प्रयोग 10 फीनॉलों का आकलन

रूपरेखा

10.1 प्रस्तावना
उद्देश्य
10.2 प्रयोग 10 क: ऐसीटिलीकरण विधि द्वारा हाइड्रॉक्सिल समूह का निर्धारण
सिद्धांत
आवश्यकताएं
प्रक्रिया
प्रेक्षण
परिकलन
परिणाम
10.3 प्रयोग 10 ख: ब्रोमीनीकरण विधि द्वारा फीनॉल का निर्धारण
सिद्धांत
आवश्यकताएं
प्रक्रिया
प्रेक्षण
परिकलन
परिणाम

10.1 प्रस्तावना

ऐमीनो समूहों की भांति, हाइड्रॉक्सिल समूहों का आकलन भी दो विधियों द्वारा किया जा सकता है। उनमें से एक ऐसीटिलीकरण विधि पर आधारित है और दूसरी ब्रोमीनीकरण विधि पर। ऐसीटिलीकरण विधि में हाइड्रॉक्सिल समूह के ऐसीटिलीकरण के बाद बचे मुक्त ऐसीटिक अम्ल को निर्धारित करने के लिए मानक सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन के साथ अनुमापन किया जाता है। ब्रोमीनीकरण विधि में हाइड्रॉक्सिल यौगिक के ब्रोमीनीकरण के बाद बचे ब्रोमीन को निर्धारित करने के लिए पोटैशियम आयोडाइट विलयन मिलाया जाता है और मुक्त आयोडीन का सोडियम थायोसल्फेट विलयन के साथ अनुमापन किया जाता है। यदि यौगिक का अणुभार ज्ञात हो तो हाइड्रॉक्सिल समूहों की संख्या परिकलित की जा सकती है।

उद्देश्य

इस प्रयोग के अध्ययन और निष्पादन के बाद आप,

- दिए गए नमूने में फीनॉल की मात्रा निर्धारित कर सकेंगे;
- ऐसीटिलीकरण और ब्रोमीनीकरण विधियों का वर्णन कर सकेंगे हैं; और
- अम्ल-क्षारक और आयोडीमितीय अनुमापन कर सकेंगे।

10.2 प्रयोग 10 क : ऐसीटिलीकरण विधि द्वारा हाइड्रॉक्सिल समूह का निर्धारण

10.2.1 सिद्धांत

प्रयोग 9 क में आपने ऐसीटिलीकरण विधि द्वारा ऐमीनो समूह का आकलन किया। इस विधि का उपयोग फीनॉल और हाइड्रॉक्सिल समूहों (ऐल्कोहॉलों) के निर्धारण के लिए भी किया जा सकता

$$ArOH + (CH_3CO)_2 \xrightarrow{\text{पिरिडीन}} ArOCOCH_3 + CH_3COOH$$

फीनॉल ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड ऐसीटिल व्युत्पन्न ऐसीटिक अम्ल

इस प्रयोग में पिरिडीन का उपयोग विलायक के रूप में किया जाता है क्योंकि वह अभिकर्मकों के प्रति निष्क्रिय होता है, लवण बनाकर अम्ल उत्पादों को हटा देता है और उत्प्रेरक के रूप में भी काम करता है।

$$ROH + (CH_3CO)_2O + C_6H_5N \rightarrow ROCOCH_3 + (C_5H_5NH)^+ (CH_3COO)^-$$

$$HOH + (CH_3CO)_2O + 2C_6H_5N \rightarrow 2CH_3COO^- + 2C_5H_5NH^+$$

10.2.2 आवश्यकताएं

आप उन्हीं उपकरणों, रासायनिक द्रव्यों और विलयन का उपयोग कर सकते हैं जिनका प्रयोग 9 क में किया था। किन्तु इस प्रयोग में ऐनिलीन के स्थान पर आप फीनॉल का उपयोग करेंगे।

