

अध्याय – 6

अनुमापन – प्रयुक्त पद एवं उपकरण (Titration : Terms and Apparatus used)

अनुमापन (Titration)

विश्लेषण की इस विधि में किसी अज्ञात विलयन में उपस्थित पदार्थ की मात्रा का निर्धारण मानक विलयन के आयतन की सहायता से किया जाता है। इस विधि में अज्ञात विलयन का एक निश्चित आयतन लेकर उसमें ज्ञात विलयन (मानक विलयन) धीरे-धीरे मिलाते हैं तथा अभिक्रिया पूर्ण होने पर मानक विलयन का आयतन ज्ञात कर लेते हैं। अज्ञात विलयन के आयतन, मानक विलयन के आयतन तथा मानक विलयन की सान्द्रता से गणना द्वारा अज्ञात विलयन की सान्द्रता ज्ञात कर लेते हैं। आयतन मापकर मानक विलयन द्वारा किसी अज्ञात विलयन की सान्द्रता ज्ञात करने की इस विधि को अनुमापन कहते हैं।

अनुमापन में प्रयुक्त कुछ पदों की परिभाषाएँ

अनुमाप्य (Titre)— वह विलयन, जिसमें उपस्थित पदार्थ की मात्रा (सान्द्रता) ज्ञात की जाती है उसे अनुमाप्य कहते हैं। इसे अज्ञात विलयन भी कहते हैं।

अनुमापक (Titrant) — वह विलयन, जिसकी सहायता से अज्ञात विलयन की सान्द्रता कहते हैं, उसे अनुमापक कहते हैं। इसे ज्ञात विलयन भी कहते हैं।

मानक विलयन (Standard Solution)— वह विलयन जिसकी सान्द्रता ज्ञात होती है, उसे मानक विलयन कहते हैं।

माध्यमिक विलयन (Intermediate Solution)— द्वि-अनुमापनों में मानक तथा अज्ञात दोनों विलयन एक ही पदार्थ के होते हैं ऐसे अनुमापनों में एक अन्य पदार्थ के विलयन का प्रयोग करते हैं जिसे माध्यमिक विलयन कहते हैं।

अतः वह विलयन, जिसकी सहायता से मानक विलयन द्वारा अज्ञात विलयन की सान्द्रता ज्ञात की जाती है, माध्यमिक विलयन कहलाता है।

विलयन की सान्द्रता (Concentration of Solution)— विलयन के एक निश्चित भार या आयतन में घुले विलेय की मात्रा को विलयन की सान्द्रता कहते हैं।

अनुमापन में सान्द्रता को निम्नलिखित इकाईयों में व्यक्त करते हैं —

(अ) मोलरता (Molarity) - एक लिटर विलयन में उपस्थित विलेय पदार्थ के ग्राम मोलों की संख्या को विलयन की मोलरता कहते हैं। इसे M से प्रदर्शित करते हैं।

$$\text{अतः मोलरता (M)} = \frac{\text{विलेय के ग्राम मोलों की संख्या}}{\text{विलयन का लिटर में आयतन}}$$

$$\text{पदार्थ के ग्राम मोलों की संख्या} = \frac{\text{पदार्थ का ग्राम में भार}}{\text{पदार्थ का ग्राम में अणुभार}}$$

मोलर विलयन (Molar Solution) - यदि एक लिटर विलयन में विलेय पदार्थ का एक ग्राम मोल घुला हो तो वह विलयन मोलर विलयन कहलाता है।

(ब) **नार्मलता (Normality)** एक लिटर विलयन में उपस्थित विलेय पदार्थ के ग्राम तुल्यांक संख्या को विलयन की नार्मलता कहते हैं। इसे N से प्रदर्शित करते हैं।

$$\text{अतः नार्मलता} = \frac{\text{विलेय के ग्राम तुल्यांकों की संख्या}}{\text{विलयन का आयतन लिटर में}}$$

$$\text{पदार्थ के ग्राम तुल्यांकों की संख्या} = \frac{\text{पदार्थ का ग्राम में भार}}{\text{पदार्थ का ग्राम में तुल्यांकी भार}}$$

नार्मल विलयन (Normal Solution) यदि एक लिटर विलयन में विलेय का एक ग्राम तुल्यांक घुला हो तो वह विलयन नार्मल विलयन कहलाता है।

