

स्वाध्याय

स्वमन्थन

स्वावलम्बन

**UTTAR PRADESH RAJARSHI TANDON OPEN UNIVERSITY**  
(Established vide U.P. Govt. Act No. 10, of 1999)



Indira Gandhi National Open University



UP Rajarshi Tandon Open University

**UGCHE-(L)-3**  
**रसायन प्रयोगशाला-III**

प्रथम खण्ड : विरचनात्मक कार्बनिक रसायन

द्वितीय खण्ड : गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण

**Shantipuram (Sector-F), Phaphamau, Allahabad - 211013**



उत्तर प्रदेश  
राजर्षि टण्डन मुक्त विश्वविद्यालय

UGC-CHE (L)-3  
रसायन प्रयोगशाला-III

खण्ड

1

विरचनात्मक कार्बनिक रसायन

इकाई 1

तकनीकें और उपकरण

5

इकाई 2

कार्बनिक विरचन

27

## रसायन प्रयोगशाला -III

रसायन, विज्ञान की यह शाखा है, जिसके अंतर्गत रासायनिक तत्वों और उनके यौगिकों के विरचनों (preparation), गुणधर्मों, संरचनाओं और अभिक्रियाओं का तथा उनके द्वारा निर्मित निकायों (systems) का सम्मिलित अध्ययन किया जाता है। इस प्रकार रसायन एक प्रायोगिक विज्ञान है जिसमें मौलिक सिद्धांतों के सम्यक ज्ञान के साथ-साथ तकनीकों की जानकारी और प्रायोगिक निपुणता की आवश्यकता होती है।

प्रयोगशाला संबंधी इस पाठ्यक्रम को तैयार करने का उद्देश्य आपको कार्बनिक यौगिकों के संश्लेषण और गुणात्मक विश्लेषण में प्रयुक्त विभिन्न प्रायोगिक तकनीकों की जानकारी देना है। आवश्यकता के अनुसार उन मौलिक धारणाओं और रासायनिक अभिक्रियाओं की चर्चा भी की गई है, जिन पर प्रायोगिक प्रक्रियाएं आधारित होती हैं।

इस पाठ्यक्रम के दो खंड हैं। खंड 1 में विरचनात्मक कार्बनिक रसायन (preparative organic chemistry) संबंधी जानकारी दी गई है। आरंभ में, इकाई 1 में, कार्बनिक प्रयोगशाला में प्रयुक्त विभिन्न प्रायोगिक विधियों का उल्लेख किया गया है। उसमें मोटे तौर पर प्रयोग में आने वाले उपकरणों के बारे में बताया गया है। साथ ही उन प्रारम्भिक सुरक्षा नियमों की जानकारी भी दी गई है, जिनका अनुपालन करना होता है। इकाई 2 में बताया गया है कि संश्लेषण की योजना कैसे बनाई जाती है। आपको यह भी बताया जाएगा कि किसी यौगिक को बनाने के लिए उपलब्ध वैकल्पिक प्रक्रियाओं में से किसी विशेष प्रक्रिया का चयन करते समय किन-किन बातों का ध्यान रखना चाहिए। आपको यह भी बताया जाएगा कि कार्बनिक विरचनाओं संबंधी प्रयोगों के लिए प्रयोगशाला में रिकार्ड कैसे रखना चाहिए। इसके बाद उन प्रयोगों का उल्लेख किया जाएगा जिन्हें आपको करना है। इन प्रयोगों का चयन करते समय इस बात को ध्यान में रखा गया है कि आपको इलेक्ट्रॉनस्नेही ऐरोमैटिक प्रतिस्थापन, ऐसीटिलीकरण, नाइट्रोकरण, ऑक्सीकरण आदि प्रक्रमों की भलीभांति जानकारी प्राप्त हो जाए।

खण्ड 2 में गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण (qualitative organic analysis) पर विचार किया गया है। उसमें यह बताया गया है कि पुरानी विधियों द्वारा किसी अज्ञात यौगिक की पहचान करने के लिए क्रमशः किन-किन प्रक्रियाओं को करना चाहिए। इस खंड में भी तीन इकाइयां हैं। इकाई 3 में भौतिक परीक्षण, तात्विक विश्लेषण, विलेयता परीक्षण और गुणात्मक विश्लेषण संबंधी प्रक्रियात्मक विवरण दिए गए हैं।

