प्रयोग 5

जॉब विधि द्वारा एक संकुल के संघटन का निर्धारण

प्रयोग की रूपरेखा

5.1 प्रस्तावना

उद्देश्य

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

सिद्धांत

आवश्यकताएँ

कार्य–विधि

प्रेक्षण और परिकलन

परिणाम

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 करेंगें।

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। उदा हरण किसी धातु M और लिगंड L के मिश्रण में, संघटक (x_L) के ग्राम अणु अंश की गणना निम्नू सूत्र के अनुसार की जाएगीः

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

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 विरूद्ध में आलेखित किया जाता है। इस प्रयोग मे 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 हैः

$$xFe^{3+} + y\,C_6H_4(OH)COOH \rightleftharpoons \text{संकुल}$$

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,

$$A = \log\frac{I_0}{I_t} = \varepsilon c l \qquad \ldots.(5.1)$$

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 समअुणक 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 विरूद्ध 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 दैर्ध्य 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
क्यूवे 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 $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O]$ [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 क्लोराइ 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

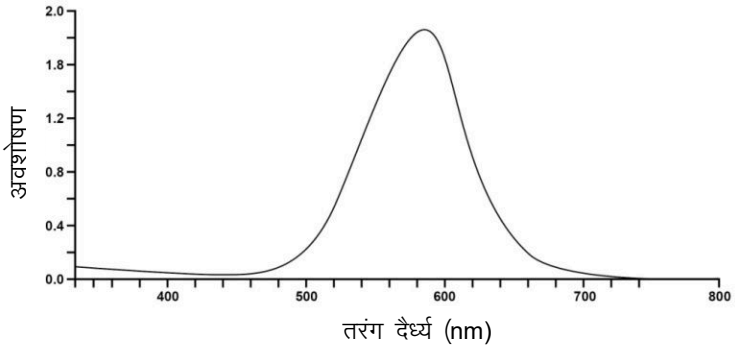
- उपरोक्त में किसी भी विलयन, जैसे कि 5:5 Fe^{3+}: सैलिसिलिक अम्ल, का उपयोग करके λ_{max} निर्धारित करें।
- 400-700 nm की अवशोषण सीमा में विलयन के प्राप्त अवशोषण मान को प्रेक्षण सारणी I में लिखें।
- आरेख में तरंग दैर्ध्य के एक फलन के रूप में अवशोषण को आलेखित करके स्पेक्ट्रम आरेखित करें जैसा कि चित्र 5.1 में दिखाया गया है।
- तत्पश्चात्, उस तंरग दैर्ध्य 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 विरूद्ध 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 दैर्ध्य का (λ_{max}) का निर्धारण

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	

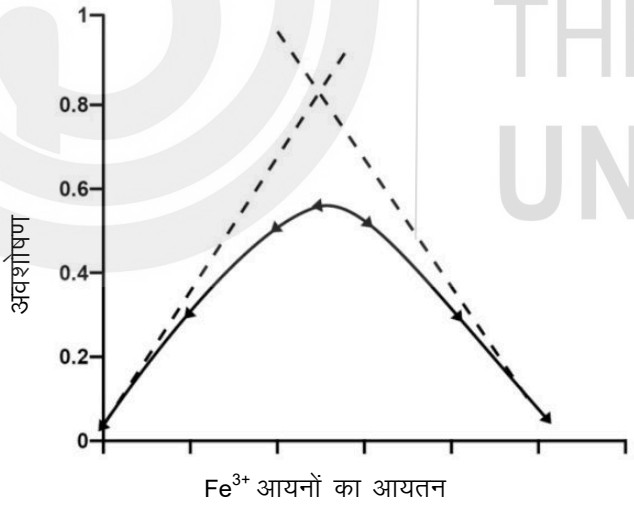


चित्र 5.1: मिश्रण में Fe^{3+} आयनों के विलयन में तरंग दैर्ध्य और अवशोषण के बीच का ग्राफ

ग्राफ द्वारा λ_{max} =.....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 Fe^{3+} 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 Fe^{3+} -सैलिसिलिक अम्ल संकुल के संघटन =..... है।