10.2.3 प्रक्रिया

प्रयोग 9 क की भांति पहले ऐसीटिलीकरण - अभिकर्मक बनाएं। उसके बाद पश्चवाही जल संघनित्रों लगे दो शंक्वाकार फ्लास्क A और B लें। लगभग 1 g फीनॉल ठीक-ठीक तोलकर फ्लास्क A में स्थानांतरित करें। A और B दोनों फ्लास्कों में से प्रत्येक में 10 cm^3 ऐसीटिलकारी अभिकर्मक मिलाएं। फ्लास्कों को पश्चवाही संघनित्रों से जोड़ दें और दोनों फ्लास्कों को 30 मिनट तक उबलते जल बाथ में गरम करें। फिर दोनों फ्लास्कों को जल-बाथ से निकालकर प्रत्येक संघनित्र से 20 cm^3 आसुत जल डालें। प्रत्येक फ्लास्क को धीरे-धीरे हिलाएं ताकि अनभिक्रियित ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड का पूर्ण जल-अपघटन हो जाए। अंत में प्रत्येक फ्लास्क को शीतल जल में ठंडा कर लें और फिर 10 मिनट तक स्थिर रहने दें। उसके बाद फीनॉल्फथैलीन अथवा अन्य सूचक का उपयोग कर प्रत्येक फ्लास्क की अंतर्वस्तुओं का 1*M* NaOH विलयन के साथ अनुमापन करें। फ्लास्क A की अंतर्वस्तुओं को तनु करने पर फेनिल ऐसीटेट का पायस प्राप्त होगा। इसलिए पूरे अनुमापन के दौरान तेज विलोडित करना चाहिए ताकि सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन द्वारा संपूर्ण मुक्त अम्ल निष्कर्षित हो जाए। रिक्त (blank) और वास्तविक (actual) अनुमापनों को दोहराएं ताकि कम से कम दो सुसंगत पठनांक प्राप्त हो जाएं। रिक्त और वास्तविक अनुमापकों को क्रमशः प्रेक्षण सारणी I और II में रिकार्ड करें।

10.2.4 प्रेक्षण

तोल बोतल का द्रव्यमान $= m_1 =$ ..... g

बोतल + फीनॉल का द्रव्यमान $= m_2 =$ ..... g

बोतल का द्रव्यमान (यौगिक के स्थानांतरण के बाद) $= m_3 =$ ..... g

स्थानांतरित फीनॉल का द्रव्यमान $= m_2 - m_3 = m =$ ..... g

फीनॉल का मोलर द्रव्यमान $= M_m = 94\ g\ mol^{-1}$

प्रेक्षण सारणी I

ऐसीटिलकारी अभिकर्मक प्रति सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन (रिक्त अनुमापन)

क्रमांक	ऐसीटिलकारी अभिकर्मक का आयतन, cm^3 में	ब्यूरेट का पठनांक आरंभिक	अंतिम	NaOH का आयतन, cm^3 में (अंतिम – आरंभिक)
1	10			
2	10			
3	10			

10 cm^3 ऐसीटिलकारी अभिकर्मक के उदासीनीकरण में प्रयुक्त NaOH का आयतन = V_1 = ... cm^3

प्रेक्षण सारणी II

नमूना + ऐसीटिलकारी अभिकर्मक प्रति सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन

(वास्तविक अनुमापन)

क्रमांक	नमूना + 10 cm^3 ऐसीटिलकारी अभिकर्मक, cm^3 में	ब्यूरेट का पठनांक आरंभिक	अंतिम	NaOH का आयतन, cm^3 में (अंतिम – आरंभिक)
1				
2				
3				

नमूना + 10 cm^3 ऐसीटिलकारी अभिकर्मक के उदासीनीकरण में प्रयुक्त सोडियम हाइड्रॉक्साइड का आयतन = V_2 = ... cm^3

10.2.5 परिकलन

i) नमूने का द्रव्यमान = m = ... g

प्रेक्षण सारणी I और प्रेक्षण सारणी II के लिए प्रयुक्त सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में अंतर = ... cm^3

1000 cm^3 M_2 NaOH = M_2 g mol NaOH = M_2 g mol CH_3COOH = M_2 g mol OH

जिसमें M_2 सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन की मोलरता

$$(V_1 - V_2)\ cm^3\ NaOH = \frac{M_2 (V_1 - V_2)}{1000}\ g\ mol\ OH$$

$$= \frac{17 \times M_2 (V_1 - V_2)}{1000}\ g\ OH$$

जैसा कि आप जानते हैं यह m g नमूने के कारण है, इसलिए 100 g नमूने के लिए (OH का %) समूह होंगे।

$$\%\ OH = \frac{17 \times M_2 \times (V_1 - V_2) \times 100}{m \times 1000} = \ldots\ldots\ \%$$

ii) नमूने (फीनॉल) में हाइड्रॉक्सिल समूहों की संख्या इस प्रकार परिकलित की जा सकती है:

$$\text{नमूने के mg} \equiv \frac{17 \times M_2 \times (V_1 - V_2)}{1000}\ g\ OH\ \text{समूह}$$

$$94\ g\ (1\ g\ mol)\ \text{नमूने} = \frac{17 \times M_2 (V_1 - V_2) \times 94}{1000 \times m}$$

एक OH समूह के कारण 17 g द्रव्यमान होता है,

$$\text{इसलिए फीनॉल में } \frac{17 \times M_2 \times (V_1 - V_2) \times 94}{1000 \times m \times 17}\ OH\ \text{समूह हैं}$$

$$= \frac{M_2 \times (V_1 - V_2) \times 0.094}{m} \text{ OH समूह}$$

= .... OH समूह

10.2.6 परिणाम

फीनॉल के नमूने में OH समूह का % = ... %

फीनॉल में OH समूहों की संख्या = ...

