

स्पेक्ट्रमी प्रकाशमितीय अनुमापन

इकाई की रूपरेखा

4.1 प्रस्तावना	आवश्यकताएँ
उद्देश्य	कार्य-विधि
4.2 बियर-लैम्बर्ट का नियम	प्रेक्षण और परिकलन
4.3 प्रयोग 4: दिए गए रंगीन विलयन में KMnO_4 की सांद्रता के स्पेक्ट्रमी प्रकाशमितीय अनुमापन	परिणाम
सिद्धांत	4.4 बोध प्रश्नों का उत्तर

4.1 प्रस्तावना

पिछले प्रयोग में आपने, संकुलमिति द्वारा मैग्नीशियम (या जिंक) तथा जल के नमूना का विश्लेषण करके संपूर्ण कठोरता का मापन किया था। इस प्रयोग में आप, दिए गए KMnO_4 के रंगीन विलयन में KMnO_4 का स्पेक्ट्रमी प्रकाशमितीय अनुमापन करेंगे तथा KMnO_4 की सांद्रता का निर्धारण करेंगे।

उद्देश्य

दिए गए प्रयोग को करने के बाद, आप :

- ❖ दिए गए KMnO_4 के रंगीन विलयन में स्पेक्ट्रमी प्रकाशमितीय अनुमापन विधि के प्रयोग द्वारा KMnO_4 की सांद्रता का निर्धारण करना।

4.2 बियर-लैम्बर्ट-नियम

यदि किसी सेल में रखे रंगीन विलयन में से उचित तरंग-दैर्घ्य (wavelength) का प्रकाश गुजारा जाए तब अवशोषी स्पीशीज़ और सांद्रता और अवशोषण करने वाले माध्यम की मोटाई (thickness) पर निर्भर करते हुए प्रकाश का एक अंश अवशोषित होता है और बाकी प्रकाश पारगत (transmitted) हो जाता है। यद्यपि विलयन से कुछ प्रकाश परावर्तित (reflected), भी होता है, इसकी मात्रा बहुत कम होती है तथा नियंत्रण का प्रयोग करके इसको विलोप करते हैं। हम कह सकते हैं,

$$I_0 = I_a + I_t$$

जिसमें,

I_0 = आपतित प्रकाश (incident light) की तीव्रता

I_a = अवशोषित प्रकाश की तीव्रता

I_t = पारगत प्रकाश की तीव्रता

आपतित व पारगत विकिरण के बीच संबंध को सबसे अच्छी तरह, लैम्बर्ट एवं बियर नियमों द्वारा दिया जाता है जो I_a को क्रमशः माध्यम की मोटाई व सांद्रता से संबंधित करते हैं। आइए पहले ये दोनों नियम समझें।

लैम्बर्ट नियम

इस नियम के अनुसार, जब एक प्रकाश किरण पुँज (light beam) को किसी माध्यम/विलयन से गुजारा जाता है तब आपतित प्रकाश के बराबर अंश, बराबर मोटाई की परतों द्वारा अवशोषित होते हैं अथवा हम यह कह सकते हैं कि अवशोषी माध्यम की मोटाई के साथ तीव्रता में अवकल (differential) कमी, आपतित प्रकाश के समानुपाती होती है। गणितीय रूप में,

$$\frac{-dl}{db} = kl$$

जिसमें,

k = अनुपातिक स्थिरांक (proportionality constant)

b = मोटाई

इसे पुनर्व्यवस्थित करके हमें निम्न समीकरण प्राप्त होती है,

$$\frac{-dl}{l} = kdb$$

इसका समाकलन (integrate) करते तथा यह मानते हुए कि जब

$$b = 0, l = I_0,$$

$$\log_e \frac{l}{I_0} = -kb$$

$$\text{अथवा } \log_{10} \frac{I_0}{l} = \frac{kb}{2.303}$$

$$\frac{k}{2.303} = K$$

$\log_{10} \frac{I_0}{l}$ "अवशोषणांक" (absorbance) कहलाता है जबकि $K(k/2.303)$ अवशोषण गुणांक (absorption coefficient) कहलाता

