

प्रयोग 16 गुरुत्वमिति द्वारा मिश्रण में ताँबे और जस्ते का आकलन

रूपरेखा

- 16.1 प्रस्तावना
- उद्देश्य
- 16.2 सिद्धांत
- 16.3 आवश्यकताएँ
- 16.4 प्रक्रिया
- 16.5 प्रेक्षण
- 16.6 परिकलन
- 16.7 परिणाम

16.1 प्रस्तावना

किसी मिश्रण में ताँबे और जस्ते के आकलन के लिए पहले ताँबे का कॉपर (I) थायोसायनेट (CuCNS) के रूप में आकलन किया जाता है और उसके बाद निस्पंद में जस्ते का जिंक अमोनियम फॉस्फेट (ZnNH₄PO₄) के रूप में आकलन किया जाता है। यदि परामर्शदाता ने परीक्षण विलयन उपलब्ध न किया हो तो उसे बनाने के लिए 5-6 ग्राम कॉपर सल्फेट और 2-3 ग्राम जिंक क्लोराइड को तनु HCl की न्यूनतम मात्रा में घोलकर एक मानक आयतनमापी फ्लास्क में 250 cm³ बना लें। इस विलयन के 50 cm³ आकलन के लिए ले लें।

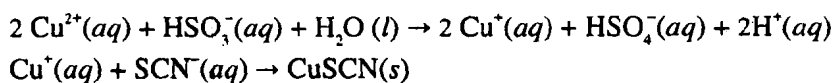
उद्देश्य

इस प्रयोग के अध्ययन और निष्पादन के बाद आप,

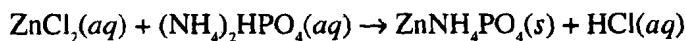
- गुरुत्वमिति द्वारा Cu²⁺ और Zn²⁺ का एक साथ आकलन कर सकेंगे।

16.2 सिद्धांत

ताँबा और जस्ता युक्त परीक्षण विलयन का पहले सल्फ्यूरस अम्ल अथवा अमोनियम हाइड्रोजन सल्फाइड के साथ उपचार किया जाता है ताकि Cu (II) का Cu (I) में अपचयन हो जाए। उसके बाद अमोनियम थायोसायनेट विलयन मिलाया जाता है ताकि ताँबा, कॉपर(I) थायोसायनेट के रूप में अवक्षेपित हो जाए। अभिक्रियाएँ इस प्रकार होती हैं



अवक्षेप को छानने के बाद निस्पंद में डाइअमोनियम हाइड्रोजन फॉस्फेट विलयन मिलाया जाता है जिससे जस्ता, जिंक अमोनियम फॉस्फेट के रूप में अवक्षेपित हो जाता है।



अवक्षेप को छानकर धो लिया जाता है और उसके बाद सुखाकर तोल लिया जाता है। इस प्रकार प्राप्त CuSCN और ZnNH₄PO₄ का द्रव्यमान ज्ञात होने पर विलयन में कॉपर सल्फेट और जिंक क्लोराइड की सान्द्रताएँ परिकलित की जा सकती हैं।

गुणत्वमिति द्वारा मिश्रण में तौबे और जस्ते का आकलन

नाम	सूत्र/संकेत	मोलर/परमाण्विक द्रव्यमान
कॉपर(II) सल्फेट	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	249.50
कॉपर(I) थायोसायनेट	CuSCN	121.62
जिंक अमोनियम फॉस्फेट	ZnNH_4PO_4	178.34
जिंक क्लोराइड	ZnCl_2	136.27
जिंक	Zn	65.37
कॉपर	Cu	63.54

16.3 आवश्यकताएँ

इस प्रयोग के लिए निम्नलिखित उपकरणों, रासायनिक द्रव्यों और विलयनों की आवश्यकता होगी।

उपकरण	रासायनिक द्रव्य
बीकर 500 cm ³	2 10% अमोनियम थायोसायनेट
बीकर 250 cm ³	1 जलीय अमोनिया
बुन्सेन बर्नर	1 10% डाइअमोनियम हाइड्रोजन फॉस्फेट
जलशोषित्र	1 सान्द्र हाइड्रोक्लोरिक अम्ल
निस्स्यंदन उपकरण	1 मेथिल रेड सूचक
शंक्वाकार फ्लास्क 250 cm ³	1 सान्द्र नाइट्रिक अम्ल
काँच की छड़	1 अमोनियम हाइड्रोजन सल्फाइड विलयन
संदंशिका	1 परीक्षण विलयन
रबर पुलिस मैन	1
सिन्टरित क्रुसिबल (G-4)	1
त्रिपाद स्टैंड	1
धावन बोतल	1
वाच ग्लास	1
जल बाथ	1
तार-जाली	1
तोल बोतल	1
भार पेटी	1