तुल्यांकी भार (Equivalent weight) किसी पदार्थ का तुल्यांकी भार, उस पदार्थ के भार भागों की वह संख्या है जो हाइड्रोजन के 1.008 भार भाग अथवा ऑक्सीजन के 8 भार भाग अथवा क्लोरीन के 35.5 भार भाग से संयोग करे अथवा उसे विस्थापित करें।

(स) सान्द्रता ग्राम प्रति लिटर (Strength is grams per litre) एक लिटर विलयन में घुले पदार्थ की ग्राम में मात्रा विलयन की ग्राम प्रति लिटर में सान्द्रता कहलाती है।

मोलरता तथा नार्मलता से इसे निम्न प्रकार से ज्ञात करते हैं –

(i) मोलरता के संदर्भ में

$$\text{सान्द्रता ग्राम प्रति लिटर} = \text{मोलरता} \times \text{अणुभार}$$

(ii) नार्मलता के संदर्भ में

$$\text{सान्द्रता ग्राम प्रति लिटर} = \text{नार्मलता} \times \text{तुल्यांकी भार}$$

नोट – वे पदार्थ जिनके अणु भार एवं तुल्यांकी भार समान होते हैं उनके विलयनों की मोलरता तथा नार्मलता भी समान होती है। जैसे सोडियम हाइड्रॉक्साइड (NaOH) का अणुभार तथा तुल्यांकी भार 40 होता है।

तुल्य बिन्दु (Equivalence point) वह बिन्दु, जिस पर अनुमापक एवं अनुमाप्य की अभिक्रिया पूर्ण होती है, तुल्य बिन्दु अथवा रस समीकरण मितिक बिन्दु कहलाता है।

अंतिम बिन्दु (End point) वह बिन्दु, जिस पर सूचक के रंग परिवर्तन द्वारा अभिक्रिया की पूर्णता का पता चलता है, अन्तिम बिन्दु कहलाता है।

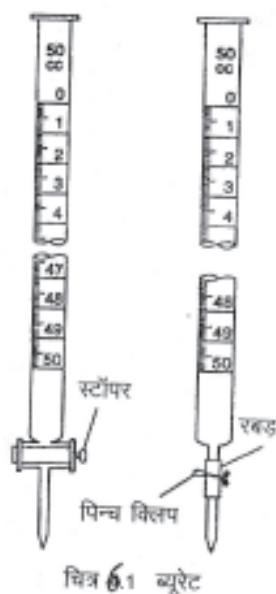
नोट – तुल्य बिन्दु तथा अन्तिम बिन्दु के मध्य एक बूंद का ही अन्तर होता है।

सूचक (Indicator) - वे रासायनिक पदार्थ, जो अभिक्रिया में उपस्थित होने पर रंग परिवर्तन द्वारा अभिक्रिया के पूर्ण होने की सूचना देते हैं, सूचक कहलाते हैं।

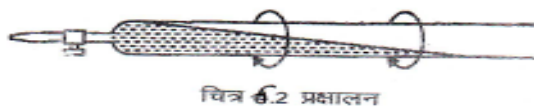
अनुमापन में प्रयुक्त किये जाने वाले उपकरण –

(1) ब्यूरेट (Burette) यह कठोर कांच की बनी अंशांकित बेलनाकार नली होती है जिसका निचला सिरा नुकीला होता है जिसमें कांच की टोंटी लगी रहती है। इसे ग्लास स्टॉपर ब्यूरेट कहते हैं। दूसरे प्रकार के ब्यूरेट पिन्च क्लिप वाले होते हैं। जिनमें नुकीले सिरे पर रबड़ की नली लगा कर उस पर पिन्च क्लिप लगा देते हैं। दोनों प्रकार के ब्यूरेट को चित्र (6.1) में दर्शाया गया है। कांच की नली अंशांकित रहती है। सामान्यतः उपयोग किये जाने वाले ब्यूरेट में ऊपर से नीचे की ओर शून्य (0) से पचास (50) तक बड़े भाग होते हैं। प्रत्येक बड़ा भाग फिर दस (10) बराबर भागों में विभाजित रहता है। एक छोटे भाग का आयतन 0.1 सेमी³ होता है। यह ब्यूरेट का अल्पत्मांक कहलाता है।