बियर नियम

इस नियम के अनुसार माध्यम की सांद्रता के अंकगणितीय रूप में कम होने के साथ-साथ प्रकाश किरण पुंज की तीव्रता चरघातांकीय तरीके से कम होती है। हम कह सकते हैं कि सांद्रता (c) के फलन के रूप में प्रकाश की तीव्रता में अवकल कमी, आपतित प्रकाश की तीव्रता के समानुपाती होती है।

$$\frac{-dl}{dc} = k'l$$

पुनर्व्यवस्थित करके,

$$\frac{-dl}{l} = k'dc$$

इसका समाकलन करके तथा यह मानते हुए कि जब $c = 0, l = l_0$,

$$\log_e \frac{l}{l_0} = -k'c$$

अथवा $\log_{10} \frac{l_0}{l} = \frac{k'c}{2.303} = K'c$

$l_0/l = A$, अर्थात् अवशोषणांक

$K' =$ अवशोषण गुणांक

आप देख सकते हैं, $K = K'$

बियर-लैम्बर्ट का नियम

उपरोक्त वर्णित दोनों नियमों को संयोजित करने से हमें बियर-लैम्बर्ट नियम प्राप्त होता है जिसके अनुसार दिए गए अवशोषी माध्यम द्वारा अवशोषित प्रकाश का अंश, माध्यम की मोटाई के समानुपाती होता है। लैम्बर्ट एवं बियर के नियमों के समान गणितीय व्यंजक को निम्न प्रकार से लिख सकते हैं,

$$A = \epsilon cl \quad \dots (4.1)$$

जिसमें,

$l =$ माध्यम की मोटाई

$c =$ mol dm⁻³ में सांद्रता

$\epsilon =$ मोलर अवशोषण गुणांक

मोलर अवशोषण गुणांक (molar absorption coefficient), ϵ , 1 M की सांद्रता वाले उस विलयन का अवशोषण होता है जिसे 1 सेमी मोटाई के सेल में रखा गया है। अवशोषण को **प्रकाशिक घनत्व (optical, OD)**, भी कहते हैं।

समीकरण 4.1 के अनुसार, किसी निश्चित पथ लंबाई के पात्र में रखे विलयन का अवशोषण या OD, सांद्रता के समानुपाती होता है। यदि किसी विलयन के अवशोषण व

सांद्रता के बीच खींचा गया आलेख रैखीय (linear) हो तब हम यह कह सकते हैं कि विलयन बियर-लैम्बर्ट नियम का अनुसरण करता है। तनु विलयन इस नियम का अनुसरण एक पर्याप्त सांद्रता परास (considerable concentration range) तक करते हैं और इसकी ऊपरी सीमा भिन्न निकायों पर निर्भर करती है। अधिक सांद्रता पर अनियमितताएँ पाई जाती हैं जो रंगीन विलेय में होने वाले परिवर्तन के कारण होती हैं। ये विलेय अधिक सांद्रता पर संगुणन (association) दर्शा सकते हैं। इसलिए ज्ञात सांद्रता वाले कई मानकों का अंशशोधन वक्र (calibration curve) बनाना उचित होता है।

स्पेक्ट्रमी प्रकाशमितीय अनुमापन स्पेक्ट्रम प्रकाशमापी से मापा जाता है। यंत्र एवं इसके इस्तेमाल के निर्देश पुस्तिका में दिए गए हैं। आपके परामर्शदाता भी आपको इसके बारे में समझाएंगे। इस यंत्र के मूल नियम को यहाँ संक्षेप में दिया जा रहा है। इसके अध्ययन से पहले नीचे दिए गए बोध प्रश्न को हल करने की कोशिश करें।

बोध प्रश्न 1

नीचे दिए गए कथनों में से सही कथन के सामने $\sqrt{\quad}$ का चिन्ह तथा गलत के सामने \times का चिन्ह लगाइए।

- किसी पदार्थ की पारगमता उसके अवशोषण के कम होने से बढ़ती है।
- किसी पदार्थ की अवशोषण उसकी सांद्रता के बढ़ने के साथ-साथ कम होता है।
- पदार्थ का अवशोषण उसकी लंबाई पर निर्भर नहीं करता है।
- पदार्थ में वायु का बुलबुला उसके अवशोषण के मान को प्रभावित नहीं करेगा।