16.4 प्रक्रिया

प्रायोगिक प्रक्रिया निम्नलिखित चरणों में होती है :

(क) तौबे का आकलन

- I. आपके परामर्शदाता द्वारा दिए गए अथवा आपके द्वारा तैयार किए गए परीक्षण विलयन के 50 cm³ एक पिपेट द्वारा 500 cm³ बीकर में डालें। उसमें 5 cm³ तनु HCl और 25 cm³ अमोनियम हाइड्रोजन सल्फाइड विलयन मिलाएं और यह सुनिश्चित कर लें कि SO₂ की गंध बनी रहे।
- II. एक जल बाथ में धीरे से उबालें। ज्वाला को हटाकर धीरे-धीरे 10% NH₄SCN विलयन के 50 cm³ मिलाएं। रुक-रुक कर काँच की छड़ से अवक्षेप को विलोडित करते रहें।

- III. G-4 सरंधता की एक खाली और स्वच्छ सिन्टरित काँच की क्रुसिबल को तोलकर द्रव्यमान नोट कर लें। चरण II में प्राप्त अवक्षेप को इस क्रुसिबल में छान लें। पहले अधिप्लवी द्रव को अपवाहित करें और इसके बाद द्रव की न्यूनतम मात्रा द्वारा अवक्षेप को छान लें। इस प्रक्रिया द्वारा अवक्षेप, क्रुसिबल के रंधों को अवरुद्ध नहीं करता है।
- IV. अवक्षेप को 2-3% NH_4SCN विलयन से धो लें। कुछ देर रुककर जाँच कर लें कि निस्संद में कोई अवक्षेप तो नहीं बनता है। यदि अवक्षेप बने तो उसे फिर से छान लें। अंत में अवक्षेप को कई बार 20% एथेनॉल से धो लें ताकि अवक्षेप SCN^- आयनों से मुक्त हो जाए। निस्संद को जस्ते के आकलन के लिए सुरक्षित रख दें।
- V. इसके बाद सिन्टरित काँच क्रुसिबल को तप्त वायु अवन में कम से कम एक घंटे तक $100-120^\circ\text{C}$ ताप पर गरम करें।
- VI. क्रुसिबल को जलशोषित्र में ठंडा कर तोल लें। तापन, शीतलन और तोलन प्रक्रमों को तब तक दोहराएं जब तक अवक्षेप सहित क्रुसिबल का स्थिर द्रव्यमान प्राप्त न हो जाए।

(ख) जस्ते का आकलन

- I. ऊपर तबि के आकलन के चरण IV में प्राप्त निस्संद को जल-बाथ में उद्वाष्पित करें। उद्वाष्पन द्वारा विलयन का आयतन लगभग 100 cm^3 कर लें। इसके बाद 20 cm^3 सान्द्र नाइट्रिक अम्ल और 15 cm^3 सान्द्र HCl मिलाकर जल बाथ के ऊपर धूम छत्र (fume hood) में गरम कर सुखा लें।
- II. चरण I में प्राप्त अवशिष्ट में 100 cm^3 आसुत जल मिलाएं और हिलाकर अंतर्वस्तुओं को घोल लें। मेथिल रेड सूचक की 2-3 बूंदें मिलाएं और इसके बाद 10% जलीय अमोनिया विलयन इतना मिलाएं ताकि अमोनिया की गंध आने लगे और मेथिल रेड का रंग पीला हो जाए।
- III. चरण II में प्राप्त विलयन में धीरे-धीरे 10% डाइअमोनियम हाइड्रोजन फॉस्फेट मिलाएं और कांच की छड़ से विलोडित करते रहें। अवक्षेप को जल-बाथ में कम से कम 30 मिनट तक पाचन करें।
- IV. चरण III में प्राप्त अवक्षेप को G-4 सरंधता की पहले से तुली सिन्टरित क्रुसिबल में छान लें। पहले अधिप्लवी द्रव अपवाहित करें और उसके बाद द्रव की न्यूनतम मात्रा द्वारा अवक्षेप को छान लें।
- V. अवक्षेप को 2-3% डाइअमोनियम फॉस्फेट विलयन से धो लें। अंत में डाइअमोनियम हाइड्रोजन फॉस्फेट की अतिरिक्त मात्रा को हटाने के लिए अवक्षेप को 50% ऐल्कोहॉल से धो लें। इस बात की जाँच कर लें कि धावनों में फॉस्फेट आयन न रहें।
- VI. क्रुसिबल और अवक्षेप को तप्त वायु अवन में $100-120^\circ\text{C}$ के ताप परास पर गरम करें। क्रुसिबल को जलशोषित्र में ठंडा करने के बाद तोल लें। अवक्षेप सहित क्रुसिबल का स्थिर द्रव्यमान प्राप्त होने तक तापन, शीतन और तोलन की प्रक्रियाओं को दोहराएं।