इकाई 4 और 5 में गुणात्मक वर्गीकरण परीक्षणों की और साधारण अभिलक्षकीय समूहों वाले यौगिकों के व्युत्पन्नों को बनाने की प्रायोगिक प्रक्रियाओं की चर्चा की गई है।

### उद्देश्य

इस पाठ्यक्रम को पढ़ने और निर्धारित प्रयोगों को कर चुकने के बाद आप,

- तापन, शीतलन, विलोडन, निस्पंदन, प्रथक्करण और शोधन आदि प्रयोगशाला संबंधी तकनीकों की व्याख्या कर सकेंगे,
- विभिन्न प्रकार के कार्बनिक प्रयोगों के लिए उपयुक्त उपकरणों और तकनीकों का चयन कर सकेंगे,
- किसी यौगिक के संश्लेषण के लिए किसी विशेष प्रक्रिया का चयन करते समय उन विभिन्न मानदण्डों का उल्लेख कर सकेंगे, जिनका ध्यान रखना आवश्यक होता है,
- कार्बनिक विरचनाओं के लिए बूझाए गए प्रयोगों को कर सकेंगे,
- अभिलक्षकीय समूहों की पहचान करने के लिए प्रयुक्त परीक्षणों का उल्लेख कर सकेंगे,
- अभिलक्षकीय समूहों की पहचान कर सकेंगे और उनके व्युत्पन्नों को बना सकेंगे, और
- अज्ञात यौगिकों के गुणात्मक विश्लेषण के लिए प्रयोग कर सकेंगे।

## अध्ययन निर्देश

इस प्रयोगशाला संबंधी पाठ्यक्रम में छह दिन का गहन कार्य शामिल है। आपको प्रयोगशाला पुस्तिका में दिए गए प्रयोगों को करना है। प्रत्येक प्रयोग को अलग-अलग ग्रेड में रखा जाएगा और आपकी मौखिक परीक्षा भी ली जाएगी। इन प्रयोगों के लिए सत्र प्रतिशत अंक निर्धारित किए गए हैं। अंतिम दिन आपको दो प्रयोग दिए जाएंगे जो अलग-अलग प्रकार के होंगे। उन्हें समान ग्रेडों में रखा जाएगा। इन निर्दिष्ट प्रयोगों के लिए 30 प्रतिशत अंक निर्धारित किए गए हैं।

आपको परामर्श दिया जाता है कि इस पाठ्यक्रम में सम्मिलित होने से पहले आप अभितक्षकीय कार्बनिक रसायन संबंधी अपनी जानकारी ताजा कर लें और इस पुस्तिका में दी हुई मूल धारणाओं का अध्ययन कर लें। इस प्रकार आपको इस पाठ्यक्रम से अधिकतम लाभ होगा।

प्रयोगशाला में आने से पहले आप प्रयोग को रिकार्ड करने के लिए पृष्ठ तैयार कर लें। प्रत्येक प्रयोग के लिए आपको उसका शीर्षक, प्रमुख रासायनिक अभिक्रियाएं, प्रक्रिया और प्रेक्षण लिख लेने चाहिए। पुस्तिका में दिए गए प्रयोग के प्रेक्षणों को नोट बुक के बाईं ओर के पृष्ठ में लिख लीजिए। आप अपने प्रेक्षणों को प्रयोग के समय इस पुस्तिका में दिए गए स्थान पर भी लिख सकते हैं।

प्रयोगशाला की नोट बुक को संशोधन और ग्रेड निर्धारण के लिए परामर्शदाता के पास जमा कर दें। प्रयोग करने और उसी ठीक ढंग से रिकार्ड करने के लिए भी अंक निर्धारित हैं।

आशा है यह पाठ्यक्रम आपको रुचिकर लगेगा। हम चाहते हैं कि स्वयं करके सीखने में जो आनन्द है, उसका आप भी अनुभव करें। सीखने का इससे अच्छा तरीका नहीं हो सकता है।