4.3 प्रयोग 4: दिए गए रंगीन विलयन में KMnO_4 की सांद्रता का स्पेक्ट्रमी प्रकाशमितीय विधि द्वारा अनुमापन

पिछले प्रयोग में आपने, संकुलमिति द्वारा मैग्नीशियम (या जिंक) तथा जल के नमूना का विश्लेषण करके संपूर्ण कठोरता का मापन किया था। इस प्रयोग में आप, दिए गए रंगीन विलयन में KMnO_4 की सांद्रता अनुमापन स्पेक्ट्रम प्रकाशमापी के प्रयोग द्वारा करेंगे।

4.3.1 सिद्धांत

दिए गए रंगीन विलयन में KMnO_4 की सांद्रता का स्पेक्ट्रमी प्रकाशमितीय निर्धारण एक सरल सिद्धांत पर आधारित है। विलयन के रंग की तीव्रता का उपयोग दिए गए रंगीन विलयन में KMnO_4 की सांद्रता के माप के रूप में किया जा सकता है। यहां आप KMnO_4 की ज्ञात लेकिन परिवर्ती सांद्रता वाले कई विलयन तैयार करेंगे। सबसे पहले आपको रंगीन यौगिक (KMnO_4) के अधिकतम अवशोषण (λ_{max}) की तरंग दैर्ध्य निर्धारित करनी होगी। फिर, इस अधिकतम तरंग दैर्ध्य पर, एक सांद्रता-अवशोषण

अंशांकन वक्र बनाने के लिए स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी में KMnO_4 के विभिन्न सांद्रता के अवशोषण को मापें। इस अंशांकन वक्र की सहायता से अज्ञात विलयन की सांद्रता निर्धारित की जाती है।

4.3.2 आवश्यकताएँ

इस प्रयोग के लिए निम्नलिखित उपकरणों, रासायनिक द्रव्यों और विलयनों के आवश्यकता होती हैं।

उपकरण	No.	रासायनिक द्रव्य
क्यूवे के साथ स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी	1	KMnO_4
ब्यूरेट (50 cm ³)	1	
ब्यूरेट स्टैंड	1	
परखनली	15	
परखनली स्टैंड	1	
आयतनी फ्लास्क (100 cm ³)	1	
बीकर	2	
मापक सिलिन्डर	1	
दिए गए विलयन		

KMnO_4 का संग्रह विलयन (0.001 M): यह विलयन KMnO_4 के सही द्रव्यमान को जल में घोलकर तथा विलयन के आयतन को 100 cm³ बनाकर प्राप्त किया जाता है।

4.3.3 कार्य-विधि

- स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी को 'चालू' करें और लगभग दस मिनट तक गर्म होने दें।
- एक साफ व सूखा क्यूवे उसमें आसुत जल डाल लें।
- प्रतिदर्श ढक्कन खोलें और क्यूवे को प्रतिदर्श होल्डर में डालें।
- क्यूवे को हमेशा एक तरीके से ही अंदर डालें।
- प्रतिदर्श कक्ष के ढक्कन को बंद कर दें।
- स्पेक्ट्रोफोटोमीटर को शून्य अवशोषण या 100% संचरण पर सेट करें।
- क्यूवे को निकाल लें, इसमें रखे संदर्भ विलयन को निकाल दें और क्यूवे को साफ करके सुखा लें।

अधिकतम अवशोषण की तरंग दैर्घ्य का चयन (λ_{\max})