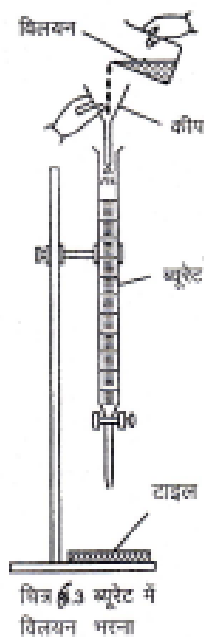
ब्यूरेट का उपयोग निम्न प्रकार से किया जाता है –



चित्र 6.1 ब्यूरेट

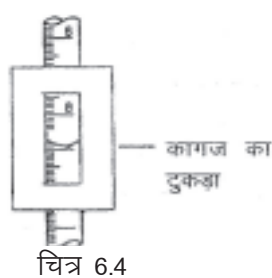


चित्र 6.2 प्रक्षालन

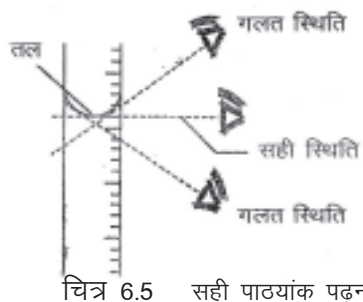


चित्र 6.3 ब्यूरेट में विलयन भरना

- (i) सर्वप्रथम ब्यूरेट को क्रोमिक अम्ल (सान्द्र विलयन) से धोते हैं फिर दो-तीन बार जल से और अन्त में आसुत जल से धोते हैं। साफ ब्यूरेट की दीवार पर विलयन या जल की बून्द अटकनी नहीं चाहिए।
- (ii) इसके बाद ब्यूरेट को 3-4 सेमी³ उस विलयन से खंगालते हैं जिसको ब्यूरेट में भरना है। धोने की इस क्रिया को प्रक्षालन (Rinse) कहते हैं। इससे ब्यूरेट में चिपकी जल की बूंदें दूर हो जाती हैं। (चित्र 6.2)
- (iii) इस प्रक्षालित ब्यूरेट को अब स्टैंड पर ब्यूरेट क्लिप की सहायता से सीधा लगा देते हैं।
- (iv) अब कीप की सहायता से इसे शून्य से कुछ ऊपर बिन्दु तक उस विलयन से भरते हैं जिस विलयन का इसमें उपयोग करना है। (चित्र 6.3)
- (v) ब्यूरेट की टॉपी या पिन्च क्लिप को खोलकर विलयन को तेज धार से बाहर निकालते हैं जिससे ब्यूरेट के निचले भाग में उपस्थित वायु के समस्त बुलबुले बाहर निकल जाएं। इसके पश्चात् विलयन को ब्यूरेट में शून्य से कुछ ऊपर तक पुनः भर देते हैं।
- (vi) अब ब्यूरेट के ऊपर से कीप को हटाकर विलयन को धीरे-धीरे निकाल कर एक निश्चित पाठ्यांक (0.0) नोट कर लेते हैं।
- vii) ब्यूरेट का सही पाठ्यांक नोट करने के लिए एक सफेद कागज के टुकड़े को द्रव के तल के समीप पीछे की ओर लगा देते हैं। (चित्र 6.4) तथा आंख को द्रव के तल के ऊपर या नीचे न रखकर तल के सीध में रखकर पाठ्यांक नोट करते हैं। (चित्र 6.5)



चित्र 6.4



चित्र 6.5 सही पाठ्यांक पढ़ना

(viii) रंगहीन—(चित्र 6.6) जबकि रंगीन द्रवों में निचले अर्द्धचन्द्राकार का पाठ्यांक लेते हैं।
(चित्र 6.7)

(ix) अनुमापन प्रक्रिया पूर्ण होने पर ब्यूरेट से विलयन को सम्बन्धित बोटल में निकाल कर इसे जल से 2–3 बार धोकर सुरक्षित स्थान पर रख देते हैं।
ब्यूरेट का प्रयोग करते समय ध्यान रखना चाहिए कि टॉटी लीक (Leak) नहीं होनी चाहिए। यदि टॉटी लीक हो तो इसमें वैसलीन लगा देनी चाहिए। अन्तिम बिन्दु पर ब्यूरेट के निचले सिरे पर बूंद टपकने की स्थिति में नहीं रहनी चाहिए।