10.3 प्रयोग 10 ख : ब्रोमीनीकरण विधि द्वारा फीनॉल का निर्धारण

10.3.1 सिद्धांत

जैसाकि प्रयोग 9 ख में बताया गया हैं, ब्रोमीनकारी अभिकर्मक (पोटैशियम ब्रोमाइड, पोटैशियम ब्रोमेट और सान्द्र HCl का मिश्रण) द्वारा ब्रोमीनीकरण का उपयोग फीनॉल के ब्रोमीनीकरण के लिए भी किया जा सकता है।

$$5KBr + KBrO_3 + 6HCL \rightarrow 3Br_2 + 3H_2O + 6KCl$$

आधिक्य ब्रोमीन का निर्धारण करने के लिए पोटैशियम आयोडाइड विलयन मिलाकर मुक्त आयोडीन का मानक थायोसल्फेट विलयन के साथ अनुमापन किया जाता है।

$$Br_2 + 2KI \rightarrow 2KBr + I_2$$

$$2Na_2S_2O_3 + I_2 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

10.3.2 आवश्यकताएं

इस प्रयोग में उन्ही उपकरणों, रासायनिक द्रव्यों और विलयनों का उपयोग किया जा सकता है जिनका उपयोग 9 ख में किया था। किन्तु इस प्रयोग में आप ऐनिलीन के स्थान पर फीनॉल का उपयोग करेंगे।

10.3.3 प्रक्रिया

1. पहले ब्रोमीनकारी विलयन तैयार करें जैसाकि प्रयोग 9 ख के लिए बताया गया है। उसके बाद ठीक तुले फीनॉल (लगभग 0.4 g) एक 250 cm^3 आयतनमापी फ्लास्क में लेकर जल में घोल लें।

2. **ब्रोमीनकारी विलयन के साथ अनुमापन (रिक्त अनुमापन):** इस प्रयोग में आप उसी ब्रोमीनकारी विलयन का उपयोग करेंगे जिसका प्रयोग 9 ख में किया था। अत: दोहराने की आवश्यकता नहीं है।

3. **मानक विलयन के साथ अनुमापन** : पिपेट द्वारा एक 250 cm^3 शंक्वाकार फ्लास्क में 25 cm^3 मानक फीनॉल विलयन डालें। फिर उसमें 25 cm^3 आसुत जल और 5 cm^3 सान्द्र HCl मिलाएं। अब इस विलयन में एक ब्यूरेट से ब्रोमीनकारी मिश्रण डालें ताकि उसका हल्का पीला रंग हो जाए और उसके बाद 5 cm^3 KI विलयन मिलाएं। स्टार्च का सूचक की भांति प्रयोग करते हुए, मुक्त आयोडीन का सोडियम थायोसल्फेट विलयन के साथ अनुमापन करें। कम से कम दो सुसंगत रीडिंग प्राप्त करने के लिए अनुमापन को दोहराएं। प्रेक्षणों

को सारणी-I में रिकार्ड करें।

4. **अज्ञात फीनॉल विलयन के साथ अनुमापन** : एक 250 cm^3 शंक्वाकार फ्लास्क में 25 cm^3 अज्ञात फीनॉल विलयन लें। इसका उसी भांति उपचार करें जैसा कि मानक फीनॉल विलयन में बताया गया है और फिर उसी प्रकार अनुमापन करें। कम से कम दो सुसंगत रीडिंग प्राप्त करने के लिए अनुमापन को दोहराएं। प्रेक्षणों को प्रेक्षण सारणी II में रिकार्ड करें।