- सबसे पहले, आपको रंगीन यौगिक (KMnO_4) के अधिकतम अवशोषण (λ_{\max}) की तरंग दैर्घ्य निर्धारित करनी होगी।
- 0.001 M KMnO_4 का 100 cm^3 संग्रह विलयन (stock solution) बनाएँ।
- क्यूवे में संग्रह विलयन डाल दें। जिस तरह चरण 1 में क्यूवे को सेल-होल्डर में डाला गया था उसी तरह फिर से डालें।
- अंशशोधन का सही पाठ्यांक प्राप्त कीजिए।
- इसके लिए क्यूवे में KMnO_4 (0.001 M) का विलयन लें।
- $400\text{--}700\text{ nm}$ की सीमा में KMnO_4 (0.001 M) के संग्रह विलयन के अवशोषण स्पेक्ट्रम को रिकॉर्ड करें। यदि उपकरण मैनुअल प्रकार का है, तो स्पेक्ट्रमी परास (या सभी तरंग दैर्घ्य) पर प्रत्येक 10 nm के बाद अवशोषण मान को मापें और अवलोकन तालिका I में पाठ्यांक रिकॉर्ड करें।
- ग्राफ़ में तरंग दैर्घ्य के एक फलन के रूप में अवशोषण को आलेखित करके स्पेक्ट्रम आरेखित करें। फिर, उस तरंग दैर्घ्य का चयन करें जो अधिकतम अवशोषण देता है, अर्थात् λ_{\max} ।

अगला, इस अधिकतम तरंग दैर्घ्य पर, आपको स्पेक्ट्रमी प्रकाशमितीय अनुमापन के लिए स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी का अंशांकन करना होगा।

रैखिकता की जाँच

- तरंग दैर्घ्य चयनकर्ता नॉब के साथ तरंग दैर्घ्य का चयन करें (KMnO_4 के लिए तरंग दैर्घ्य जिसके लिए यह अधिकतम अवशोषण दिखाता है, है)
- दस साफ व सूखी परखनलियाँ लीजिए और उनमें KMnO_4 संग्रह विलयन का क्रमशः 10.0 cm^3 , 9.0 cm^3 , 8.0 cm^3 , 7.0 cm^3 , 6.0 cm^3 , 5.0 cm^3 , 4.0 cm^3 , 3.0 cm^3 , 2.0 cm^3 और 1.0 cm^3 डाल दें। प्रत्येक परखनली मर्तें आवश्यक आसुत जल डालकर विलयन का कुल आयतन 10.0 cm^3 बना लें।
- अंशशोधन के लिए इस्तेमाल किया गया क्यूवे फिर से लें। प्रत्येक विलयन के लिए अवशोषण रिकॉर्ड करें जैसा कि अवलोकन तालिका II में है, यह सुनिश्चित करने के लिए कि विलयन डालने से पहले क्यूवे को ठीक से धोया गया
- मीटर पाठ्यांकों व परखनलियों में लिए गए संग्रह विलयन के आयतन के बीच एक ग्राफ़ खींचें। इससे एक रैखिक ग्राफ़ प्राप्त होने की अपेक्षा की जाती है क्योंकि KMnO_4 का विलयन इस सांद्रता में बियर-लैम्बर्ट नियम का अनुसरण करता है।

आप नमूने के अवशोषण का पता लगाने के लिए स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी का उपयोग करेंगे। एक स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी एक उपकरण है जो प्रकाश विकिरण के प्रतिशत संप्रेषण (%T) का पता लगाता है जब नमूने के माध्यम से कुछ तीव्रता और आवृत्ति रेंज का प्रकाश पारित किया जाता है। यह उपकरण संचरित प्रकाश की तीव्रता की तुलना

घटना से करता है। उपकरण जैसे विकिरण का स्रोत आमतौर पर हाइड्रोजन या ड्यूटेरियम लैंप होता है।



क्यूवे

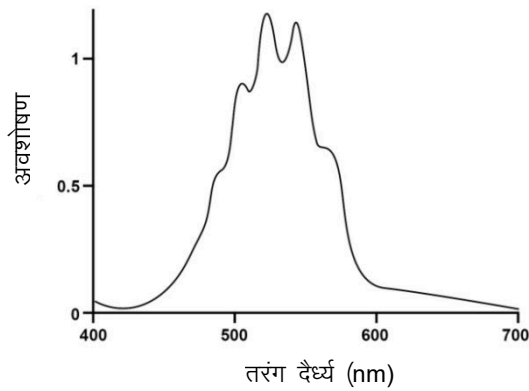
चित्र 4.1: पराबैंगनी-दृश्य स्पेक्ट्रम प्रकाशमापी