चित्र 6.6
निचला तल



चित्र 6.7
ऊपरी तल

यदि ब्यूरेट में क्षार विलयन भरा गया हो तो प्रयोग करने के पश्चात् उसे जल से धोकर स्टेण्ड में उल्टा लटका देना चाहिए जिससे टॉटी का मुंह बन्द नहीं होता है।

(2) पिपेट (Pipette) (चित्र 6.8) – कांच के इस उपकरण के मध्य में बल्ब होता है। बल्ब के नीचे की नली का सिरा पतला होता है तथा ऊपरी सिरे को घिसकर समतल बना दिया जाता है। इसके ऊपरी सिरे को घिसकर समतल बना दिया जाता है। इसके ऊपरी सिरे की ओर एक वृत्ताकार चिन्ह होता है। पिपेट का उपयोग करते समय द्रव को इस चिन्ह तक ही भरा जाता है। इसके बल्ब पर निश्चित ताप जैसे 20°C तथा पिपेट से लिये जा सकने वाले आयतन का माप जैसे 20 सेमी^3 अंकित रहता है।



चित्र 6.8 पिपेट

पिपेट का उपयोग निम्न प्रकार से करते हैं –

(i) पिपेट को पहले क्रोमिक अम्ल से तथा फिर दो-तीन बार जल से अच्छी तरह धोकर अन्त में आसुत जल से धोते हैं। पिपेट को खाली करने पर अन्दर दीवार पर बून्द अटकी नहीं रहनी चाहिए।

- (ii) अब पिपेट को उस विलयन के $3-4\text{ सेमी}^3$ से प्रक्षालित करते हैं जिसे प्रयोग के दौरान इसके द्वारा लिया जाना है।
- (iii) पिपेट द्वारा लिये जाने वाले विलयन में इसका निचला सिरा डुबोकर ऊपरी सिरे को मुंह में लेकर सावधानीपूर्वक वायु को ऊपर खींचते हैं जिससे द्रव भी ऊपर चढ़ता है। सावधानी इसलिए आवश्यक है कि असावधानीपूर्वक द्रव मुंह में आ सकता है। द्रव को ऊपर मुंह से तब तक खींचते हैं जब तक कि द्रव पिपेट के ऊपरी नली के वृत्ताकार चिन्ह से थोड़ा ऊपर न आ जाए। यदि द्रव मुंह में आ जाए तो तुरन्त विलयन को थूक कर स्वच्छ जल से तीन-चार बार कुल्ला करना चाहिए।
- (iv) अब पिपेट का ऊपरी सिरा मुंह से निकाल कर तुरन्त तर्जनी अंगुली से नली का मुंह बन्द कर देते हैं। अंगुली को थोड़ा ढीला करके पिपेट में धीरे-धीरे वायु प्रवेश कराते हैं जिससे अधिक भरा द्रव बाहर निचले सिरे से निकलने लगे। जब विलयन का अर्द्धचन्द्राकार का निचला तल वृत्ताकार चिन्ह तक आ जाए तो पिपेट के ऊपरी सिरे को अंगुली से अच्छी तरह बन्द कर लेनी चाहिए जिससे विलयन बाहर न निकल सके।
- (v) अब पिपेट के निचले सिरे को स्वच्छ एवं शुष्क कोनिकल फ्लास्क में रखकर ऊपरी सिरे से अंगुली को हटा देते हैं जिससे विलयन पिपेट से कोनिकल फ्लास्क में गिरने लगता है। जब सम्पूर्ण विलयन कोनिकल फ्लास्क में आ जाता है तो पिपेट के निचले सिरे को कोनिकल फ्लास्क के भीतरी दीवार से दो बार स्पर्श कराते हैं जिससे अन्तिम बूंद भी पिपेट से कोनिकल फ्लास्क में आ जाए। कभी भी फूंक मार कर पिपेट की अन्तिम बूंद को बाहर नहीं निकालना चाहिए। पिपेट से विलयन लेने की प्रक्रिया को चित्र 6.9 में दर्शाया गया है।



चित्र 6.9

(3) शंक्वाकार फ्लास्क (Conical Flask) (चित्र 6.10) –

यह काँच का बना शंकु के आकार का फ्लास्क होता है। इसका निचला भाग चपटा व ऊपर का भाग लम्बा होता है। इसमें अनुमापन करते हैं इसलिये इसे अनुमापन फ्लास्क भी कहते हैं।