10.3.4 प्रेक्षण

तोल बोतल का द्रव्यमान $= m_1 =$ ..... g

बोतल + फीनॉल का द्रव्यमान $= m_2 =$ ..... g

बोतल का द्रव्यमान (फीनॉल के स्थानांतरण के बाद) $= m_3 =$ .....g

स्थानांतरित फीनॉल का द्रव्यमान $= m_2 - m_3 = m =$ ..... g

फीनॉल का मोलर द्रव्यमान (Mm) = 94 g mol^{-1}

प्रेक्षण सारणी I

मानक फीनॉल विलयन प्रति सोडियम थायोसल्फेट विलयन

क्रमांक	फीनॉल विलयन का आयतन, cm^3 में	ब्यूरेट का पठनांक आरंभिक	अंतिम	$Na_2S_2O_3$ विलयन का आयतन, cm^3 में (अंतिम – आरंभिक)
1	25			
2	25			
3	25			

प्रेक्षण सारणी -II

अज्ञात फीनॉल विलयन प्रति सोडियम थायोसल्फेट विलयन

क्रमांक	अज्ञात फीनॉल विलयन का आयतन, cm^3 में	ब्रोमीनकारी विलयन का आयतन	ब्यूरेट का पठनांक आरंभिक	अंतिम	$Na_2S_2O_3$ विलयन का आयतन, cm^3 में (अंतिम – आरंभिक)
1	25				
2	25				
3	25				

10.3.5 परिकलन

i) मानक विलयन में फीनॉल का द्रव्यमान $= m =$ ..... g

ii) रिक्त प्रयोग में ब्रोमीनकारी विलयन के प्रति $Na_2S_2O_3$ का आयतन (प्रयोग 9 ख की प्रेक्षण-सारणी I से) $= V =$ ..... cm^3

iii) मानक फीनॉल विलयन के लिए प्रयुक्त सोडियम थायोसल्फेट का आयतन (प्रेक्षण. सारणी II से) $= V_1 =$ ..... cm^3

iv) अज्ञात फीनॉल विलयन के लिए प्रयुक्त सोडियम थायोसल्फेट का आयतन (प्रेक्षण सारणी II से) $= V_2 =$ ..... cm^3

V cm^3 सोडियम थायोसल्फेट विलयन = 25 cm^3 ब्रोमीनकारी विलयन

इसलिए 1 cm^3 सोडियम थायोसल्फेट = $\frac{25}{V}$ cm^3 ब्रोमीनकारी विलयन

इसलिए V_1 cm^3 सोडियम थायोसल्फेट = $\frac{25}{V} \times V_1$ cm^3 ब्रोमीनकारी विलयन

इसलिए 25 cm^3 मानक फीनॉल विलयन के लिए प्रयुक्त ब्रोमीनकारी विलयन का आयतन

$= V - \frac{25}{V} \times V_1 = V_3$ cm^3

उसी प्रकार 25 cm^3 अज्ञात विलयन के लिए प्रयुक्त ब्रोमीनकारी विलयन का आयतन

$= V - \frac{25}{V} \times V_2 = V_4$ cm^3

निम्नलिखित संबंध का उपयोग करने पर

$$\frac{\text{ज्ञात विलयन में फीनॉल का द्रव्यमान}}{\text{मानक विलयन में फीनॉल का द्रव्यमान}} =$$

$$\frac{\text{अज्ञात फीनॉल विलयन में प्रयुक्त ब्रोमीनंकारी विलयन का आयतन}}{\text{मानक फीनॉल विलयन में प्रयुक्त ब्रोमीनकारी विलयन का आयतन}}$$

अज्ञात विलयन में फीनॉल का द्रव्यमान $= m \times \frac{V_4}{V_3} =$ ..... g per 250 cm^3

अज्ञात विलयन में फीनॉल की सान्द्रता $= \frac{\text{मानक फीनॉल विलयन की सान्द्रता} \times V_4}{V_3}$

$$= \frac{4 \times m \times V_4}{V_3} = \text{..... g } dm^{-3}$$

10.3.6 परिणाम

अज्ञात विलयन में फीनॉल की मात्रा = ... g

अज्ञात विलयन में फीनॉल की सान्द्रता = ... g dm^{-3}

फीनॉल की प्रतिशत शुद्धता निम्नलिखित सूत्र द्वारा भी परिकलित की जा सकती है:

$$\text{फीनॉल की \% शुद्धता} = \frac{(V - V_2) \times M \times M_m \times 100}{M \times z \times 2000}$$

जिसमें

V = रिक्त प्रयोग में प्रयुक्त सोडियम थायोसल्फेट का आयतन

V_2 = फीनॉल के नमूने में प्रयुक्त सोडियम थायोसल्फेट का आयतन

M = सोडियम थायोसल्फेट की मोलरता

M_m = फीनॉल का मोलर द्रव्यमान

m = फीनॉल का द्रव्यमान g में

z = फीनॉल में प्रतिस्थापित ब्रोमीन परमाणुओं की संख्या