- अंत में, इस अधिकतम तरंग दैर्ध्य पर, अज्ञात सांद्रता के विलयन के अवशोषण मान को नोट करें और अंशांकन वक्र की सहायता से इसकी सांद्रता निर्धारित करें। अब प्रेक्षण तालिका II में दर्ज प्रेक्षणों को एक ग्राफ में आलेखित करें।
- ग्राफ से अज्ञात सांद्रता के विलयन का अवशोषण मान नोट करें और उसकी संगत सांद्रता ज्ञात करें। कमजोर पड़ने वाले कारक को ध्यान में रखें और मान की रिपोर्ट करें।
- कमजोर पड़ने वाले कारक को ध्यान में रखते हुए अज्ञात नमूना विलयन में $KMnO_4$ की सांद्रता की गणना करें और मान की रिपोर्ट करें।

4.3.4 प्रेक्षण और परिकलन

प्रेक्षण सारणी I: अधिकतम अवशोषण की तरंग दैर्ध्य का चयन (λ_{max})

तरंग दैर्ध्य (nm)	अवशोषण	तरंग दैर्ध्य (nm)	अवशोषण	तरंग दैर्ध्य (nm)	अवशोषण
400		500		600	
410		510		610	
420		520		620	
430		530		630	
440		540		640	
450		550		650	
460		560		660	
470		570		670	
480		580		680	
490		590		690	
				700	



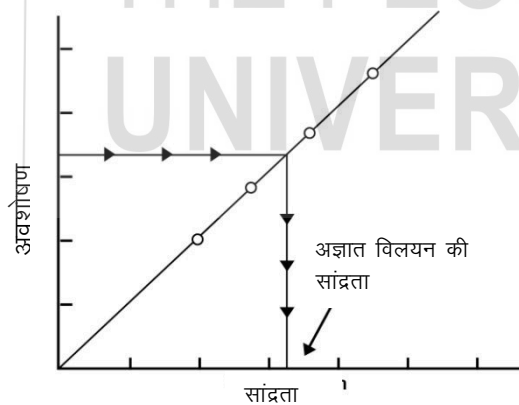
चित्र 4.2: मानक विलयन के लिए तरंग दैर्घ्य और अवशोषण के बीच ग्राफ

स्पेक्ट्रम से, अधिकतम अवशोषण की तरंग दैर्घ्य λ_{\max} पाया जाता है:nm.

प्रेक्षण सारणी II

KMnO₄ की सांद्रता के फलन के रूप में मीटर पाठ्यांक

क्र.सं.	प्रतिशत m/v में KMnO ₄ की सांद्रता	λ_{\max} में अवशोषण
1	0	
2	2	
3	4	
4	6	
5	8	
6	10	
अज्ञात	



चित्र 4.3: KMnO₄ की सांद्रता और अवशोषण के बीच ग्राफ (प्रेक्षण सारणी II से)।

4.3.6 परिणाम

दिए गए विलयन में KMnO₄ की सांद्रता है।

4.4 बोध प्रश्नों के उत्तर

बोध प्रश्न

- 1) i) \checkmark ii) \times iii) \times ii) \checkmark

प्रयोग 5

जॉब विधि द्वारा एक संकुल के संघटन का निर्धारण

प्रयोग की रूपरेखा

5.1 प्रस्तावना आवश्यकताएँ

उद्देश्य

कार्य-विधि

5.2 प्रयोग 5: जॉब विधि द्वारा Fe^{3+} -सैलिसिलिक अम्ल संकुल के संघटन का निर्धारण

प्रेक्षण और परिकलन

परिणाम

सिद्धांत

5.1 प्रस्तावना

पिछले प्रयोग में आपने, दिए गए रंगीन विलयन में KMnO_4 की सांद्रता का स्पेक्ट्रमी प्रकाशमितीय अनुमापन किया था। इस प्रयोग में आप जॉब विधि द्वारा Fe^{3+} -सैलिसिलिक अम्ल संकुल के संघटन का निर्धारण करेंगे।

उद्देश्य

दिए गए प्रयोग को करने के बाद, आप :

- ❖ जॉब विधि को समझेंगे; और
- ❖ एक स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी का उपयोग करके जॉब की विधि द्वारा किसी विलयन में Fe^{3+} सैलिसिलिक अम्ल संकुल के संघटन का निर्धारण करेंगे।

