अध्याय – 3

क्रिस्टलीकरण

(Crystallisation)

यौगिकों का क्रिस्टलीकरण द्वारा शुद्धिकरण
(Purification of Compounds by Crystallisation)

जब किसी यौगिक को रासायनिक अभिक्रिया द्वारा बनाया जाता है तो उसमें विलेय तथा अविलेय अशुद्धियां पायी जाती है। अतः यह आवश्यक है कि इन अशुद्धियों को पृथक करके यौगिक को शुद्ध अवस्था में प्राप्त किया जाय। इन अशुद्धियों को पृथक्करण अशुद्धि की प्रकृति पर निर्भर करता है। इसके लिये अनेक विधियाँ जैसे छानना, निथारना, क्रिस्टलीकरण आदि प्रयोग में लायी जाती है। इनमें क्रिस्टलीकरण विधि अधिक उपयुक्त एवं महत्वपूर्ण विधि है।

जब किसी पदार्थ में उपस्थित अशुद्धि एवं पदार्थ की किसी विलायक में विलेयता भिन्न–भिन्न होती है तो पदार्थ का शुद्धिकरण क्रिस्टलीकरण विधि द्वारा किया जा सकता है। इस विधि में पदार्थ को उचित विलायक में घोल कर संतृप्त विलयन बनाते है तथा विलयन को छान लेते है। इससे अघुलनशील अशुद्धियां दूर हो जाती है। इस छनित विलयन को सान्द्रित करके ठण्डा करने पर पदार्थ के क्रिस्टल प्राप्त हो जाते है जिन्हे निथारकर अलग कर लेते है। घुली अशुद्धियां मातृद्रव में रह जाती हैं।

क्रिस्टलीकरण के लिए प्रयुक्त विलायक में निम्नलिखित गुण होने चाहिए :–

(1) यौगिक की विलायक से विलेयता कमरे के ताप पर कम एवं उच्च ताप पर अधिक होनी चाहिये।

(2) विलायक में अशुद्धियां या तो पूर्णतः विलेय या पूर्णतः अविलेय होनी चाहिये।

(3) यौगिक के साथ विलायक की कोई रासायनिक अभिक्रिया नहीं होनी चाहिये।

(4) विलायक ऐसा होना चाहिए जिसमें कोई भी अशुद्धि क्रिस्टलित किये जाने वाले पदार्थ के साथ क्रिस्टलित न हो।

अकार्बनिक यौगिकों के क्रिस्टलीकरण के लिये आसुत जल एक उपयुक्त विलायक हैं।

कुछ परिभाषएँ :–

(1) क्रिस्टल (Crystal)– वह पिण्ड जो कि एक निश्चित ज्यामितीय आकृति में समतल पृष्ठों से प्रतिबद्ध हो तथा अवयवी कणों की आन्तरिक व्यवस्था स्पष्ट करता हो, क्रिस्टल कहलाता है।

(2) क्रिस्टलीकरण (Crystallisation)– विलयन से क्रिस्टल प्राप्त करने के प्रक्रम को क्रिस्टलीकरण कहते है।

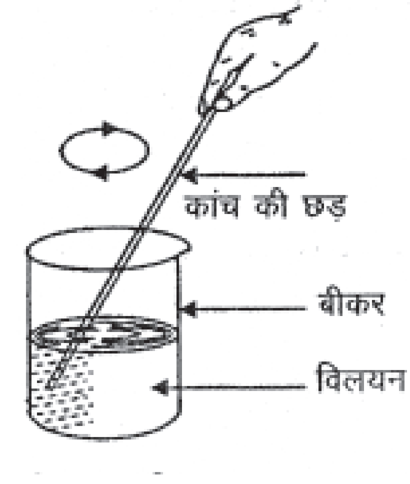
(3) मातृद्रव (Mother Liquor)–क्रिस्टलीकरण के उपरान्त शेष द्रव को मातृद्रव कहते है।

(4) क्रिस्टलन बिन्दु (Crystallisation Point)– वह बिन्दु जब गर्म विलयन को ठण्डा करने पर क्रिस्टल का बनना प्रारम्भ हो जाता है, क्रिस्टलन बिन्दु कहलाता है।