शुभकामनाओं के साथ

**प्रयोगशाला नोट बुक**

प्रायोगिक कार्य का पूर्ण और अद्यतन रिकार्ड रखना वैज्ञानिक प्रशिक्षण का महत्वपूर्ण अंग है। प्रायोगिक आंकड़ों को रिकार्ड करने के लिए बाजार में प्रयोगशाला नोट बुक मिलती है। आप इस प्रयोगशाला पाठ्यक्रम के लिए 80-100 पृष्ठों की रसायन नोट बुक खरीद लें।

# इकाई 1 तकनीकें और उपकरण

## इकाई की रूपरेखा

- 1.1 प्रस्तावना  
उद्देश्य
- 1.2 सामान्य प्रयोगशाला तकनीकें  
तापन विधियां  
पश्चवाही के साथ तापन  
शीतलन विधियां  
विलोडन  
निस्यंदन
- 1.3 पृथक्करण और शोधन की तकनीकें  
निष्कर्षण  
क्रिस्टलीकरण  
ऊर्ध्वपातन  
आसवन  
वर्ण-लेखन
- 1.4 शुद्धता के परीक्षण  
गलनांक  
व्यथनांक
- 1.5 कांच के पात्र : उपयोग और सफाई में सावधानियां
- 1.6 प्रयोगशाला में सुरक्षा
- 1.7 प्रयोगशाला नोट बुक
- 1.8 उत्तर

## 1.1 प्रस्तावना

इस इकाई में कुछ ऐसी सामान्य प्रायोगिक तकनीकों का वर्णन किया जाएगा जिनका उपयोग आप कार्बनिक रसायन प्रयोगशाला में किए जाने वाले प्रयोगों में करेंगे। विभिन्न तकनीकों के लिए आवश्यक उपकरणों की चर्चा की जाएगी और कुछ तकनीकों में निहित सिद्धांत की भी संक्षेप में चर्चा की जाएगी।

आप पढ़ेंगे कि कार्बनिक प्रयोगशाला में तापन, शीतलन, विलोडन और निस्यंदन जैसी सरल तकनीकों और क्रिस्टलन, आसवन, वर्णलेखन आदि पृथक्करण और शोधन संबंधी तकनीकों का उपयोग कैसे किया जाता है। कार्बनिक यौगिकों की शुद्धता की जांच करने के लिए गलनांक और व्यथनांक के समान भौतिक स्थिरांकों के निर्धारण की चर्चा भी की जाएगी। अंत में आपको बताया जाएगा कि प्रयोगशाला की नोट बुक में कार्य को किस प्रकार रिकार्ड करना चाहिए। आगामी इकाई में उन बातों पर चर्चा की जाएगी जिनका कार्बनिक संश्लेषण के समय ध्यान रखना चाहिए।

## उद्देश्य

इस इकाई के अध्ययन के बाद आप

- तापन, शीतलन, विलोडन और निस्यंदन आदि प्रयोगशाला की मूल प्रक्रियाओं का उल्लेख कर सकेंगे,
- पृथक्करण और शोधन तकनीकों में निहित मूल धारणाओं की व्याख्या कर सकेंगे,
- विभिन्न प्रकार के कार्बनिक प्रयोगों के लिए उपयुक्त उपकरणों का चयन कर उनका उपयोग कर सकेंगे,
- कांच के उपकरणों के उपयोग और उनकी सफाई करने में तथा प्रयोगशाला संबंधी सुरक्षा में आवश्यक विभिन्न सावधानियों का उल्लेख कर सकेंगे और
- प्रयोगशाला की नोट बुक में कार्य को किस प्रकार रिकार्ड करना चाहिए उसका उल्लेख कर सकेंगे।

## 1.2 सामान्य प्रयोगशाला तकनीकें

तापन, शीतलन, विलोडन और निस्पंदन कुछ ऐसी महत्वपूर्ण प्रक्रियाएँ हैं, जिनका उपयोग विरचनात्मक और मात्रात्मक कार्बनिक रसायन दोनों में किया जाता है। आइए, उनका विस्तारपूर्वक अध्ययन करें।