5.2 प्रयोग 5: जॉब विधि द्वारा Fe^{3+} -सैलिसिलिक अम्ल संकुल के संघटन का निर्धारण

पिछले प्रयोग में आपने, दिए गए रंगीन विलयन में KMnO_4 की सांद्रता के स्पेक्ट्रमी प्रकाशमितीय अनुमापन किया था। इस प्रयोग में आप स्पेक्ट्रम प्रकाशमापी का उपयोग करके जॉब विधि द्वारा Fe^{3+} -सैलिसिलिक अम्ल संकुल के संघटन का निर्धारण करेंगे।

5.2.1 सिद्धांत

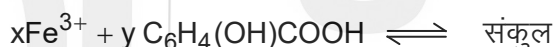
ग्राम अणु अंश किसी एक मिश्रण में एक संघटक के ग्राम अणुओं की संख्या का उस मिश्रण में सभी पदार्थों के ग्राम अणुओं की कुल संख्या का अनुपात है। ग्राम अणु अंश का प्रतीक x है। उदाहरण किसी धातु M और लिगंड L के मिश्रण में, संघटक (x_L) के ग्राम अणु अंश की गणना निम्न सूत्र के अनुसार की जाएगी:

$$x_L = \frac{\text{मोल}(L)}{\text{मोल}(M) + \text{मोल}(L)}$$

आप बी.सी.एच.सी.टी.-137 पाठ्यक्रम की इकाई 4 और 5 में उपसहसंयोजन रसायन का विवरण पहले ही पढ़ चुके हैं। कुछ लिगंड बहुदंतुर होते हैं (जैसे EDTA)। ठोस अवस्था में उपस्थित किसी धातु आयन/लिगंड संकुल का सूत्र निर्धारण उस संकुल को बनाने वाले प्रत्येक तत्व की रससमीकरणमितीय मात्रा को प्रत्यक्ष विश्लेषण द्वारा किया जा सकता है।

हालांकि किसी घोल में उपस्थिति किसी यौगिक का पहली बार में, संकुल के सूत्र का निर्धारण करना प्रत्यक्ष रूप से सरल नहीं है। परंतु, सर्वप्रथम जॉब ने एक ऐसी तकनीक करना विकसित की जिसमें निरंतर परिवर्तन की एक ऐसी विधि का उपयोग किया गया, जो हमें किसी विलयन में उपस्थित संकुल का सूत्र खोजने में सहायक होती है। इस पद्धति में विभिन्न विलयन तैयार किए जाते हैं जबकि इनकी सांद्रता स्थिर रखी जाती है। इन विलयनों का उपयोग करके, विलयन के प्रकाश अवशोषण को मापा जाता है और इन लिगंडों के अंश के विरुद्ध में आलेखित किया जाता है। इस प्रयोग में एक पराबैंगनी/दृश्य स्पेक्ट्रम प्रकाशमापी को उपयोग किया जाता है जिसके बारे में आपको पिछले भाग में बताया गया है।

इस प्रयोग में, जॉब की विधि द्वारा विलयन में उपस्थित Fe^{3+} -सैलिसिलिक अम्ल संकुल के संघटन का निर्धारण किया जाता है। सैलिसिलेट आयन के साथ Fe^{3+} का बैंगनी रंग के संकुल बनाने की अभिक्रिया निम्नानुसार है:



इस संकुल का गठन सैलिसिलिक अम्ल के संकुलों के आयनों के साथ फेरिक आयन मिलाकर किया जाता है, और इस कारण इस संकुल का विलेयता स्थिरांक, pH के साथ-साथ बदलता रहता है। यह अभिक्रिया pH 2.6 पर कराई जाती है। जिस पर कार्बोक्सिलिक अम्ल आंशिक रूप से जबकि अम्ल के फेनोलिक समूहों का पूर्ण असंबद्ध होता है। यह pH श्रेणी 0.002 M के हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में Fe^{3+} विलयन और सैलिसिलिक अम्ल का उपयोग करके प्राप्त की जाती है।

संकुल 'A' का प्रकाशिक अवशोषण बीयर-लैम्बर्ट का नियम (पिछले प्रयोग में दिया गया) द्वारा दिया गया है,

$$A = \log \frac{I_0}{I_t} = \epsilon cl \quad \dots(5.1)$$

जहां यह I_t और I_0 आपतित और संचरित प्रकाश तीव्रता को दर्शाते हैं, ϵ संकुल का विलोपन गुणांक है और l प्रकाश पथ की लंबाई है।