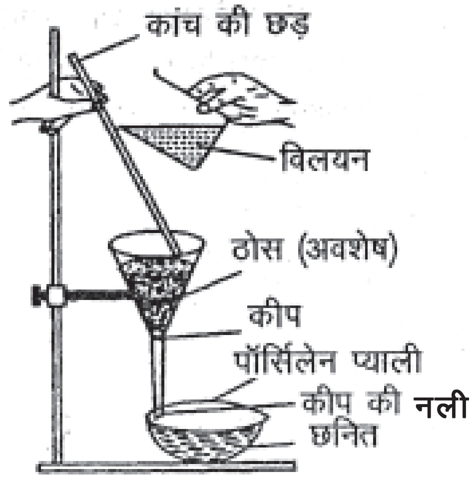
क्रिस्टलीकरण विधि (Method of Crystallisation) – अकार्बनिक पदार्थो के क्रिस्टलीकरण की प्रक्रिया निम्न पदों में सम्पन्न होती है–

(1) अशुद्ध पदार्थ का संतृप्त विलयन करना– एक 250 सेमी. बीकर में 50–60 सेमी. आसुत जल लेकर इसमें 5–6 ग्राम अशुद्ध पदार्थ मिलाकर इसे काँच की छड़ से अच्छी तरह हिलाकर घोलो तथा इस विलयन को 50.60^{0}C तक गर्म करो और अशुद्ध पदार्थ को थोड़ी–थोड़ी मात्रा में तब तक मिलाओ जब तक कि कुछ ठोस अविलेय अवस्था में नीचे न बैठ जाय (चित्र 3.1)। इस प्रकार से प्राप्त विलयन संतृप्त विलयन होता है।

(2) संतृप्त विलयन को छानना– उपर्युक्त गर्म संतृप्त विलयन को ठण्डा करने से अविलेय अशुद्धियां तथा ठोस पदार्थ की अधिक मात्रा नीचे बैठ जाती है। इन्हे दूर करने के लिये इसे कीप की सहायता से छानना पत्र से छानो। अविलेय अशुद्धियां तथा अतिरिक्त ठोस फिल्टर पत्र पर रूक जाते है तथा विलयन फिल्टर पत्र से छन जाता है। छनित को पॉर्सिलेन की प्याली में एकत्रित करो (चित्र 3.2)

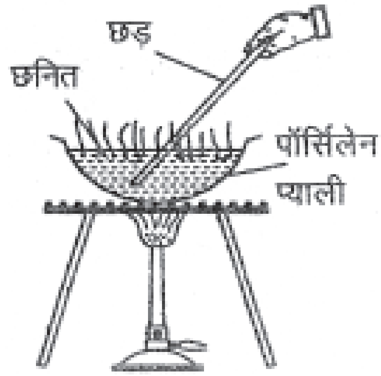


चित्र 3.1 विलयन बनाना

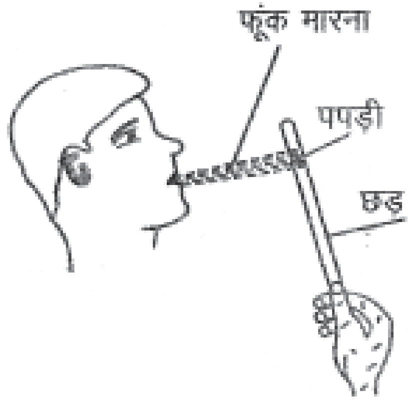


चित्र 3.2 विलयन को छानना

(3) संतृप्त विलयन का क्रिस्टलन बिन्दु तक सान्द्रण– उपर्युक्त छनित युक्त पर्सिलेन की प्याली को तार की जाली पर रखकर सावधानीपूर्वक गर्म करो (चित्र 3.3)। कुछ समय (लगभग दो मिनट) तक उबल जाने के पश्चात क्रिस्टलन बिन्दु का परीक्षण करो। इसके लिए एक साफ कांच की छड़ को उपर्युक्त गर्म विलयन में डूबोकर बाहर निकलो तथा मुँह से फूंक मारकर ठण्डा करो (चित्र 3.4)। यदि छड़ पर पदार्थ के क्रिस्टल (पपड़ी) दिखाई देने लगे तो समझो कि क्रिस्टलन बिन्दु आ गया है। क्रिस्टलन बिन्दु आने के बाद विलयन को और अधिक सान्द्रित नहीं करना चाहिए।