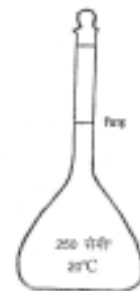


चित्र 6.12 शंक्वाकार फ्लास्क

(4) चिह्नित आयतनी फ्लास्क (Marked Volumetric Flask)

(चित्र 6.11) – यह चपटे पेंदे वाला कांच का फ्लास्क होता है।

इसका उपयोग किसी पदार्थ का मानक विलयन बनाने के लिए किया जाता है। इसे बल्ब पर ताप जैसे 20°C तथा आयतन माप जैसे 250 सेमी^3 अंकित होता है। भिन्न-भिन्न आयतन वाले आयतनी फ्लास्क प्रयोग किये जाते हैं। जैसे 100, 200, 250, 500, 1000 सेमी^3 आदि। प्रत्येक फ्लास्क के ऊपरी सिरे पर एक वृत्ताकार चिन्ह होता है। इस चिन्ह तक भरने पर द्रव का आयतन फ्लास्क पर अंकित आयतन के बराबर होता है।



चित्र 6.11 आयतनी फ्लास्क

मानक विलयन बनाने के लिए पदार्थ की आवश्यक मात्रा को तोलकर आयतनी फ्लास्क में डालते हैं। इसमें थोड़ा जल लेकर इसे अच्छी तरह हिलाते हैं जिससे पदार्थ घुल जाए। पदार्थ के घुलने के पश्चात् फ्लास्क को जल से निश्चित चिन्ह तक भर देते हैं तथा फ्लास्क के मुँह में कांच का ढक्कन लगाकर विलयन को अच्छी तरह हिला देते हैं जिससे विलयन समांगी हो जायें।

रासायनिक तुला (Chemical Balance) – अनुमापन के लिये मानक धन बनाने हेतु पदार्थ की सही-सही मात्रा ज्ञात करना आवश्यक है। पदार्थ सही मात्रा तोलने के लिये रासायनिक तुला का उपयोग किया जाता है। कल इलेक्ट्रॉनिक तुला भी प्रयोगशाला में उपलब्ध है।

रासायनिक तुला दो प्रकार की होती है – (1) समान भुजा वाली रासायनिक तुला (2) असमान भुजा वाली रासायनिक तुला।

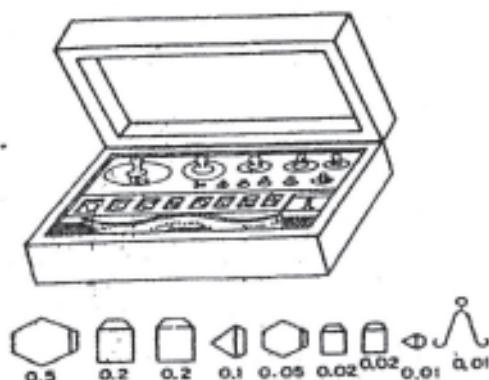
यहाँ समान भुजा वाली तुला के उपयोग के बारे में जानकारी दी गई विद्यालयों में उपलब्ध रासायनिक तुला को चित्र 6.12 में दर्शाया गया है जो व धूल कणों से बचाने के लिये लकड़ी से बने कांच के बॉक्स में बन्द रहती है।



चित्र 6.14 तोलने वाली बोतल एवं वॉच ग्लास

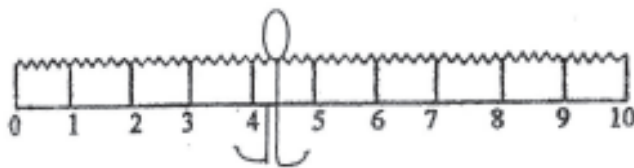
तोलते समय बाट आवश्यकतानुसार चिमटी से पकड़ कर कम या ज्यादा करते हैं। यदि संकेतक दांयी ओर अधिक जाता है और जब 10 मिग्राम का बाट रखने पर वह बांयी ओर ज्यादा जाने लगे तो ऐसी स्थिति में राइडर (Rider) का प्रयोग किया जाता है। राइडर ऐल्युमिनियम या प्लैटिनम का बना होता है, इसका भार भुजा (तुला दण्ड) के अन्तिम सिरे पर रखने पर 10 मिग्राम होता है। राइडर को तुला के ऊपर लगी छड़ के हुक में लगाकर तुला दण्ड पर दांयी ओर रखते हैं। छड़ को आगे-पीछे करके, राइडर को भुजा के उपयुक्त स्थान पर रखते हैं जिससे संकेतक शून्य पर आ जाय या फिर शून्य से दोनों ओर बराबर दोलन करने लगे।