जॉब विधि का उपयोग करके हम संकुल का आनुभविक सूत्र प्राप्त किया जा सकता है। जब अभिकारकों के समअणुक विलयनों की मात्रा को अलग-अलग अनुपात में मिलाया जाता है, तो साम्यावस्था पर संकुल की अधिकतम मात्रा तब बनती है जब दो अभिकारक एक ही मोल अनुपात में उपस्थित होते हैं, यह किसी भी संकुल गठन के लिए आवश्यक होता है।

समअणुक विलयन 1:9, 2:8, ..., 9:1 के आयतन अनुपात में बनाकर और मिश्रित किए जाते हैं। इसलिए प्रत्येक अभिक्रिया में कुल अभिक्रियात्मक सांद्रता समान रहती है। प्रत्येक विलयन का जॉब आलेख बनाने के लिए दिए गए संघटकों के अधिकतम अवशोषण मान को किसी एक संघटक के मोल अंश को विरुद्ध आलेखित किया जाता है। इस प्रकार बने वक्र का अधिकतम मान, इस संकुल के आनुभविक सूत्र को इंगित करता है। वर्तमान स्थिति में हम अधिकतम यह आशा करते हैं कि 5:5 अनुपात का मिश्रण 1:1 अनुपात वाले Fe^{3+} सूत्र (लवण) की पुष्टि करता होगा।

सबसे पहले आप को संकुल विलयन के किसी भी समूह का उपयोग करके अधिकतम अवशोषण (λ_{max}) की तरंग दैर्घ्य का निर्धारण करना होगा। अज्ञात (रिक्त) विलयन (0.0025 M) हाइड्रोक्लोरिक अम्ल का उपयोग वायु नलिका तथा काँच नलिका के विलयन अंतर पृष्ठीय परावर्तन से होने वाले क्षय की भरपाई करता है ताकि केवल प्रतिदर्श के अवशोषण को मापा जा सके।

5.2.2 आवश्यकताएँ

इस प्रयोग के लिए निम्नलिखित उपकरणों और रासायनिक द्रव्यों के आवश्यकता होती हैं।

उपकरण	No.	रासायनिक द्रव्य
क्यूबे के साथ स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी	1	सैलिसिलिक अम्ल
मानक फ्लास्क (100 ml)	1	सल्फ्यूरिक अम्ल(H_2SO_4)
आयतनी फ्लास्क (100 ml)	1	फेरस अमोनियम सल्फेट हेक्साहाइड्रेट [$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$] [मोर का लवण]
अंशांकित पिपेट (10 ml)	1	
तोल बोतल	1	

5.2.3 कार्य-विधि

सबसे पहले, 0.002 M हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में 0.001 M सैलिसिलिक अम्ल का विलयन तैयार करें और 0.002 M हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में 0.001 M Fe^{3+} आयन फेरिक क्लोराइड मिलाएं। फिर सारणी 5.1 के अनुसार विभिन्न समूहों का उपयोग करके निम्नलिखित विलयन बनाएं।