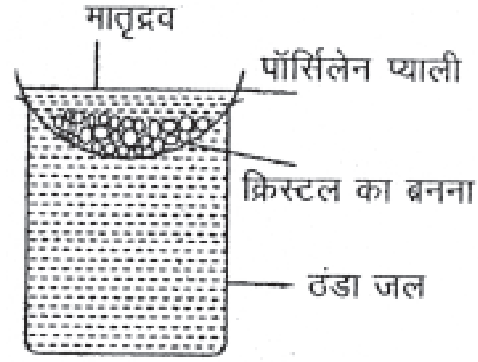
चित्र 3.3 विलयन का सान्द्रण



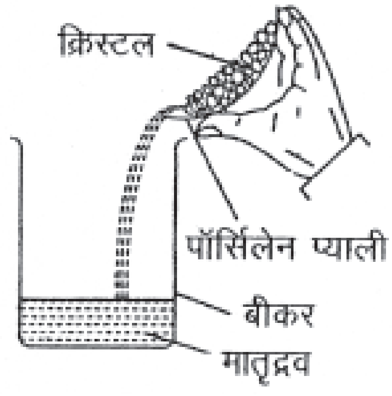
चित्र 3.4 क्रिस्टलन बिन्दु की जाँच

(4) सान्द्रित विलयन को ठंडा करना– अब उपर्युक्त गर्म सान्द्रित विलयन वाली पॉर्सिलेन की प्याली को वाच ग्लास से ढक कर अलग स्थान पर या ठंडे जल से भरे बीकर पर रख दो (चित्र 3.5)। कुछ समय पश्चात क्रिस्टल बनने लगते है। कभी–कभी क्रिस्टलन को प्रारम्भ करने के लिये शुद्ध यौगिक का एक क्रिस्टल डाल देते है जो नाभिक अथवा बीजारोपण का कार्य करता है अथवा बीकर की दीवार को कांच की छड़ से खुरचते हैं। शीघ्रता से ठंडा करने पर अथवा विलयन को हिलाने–डुलाने पर क्रिस्टलो का आकार छोटा रह सकता है तथा प्राप्ति भी कम होती है।

(5) क्रिस्टलों को पृथक करना– क्रिस्टलन की क्रिया पूर्ण होने पर अर्थात जब क्रिस्टलों का बनना बन्द हो जाए तो क्रिस्टलों को छानकर या निथार कर पृथक करो (चित्र 3.6)। छानने के लिये साधारण कीप अथवा बुकनर कीप का उपयोग किया जा सकता है। इसके पश्चात् क्रिस्टलों को फिल्टर पत्रों के बीच दबाकर अथवा निर्वात शोषित्र में रखकर सुखाओ।



चित्र 3.5 विलयन को ठंडा करना



चित्र 3.6 निथारना

नीचे कुछ प्रयोगों के द्वारा क्रिस्टलीकरण की प्रक्रिया समझाई गई है।

प्रयोग 1 :– फिटकरी के अशुद्ध नमूने से शुद्ध क्रिस्टल प्राप्त करना।

उपकरण : एक बीकर (250 cm^3) चीनी या पॉर्सिलेन की प्याली, कांच की छड़, कीप, त्रिपाद स्टैण्ड, फिल्टर पत्र, लोहे की जाली तथा खरल एवं मूसल।

रसायन पदार्थ : अशुद्ध फिटकरी, आसुत जल।

सिद्धान्त : फिटकरी एक द्विक लवण है जो कि साधारण लवण पोटेशियम सल्फेट तथा ऐलुमिनियम सल्फेट से मिलकर बना है। इसका रासायनिक सूत्र $K_2SO_4Al_2(SO_4)_324H_2O$ है। फिटकरी में विलेयशील तथा अविलेयशील अशुद्धियां होती है। फिटकरी का जल में संतृप्त विलयन बना कर छानने पर अविलेयशील अशुद्धियां दूर हो जाती है। छनित को क्रिस्टलन बिन्दु तक उबालकर ठंडा करने पर फिटकरी के शुद्ध क्रिस्टल पृथक हो जाते है तथा विलेयशील अशुद्धियां मातृद्रव में रह जाती है।