चित्र 6.14 में बाट की पेटी, बांट तथा राइडर दर्शाया गया है।



चित्र 6.14

जैसा कि चित्र 6.12 में दर्शाया गया है, तुला की ऐल्युमिनियम की भुजा के मध्य शून्य के दोनों ओर 1 से 10 तक अंक चिह्नित होते हैं तथा एक अंक से दूसरे अंक के मध्य 5 भाग होते हैं। चिन्ह 6.15 में तुला का दाहिना दण्ड दर्शाया गया है। भुजा का प्रत्येक अंक जिस पर राइडर रखा जाता है, उतना मिग्राम दर्शाता है। जैसे राइडर अंक 7 पर रखा गया है तो भार 7 मिग्राम या 0.007 ग्राम होगा। छोटे भाग पर यदि राइडर रखा जाए तो प्रति भाग भार 0.2 मिग्राम या 0.0002 ग्राम होगा। इस प्रकार दशमलव के बाद चार स्थान तक सही-सही भार ज्ञात कर सकते हैं।



चित्र 6.15

उदाहरण के लिये तुला के दायें पलड़े में रखे बाट, भिन्नीय बाट व राइडर की स्थिति निम्नानुसार हो तो कुल भार की गणना इस प्रकार करेंगे – बाट (ग्राम में) = $10 + 2 + 1 = 13$ ग्राम।

भिन्नीय बाट (प्रथम दशमलव) = $500 + 200 + 100$ मिग्राम = 0.8 ग्राम

भिन्नीय बाट (द्वितीय दशमलव) = $50 + 20 + 10$ मिग्राम = 0.08 ग्राम

यदि राइडर अंक 4 से आगे दूसरे छोटे भाग पर रखा है तो

राइडर का कुल भार = $0.004 + 0.0004 = 0.0044$ ग्राम

अतः कुल भार = 13.8844 ग्राम होगा

सावधानियां –

- (1) स्वच्छ सूती कपड़े या कोमल बालों वाले ब्रुश से पलड़ों को साफ करना चाहिए।
- (2) तुला समतल अवस्था में न हो तो क्षैतिज कारी पेचों को घुमाकर, स्पिट लेवल या साहुल सूत की सहायता से समतल अवस्था में कर लेना चाहिए।
- (3) घुण्डी को घुमाकर देखें कि संकेतक पैमाने पर शून्य के दोनों ओर बराबर दूरी पर दोलन करता है या नहीं। यदि ऐसा नहीं हो तो पेचों को घुमाकर ठीक लेना चाहिये।
- (4) पलड़ों पर बाट तथा पदार्थ रखते तथा निकालते समय पलड़ों और दण्ड को विराम अवस्था में रखना चाहिये। इसी तरह पदार्थ तोल लेने के बाद तुला को विराम अवस्था में रखकर, बॉक्स की कांच की खिड़कियां बन्द कर देनी चाहिए।
- (5) राइडर को कभी भी हाथ नहीं लगावें। इसे राइडर छड़ में लगे हुक की सहायता से ही उठावें। पुनः स्पष्ट कर दें कि बांटों को हमेशा चिमटी की सहायता से रखना व उठाना चाहिये। राइडर हमेशा तुला दण्ड की भुजा पर ही रखना चाहिए।
- (6) अन्तिम भार नोट करते समय कांच के बॉक्स को बन्द कर दें ताकि वायु के झोंके से पलड़े नहीं मिले।
- (7) जैसा कि पूर्व में बताया गया है पदार्थों को तोलने से पूर्व वॉच ग्लास या तोलने की बोतल को तोल लें और फिर पदार्थ को उनमें रखकर तोले। पदार्थ को कभी भी हाथ से स्पर्श नहीं करें। पदार्थ को कभी भी सीधे पलड़े या कागज पर नहीं रखें।
- (8) धावन बोतल की सहायता से पदार्थ को बीकर या बोतल में स्थानान्तरित करना चाहिये।
- (9) पदार्थ और वॉच ग्लास (या तोलने की बोतल) के भार में से वॉच ग्लास (या तोलने की बोतल का भार) घटाने पर शुद्ध पदार्थ का भार प्राप्त होता है।