सारणी 5.1

Fe^{3+} आयन (cm^3)	9	8	7	6	5	4	3	2	1
सैलिसिलिक अम्ल(cm^3)	1	2	3	4	5	6	7	8	9

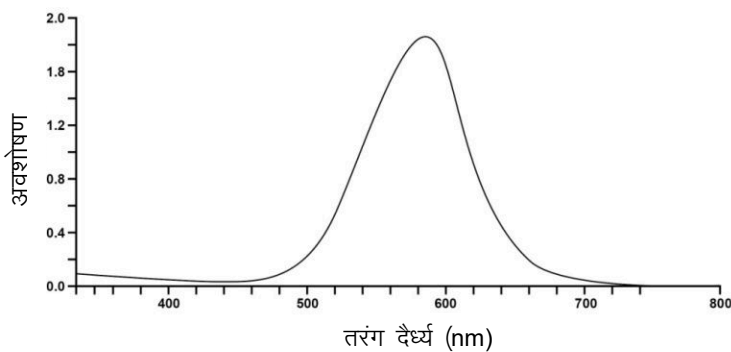
- उपरोक्त में किसी भी विलयन, जैसे कि 5:5 Fe^{3+} : सैलिसिलिक अम्ल, का उपयोग करके λ_{max} निर्धारित करें।
- 400-700 nm की अवशोषण सीमा में विलयन के प्राप्त अवशोषण मान को प्रेक्षण सारणी I में लिखें।
- आरेख में तरंग दैर्घ्य के एक फलन के रूप में अवशोषण को आलेखित करके स्पेक्ट्रम आरेखित करें जैसा कि चित्र 5.1 में दिखाया गया है।
- तत्पश्चात्, उस तरंग दैर्घ्य का चयन करें जो λ_{max} अवशोषण दिखाता है।
- प्रेक्षण सारणी II के अनुसार प्रत्येक विलयन के प्राप्त λ_{max} अवशोषण मान को लिखें।
- प्रेक्षण सारणी II की सहायता से मिश्रण में उपस्थित Fe^{3+} आयनों के विलयन के आयतन के विरुद्ध अवशोषण के बीच आलेख को चित्र 5.2 के अनुसार आलेखित करें।
- वक्र में अधिकतम बिंदु को चिन्हित करें जो संकुल की संघटन से मेल खाता है। वर्तमान प्रयोग दर्शाता है कि Fe^{3+} आयनों और सैलिसिलिक अम्ल का मोलर अनुपात 1:1 है।

5.2.4 प्रेक्षण और परिकलन

प्रेक्षण सारणी I

Fe^{3+} - सैलिसिलिक अम्ल संकुल का अधिकतम अवशोषण की तरंग दैर्घ्य का (λ_{max}) का निर्धारण

तरंग दैर्घ्य (nm)	अवशोषण	तरंग दैर्घ्य (nm)	अवशोषण	तरंग दैर्घ्य (nm)	अवशोषण
400		500		600	
410		510		610	
420		520		620	
430		530		630	
440		540		640	
450		550		650	
460		560		660	
470		570		670	
480		580		680	
490		590		690	
				700	

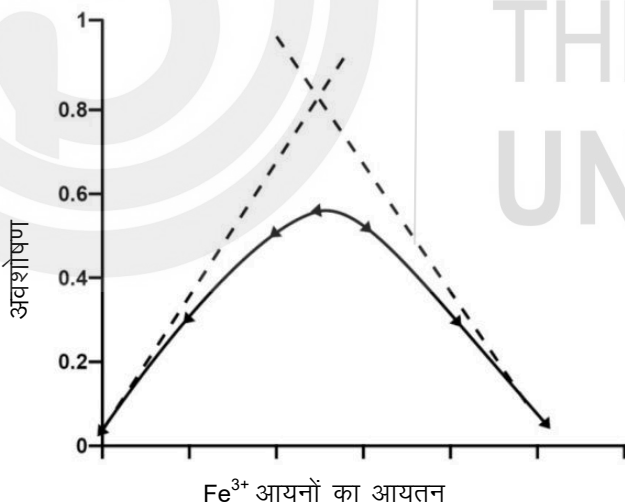


चित्र 5.1: मिश्रण में Fe³⁺ आयनों के विलयन में तरंग दैर्घ्य और अवशोषण के बीच का ग्राफ

ग्राफ द्वारा $\lambda_{\text{max}} = \dots\dots\dots \text{nm}$

प्रेक्षण सारणी II
संकुल के संघटन का निर्धारण

Fe ³⁺ आयन (cm ³)	सैलिसिलिक अम्ल (cm ³)	अवशोषण
9	1	
8	2	
7	3	
6	4	
5	5	
4	6	
3	7	
2	8	
1	9	



चित्र 5.2: मिश्रण में Fe³⁺ आयनों के विलयन में अवशोषण और आयतन के बीच का ग्राफ।

वक्र में सबसे ऊपर जो बिंदु है = संकुल के संघटन

5.2.5 परिणाम

दिए गए विलयन में जॉब विधि द्वारा Fe³⁺-सैलिसिलिक अम्ल संकुल के संघटन =..... है।