तथा HNO_3 से वापस अवक्षेप आता हैं।	Cl^- निश्चित है।
(iv)	क्रोमाइल क्लोराइड परीक्षण करने पर।	लाल रंग के वाष्प निकलते हैं।	Cl^- निश्चित है।
	प्रारम्भिक परीक्षण		
(i)	एक परखनली में उर्वरक का थोड़ा सा चूर्ण लेकर उसमें सान्द्र H_2SO_4 डालकर गर्म करने पर।	भूरे रंग के धूम्र निकलते हैं।	हो सकता हैं।
	निश्चयात्मक परीक्षण		
(ii)	उक्त परखनली के विलयन में तांबे की छीलन डालकर गर्म करने पर।	गहरे भूरे रंग के अधिक धूम्र निकलते हैं।	निश्चित है।
(iii)	वलय परीक्षण (Ring Test)– उर्वरक के चूर्ण का जलीय विलयन + ताजा बना हुआ $FeSO_4$ का विलयन डालकर परखनली की दीवार के सहारे धीरे–धीरे सान्द्र H_2SO_4 को बूंद–बूंद कर डालने पर।	दोनों द्रव के मिलने की सतह पर काले भूरे रंग का छल्ला बनता हैं।	निश्चित है।

	प्रारम्भिक परीक्षण (अभिकर्मक समूह)		
(i)	उर्वरक के चूर्ण का जलीय विलयन + कुछ बूंदें तनु HNO_3 मिलाकर थोड़ी सी मात्रा $BaCl_2$ का विलयन मिलाने पर।	दही जैसा श्वेत अवक्षेप आता हैं।	SO_4^{2-} हो सकता हैं।
	निश्चयात्मक परीक्षण –		
	अवक्षेप के दो भाग करें–		
(ii)	(अ) एक भाग में सान्द्र HNO_3 मिलाकर उबालने पर।	अवक्षेप अविलेय रहता हैं।	SO_4^{2-} निश्चित है।
	(ब) दूसरे भाग में सान्द्र HCl मिलाकर उबालने पर।	अवक्षेप अविलेय रहता है।	SO_4^{2-} निश्चित है।
	निश्चयात्मक परीक्षण :–		
(i)	उर्वरक का चूर्ण + 2 mL सान्द्र HNO_3 अम्ल + 2 mL अमोनियम मोलिब्डेट का विलयन मिलाकर गर्म करने पर।	पीले रंग का अवक्षेप बनता है।	PO_4^{3-} निश्चित है।
(ii)	परखनली में उर्वरक का चूर्ण + 10 mL आसुत जल डालकर हिलायें। इसमें से 2 mL छनित लेकर + 1 mL का घोल डालें।	पीले रंग का अवेक्षेप बनता हैं।	
(iii)	अवक्षेप में तनु डालने पर	अवक्षेप घुल जाता है या दूधिया घोल बनता हैं।	PO_4^{3-} निश्चित है। (SSP के फॉस्फेट निश्चित है)

धनायनों की पहचान करना

क्र.सं.	प्रयोग	प्रेक्षण	निष्कर्ष
	हथेली परीक्षण		
(i)	उर्वरक का थोड़ा सा चूर्ण + खाने का चूना मिलाकर हथेली पर रगड़कर सूंघने पर।	अमोनिया की गंध आती हैं।	NH_4^+ हो सकता है।
	प्रारम्भिक परीक्षण		
(ii)	परखनली में लगभग 1 g उर्वरक का चूर्ण लें तथा इसमें लगभग 2 mL 40% NaOH का घोल डालकर सूंघने पर।	अमोनिया की गंध आती है।	NH_4^+ निश्चित हैं।
	निश्चयात्मक परीक्षण		
(iii)	परखनली के मुंह पर गैस निकलते समय लाल लिटमस पत्र लाने पर।	लाल लिटमस पत्र नीला हो जाता है।	NH_4^+ निश्चित है।
(iv)	गैस को नैसलर अभिकर्मक में प्रवाहित करने पर।	भूरा अवक्षेप आता है।	NH_4^+ निश्चित है।
	निश्चयात्मक परीक्षण		
(i)	परखनली में लगभग 1 g उर्वरक का चूर्ण लेकर उसमें लगभग 10 mL आसुत जल मिलायें। इसे अच्छी तरह हिलाकर छानें। दूसरी परखनली में 2 mL छनित लेकर उसमें कुछ मात्रा कोबाल्ट नाइट्रेट अभिकर्मक की डालने पर।	पीला अवक्षेप आता है।	K^+ निश्चित है।
(ii)	उपर्युक्त बिन्दू (i) में से परखनली में लगभग 1 mL छनित लेकर इसमें 2 mL फार्मेल्डिहाइड (40%)	पीला अवक्षेप आता है।	K^+ निश्चित है।

	डालकर कुछ मिनट रख दें तथा इसे उदासीन करने हेतु NaOH का घोल तब तक डालें जब तक कि विलयन का रंग पीला न हो जाये। अब इसमें लगभग 1 mL कोबाल्ट नाइट्रेट अभिकर्मक डालने पर।		
	निश्चयात्मक परीक्षण		
(i)	परखनली में लगभग 2 g उर्वरक का चूर्ण लेकर उसमें लगभग 5 mL आसुत जल मिलायें। इसे अच्छी तरह हिलाकर छानें। 1 mL छनित परखनली में लेकर इसमें पोटेशियम पायरोएन्टीमोनेट डालकर अच्छी तरह हिलायें तथा कुछ मिनट के लिए इसे स्थिर रख दें।	परखनली के पेंदे तथा सतह पर श्वेत क्रिस्टलीय अवक्षेप जम जाता है।	Na^+ निश्चित है।
	प्रारम्भिक परीक्षण		
(i)	उर्वरक का विलयन + NH_4Cl मिलाकर गर्म करें तथा ठण्डा होने पर NH_4OH आधिक्य में मिलाकर गर्म करें। इसमें अमोनियम कार्बोनेट का विलयन अवक्षेपण पूर्ण होने पर मिलाये।	श्वेत अवक्षेप आता है।	Ca^{2+} उपस्थित है।
	निश्चयात्मक परीक्षण		
(ii)	अवक्षेप को गर्म जल से धोकर तनु CH_3COOH में घोलकर दो भागों में बांट लें।		
	(अ) विलयन में अमोनियम ऑक्जलेट मिलाकर गर्म करने पर।	श्वेत अवक्षेप आता है।	Ca^{2+} निश्चित है।
	(ब) विलयन में तनु H_2SO_4 + $KMnO_4$ का विलयन मिलाकर गर्म करने पर।	गुलाबी बैंगनी रंग आता हैं।	Ca^{2+} निश्चित है।
	(स) श्वेत अवक्षेप से ज्वाला परीक्षण करने परं।	ईंट जैसा लाल रंग आता हैं।	Ca^{2+} निश्चित है।

(3) परिणाम

दिए गए उर्वरक के नमूने सं. ..... में एक ऋणायन तथा एक धनायन निम्नलिखित है –

ऋणायन ..... धनायन.....

(4) सावधानियॉ

1. **अमोनियम** आयन को गर्म करके हटाया जा सकता है।
2. उपकरण, अभिकर्मक एवं आसुत जल किसी प्रकार से प्रदूषित न हों।

नोट : मूलकों के अन्य परीक्षण प्रयोगशाला में उपलब्ध अभिकर्मकों के आधार पर किये जा सकते हैं।