विधि : लगभग 10 ग्राम अशुद्ध फिटकरी के नमूने को खरल में मूसल से पीस कर बारीक चूर्ण बनाओ तथा 250 सेमी. के बीकर में डालकर आसुत जल में घोल कर संतृप्त विलयन बनाओ। इस संतृप्त विलयन को कीप में लगे फिल्टर पत्र की सहायता से पॉर्सिलोन की प्याली में छानो। छनित विलयन को क्रिस्टलन बिन्दु तक उबालो तथा बिना हिलाए अलग स्थान पर या या ठण्डे जल से भरे बीकर पर रख कर ठण्डा करो। थोडी देर में क्रिस्टल का बनना प्रारम्भ हो जाता है। जब क्रिस्टलन की प्रक्रिया पूर्ण हो जाये तो इन क्रिस्टलों को निथार कर मातृद्रव से पृथक करो तथा प्राप्त क्रिस्टलों को फिल्टर पत्र के बीच में दबा कर सुखाओ। साधारण तुला पर तौलकर इन क्रिस्टलों का भार ज्ञात करो।

परिणाम : प्राप्त शुद्ध क्रिस्टलों का भार.................ग्राम तथा रंग....................है।

सावधानियाँ :–

(1) अशुद्ध नमूने को जल की न्यून मात्रा में घोलना चाहिये।

(2) ठण्डा करते समय विलयन को हिलाना नहीं चाहिये अन्यथा क्रिस्टलों का आकार छोटा बनता है तथा मात्रा कम प्राप्त होती है।

(3) क्रिस्टलन बिन्दु के पश्चात् विलयन का और अधिक सान्द्रण नही करना चाहिए।

प्रयोग 2 :– कॉपर सल्फेट के अशुद्ध नमूने से शुद्ध क्रिस्टल प्राप्त करना।

उपकरण :– एक बीकर (250 cm^3), चीनी या पार्सिलेन की प्याली, कांच की छड़, त्रिपाद, स्टैण्ड, लोहे की जाली, फिल्टर पत्र।

रसायन पदार्थ :– अशुद्ध कॉपर सल्फेट, आसुत जल, तनु H_2SO_4

सिद्धांत :– अशुद्ध कॉपर सल्फेट के संतृप्त जलीय विलयन ने थोड़ा सा तनु H_2SO_4 मिलाकर छानने पर अविलेय अशुद्धियां दूर हो जाती है। छनित को क्रिस्टलन बिन्दु तक सान्द्रित करके ठण्डा करने पर शुद्ध क्रिस्टल बन जाते है। क्रिस्टलों को मातृद्रव से पृथक कर लेते है तथा विलयशील अशुद्धियां मातृद्रव में घुली रह जाती है।

विधि :– एक 250 cm के बीकर में लगभग 10 ग्राम बारीक चूर्ण किया कॉपर सल्फेट लो। इसका आसुत जल में संतृप्त विलयन बनाओ। कॉपर सल्फेट के जल अपघटन से कॉपर हाइड्रॉक्साइड $(Cu(OH)_2)$ बन सकता है, जिसे रोकने के लिये विलयन में लगभग 2 ml तनु H_2SO_4 मिलाओ। इससे विलयन साफ व पारदर्शी बनता है। इस विलयन को कॉँच की छड़ से हिलाते हुए धीरे–धीरे गर्म करो। गर्म विलयन को फिल्टर पत्र की सहायता से छानो। अविलेय अशुद्धियां फिल्टर पत्र पर रह जाती है। छनित को पॉर्सिलेन की प्याली से क्रिस्टलन बिन्दु तक सान्द्रित करो तथा सान्द्रित विलयन को ठंडे जल से भरे बीकर पर रखकर ठंडा करो। कॉपर सल्फेट के नीले रंग के क्रिस्टल बनकर पृथक होने लगते है। जब क्रिस्टलन पूरा हो जाय तो इन क्रिस्टलो को निथार कर मातृद्रव से पृथक करो। विलेयशील अशुद्धियां मातृद्रव में रह जाती है। इस प्रकार प्राप्त क्रिस्टलों को फिल्टर पत्र के बीच दबाकर सुखाओ तथा साधारण तुला पर तोलकर शुद्ध क्रिस्टल का भार ज्ञात करो।