16.5 प्रेक्षण

- | | |
|--|----------|
| i) खाली क्रुसिबल का पहला द्रव्यमान | =g |
| ii) खाली क्रुसिबल का दूसरा द्रव्यमान | =g |
| iii) क्रुसिबल का पहला द्रव्यमान + CuSCN | =g |
| iv) क्रुसिबल का दूसरा द्रव्यमान + CuSCN | =g |
| v) खाली क्रुसिबल का पहला द्रव्यमान | =g |

- vi) खाली क्रुसिबल का दूसरा द्रव्यमान =g
vii) क्रुसिबल + $ZnNH_4PO_4$ का पहला द्रव्यमान =g
viii) क्रुसिबल + $ZnNH_4PO_4$ का दूसरा द्रव्यमान =g

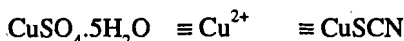
गुरुत्वमिति द्वारा मिश्रण में तंबि और जस्ते का आकलन

16.6 परिकलन

तंबि के लिए परिकलन

प्राप्त $CuSCN$ का द्रव्यमान = iv) - ii) = g = w g

रससमीकरणमिति से हमें ज्ञात है कि,



$$249.5 \text{ g} \equiv 63.54 \text{ g} \equiv 121.62 \text{ g}$$

इसलिए कॉपर(I) थायोसायनेट के w g = $\frac{249.5 \times w}{121.62}$ g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$

कॉपर(II) सल्फेट की यह मात्रा, 50 cm^3 परीक्षण विलयन में मौजूद है। इसलिए परीक्षण

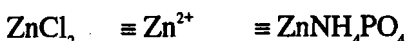
विलयन में कॉपर(II) सल्फेट की सांद्रता = $\frac{249.5 \times w}{121.62} \times \frac{1000}{50}$ g dm^{-3}

$CuSO_4 \cdot 5H_2O$ की सांद्रता = $\frac{249.5 \times 1000 \times CuSCN \text{ का द्रव्यमान}}{121.62 \times \text{परीक्षण विलयन का आयतन}}$ g dm^{-3}

जस्ते के लिए परिकलन

प्राप्त $ZnNH_4PO_4$ का द्रव्यमान = viii) - vi) = g = w' g

रससमीकरणमिति से हमें ज्ञात है कि,



$$136.37 \text{ g} \equiv 65.37 \text{ g} \equiv 178.34 \text{ g}$$

इसलिए w'g $ZnNH_4PO_4$ = $\frac{136.37 \times w'}{178.34}$ g $ZnCl_2$

$ZnCl_2$ की इतनी मात्रा 50 cm^3 परीक्षण विलयन में मौजूद है।

इसलिए परीक्षण विलयन में $ZnCl_2$ की सांद्रता = $\frac{136.37 \times w' \times 1000}{178.34 \times 50}$ g dm^{-3}

$ZnCl_2$ की सांद्रता = $\frac{136.37 \times 1000 \times ZnNH_4PO_4 \text{ का द्रव्यमान}}{178.34 \times \text{परीक्षण विलयन का आयतन}}$ g dm^{-3}

16.7 परिणाम

आप परिणाम निम्न प्रकार रिपोर्ट कर सकते हैं :

परीक्षण विलयन में कॉपर(II) सल्फेट की सांद्रता = g dm^{-3}

परीक्षण विलयन में जिंक क्लोराइड की सांद्रता = g dm^{-3}