परिणाम :– कॉपर सल्फेट के प्राप्त शुद्ध क्रिस्टलो का भार.............ग्राम तथा रंग...................है।

सावधानियाँ :–

(1) तनु H_2SO_4 अधिक मात्रा में नहीं डालना चाहिये।

(2) अन्य सावधानियाँ प्रयोग 1 के समान हैं।

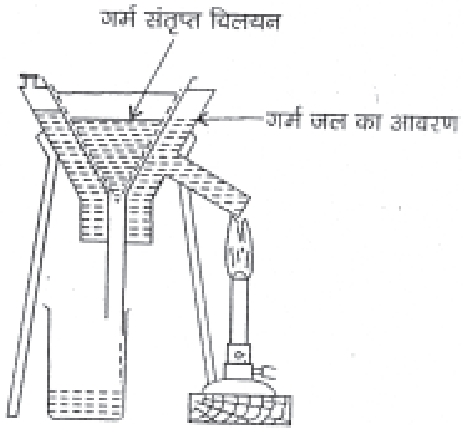
प्रयोग 3 :– अशुद्ध बेन्जोइक अम्ल से शुद्ध सफेद बेन्जोइक अम्ल के क्रिस्टल प्राप्त करना।

सिद्धान्त :– बेन्जोइक अम्ल में एक ध्रुवीय अभिलक्षकीय समूह (-COOH) है। इसलिए बेन्जोइक अम्ल के अणु पानी के ध्रुवीय अणुओं की ओर आकर्षित होते है और यह पानी में घुल जाता है।

उपकरण :– 250 ml शंक्वाकार फलास्क, कॉँच की छड़, धोने वाली बोतल, स्टैण्ड, फिल्टर पत्र, तिपाई आदि।

रासायनिक पदार्थ :– 1. अशुद्ध बेन्जोइक अम्ल 2. शुद्ध जल

विधि :– (1) घोल बनाना :– एक साफ 250 ml शंक्वाकार में 50 ग्राम अशुद्ध बेन्जोइक अम्ल लें और 50 मिली. पानी इसमें मिला दें और इसको बर्नर पर तार की जाली के ऊपर रख कर उबलने तक गर्म करें। अगर जरूरत हो तो थोड़ा सा और पानी डालें नहीं तो नहीं।



चित्र 3.7 गर्म जल को कीप की सहायता से निस्पंदन

(2) घोल को फिल्टर करना :– इस घोल को ठण्डा करें और थोड़ा सा क्रियाशील लकड़ी का कोयला (Activated Charcoal) मिलाएं। अशुद्ध त्रुटियों को दूर करने के लिए और इसको दुबारा कुछ मिनटों के लिए गर्म करें। गर्म घोल को गर्म पानी की कीप में फिल्टर करें और फिल्टर के बाद इसको चीनी के प्याले में इक्ट्ठा करें।

(3) घोल को ठण्डा करना :– चीनी के प्याले को काँच के ढक्कन के साथ ढक दें और इसको तब तक ढक कर रखें जब तक यह सामान्य तापमान पर ठण्डा न हो जाए। अब लगभग 15 मिनटों तक चीनी के प्याले को ठण्डे बर्फ वाले पानी में रखें और चूसन फिल्टर द्वारा सफेद क्रिस्टल इक्ट्ठे करें और ठण्डे पानी से इसको धो लें।

(4) क्रिस्टलों को सुखाना :– पानी सोखने वाली प्लेट और फिल्टर पत्र से क्रिस्टलों को सुखाओ। बाद में क्रिस्टलों को वाच ग्लास पर रखा दो और इनको सूखने के लिए हवा में खुला छोड़ दो।

(5) भौतिक तुला द्वारा सूखे क्रिस्टलों का भार मापना :– सूखे क्रिस्टलों का भार तोलें और इनको साफ परखनलियों में डालकर अध्यापक को दिखाएं। शुद्ध बेन्जोइक अम्ल के क्रिस्टल रंगहीन होंगे।

परिणाम :– बेन्जोइक के प्राप्त शुद्ध क्रिस्टलों का भार....................ग्राम तथा रंग.....................हैं।

सावधनियाँ :– प्रयोग 1 के समान।