### 1.2.1 तापन विधियाँ (heating methods).

कार्बनिक यौगिकों के तापन के अनेक कारण हैं, तापन से रासायनिक अभिक्रिया की दर बढ़ जाती है। आपको याद होगा कि कार्बनिक अभिक्रियाएँ आण्विक अभिक्रियाएँ होती हैं। अधिकांश अकार्बनिक अभिक्रियाएँ आयनी और तात्कालिक होती हैं। इसके विपरीत कार्बनिक अभिक्रियाएँ सामान्य ताप पर मंद और अगोचर (imperceptible) होती हैं। इसलिए अभिक्रिया को संपन्न करने के लिए कार्बनिक अभिक्रिया मिश्रण को गरम करना पड़ता है। आसवन द्वारा तत्वों का शोधन करने, किस्टलन के समय ठोसों को घोलने तथा कार्बनिक यौगिकों की शुद्धता की जाँच करने में भी तापन की आवश्यकता होती है।

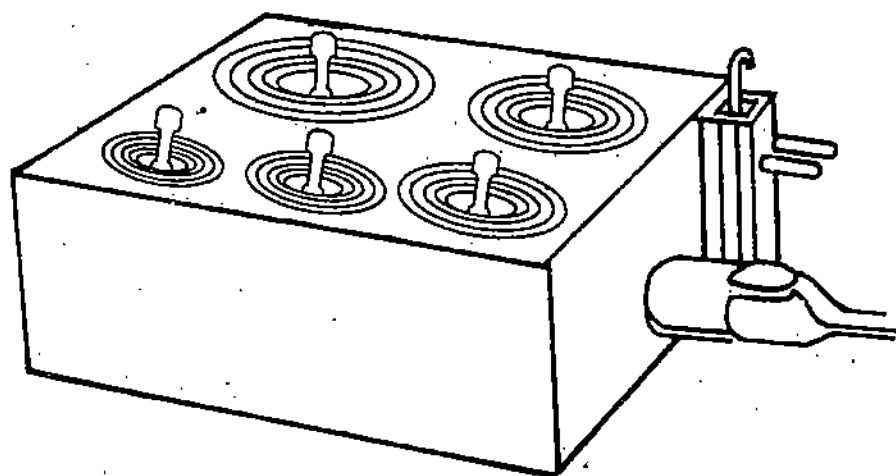
इस प्रयोगशाला संबंधी पाठ्यक्रम में आप निम्नलिखित तापन युक्तियों का उपयोग करेंगे :

- i) बर्नर से सीधे गरम करना (direct heating on burner)
- ii) जल-अवगाह (water bath)
- iii) तेल-अवगाह (oil bath)
- iv) बालू-अवगाह (sand bath)

क्योंकि सभी कार्बनिक पदार्थ ज्वलनशील होते हैं, अतः इन युक्तियों के उपयोग पर विचार करते समय सावधानी और सही निर्णय लेना चाहिए।

जहाँ तक सम्भव हो बर्नर ज्वाला में सीधे गरम नहीं करना चाहिए। किन्तु यदि बर्नर का उपयोग आवश्यक हो, जैसा कि गलनांक और क्वथनांक को ज्ञात करने में होता है, तो सभी ज्वलनशील और वाष्पशील पदार्थों को बर्नर से दूर रखना चाहिए। यदि प्रत्यक्ष तापन अत्यावश्यक हो तो तार-जाली का उपयोग करना चाहिए। उससे तापन समान रूप से होता है।

एकसमान तापन के लिए जल-अवगाह, तेल-अवगाह अथवा बालू-अवगाह का उपयोग करना चाहिए। 100°C ताप तक प्रायः जल-अवगाह का उपयोग किया जाता है। आप विद्युत् तप्त जल-अवगाह अथवा साधारण ताम्र जल-अवगाह का उपयोग करेंगे जिसे बर्नर द्वारा गरम किया जाता है। सामान्य प्रकार का विद्युत् तप्त जल-अवगाह चित्र 1.1 में दिखाया गया है। जल-अवगाह के ऊपर बलय लगे होते हैं जिन्हें गरम किए जाने वाले पात्र के आमाप के अनुसार समंजित किया जा सकता है।



चित्र 1.1 : विद्युत् तप्त जल-अवगाह

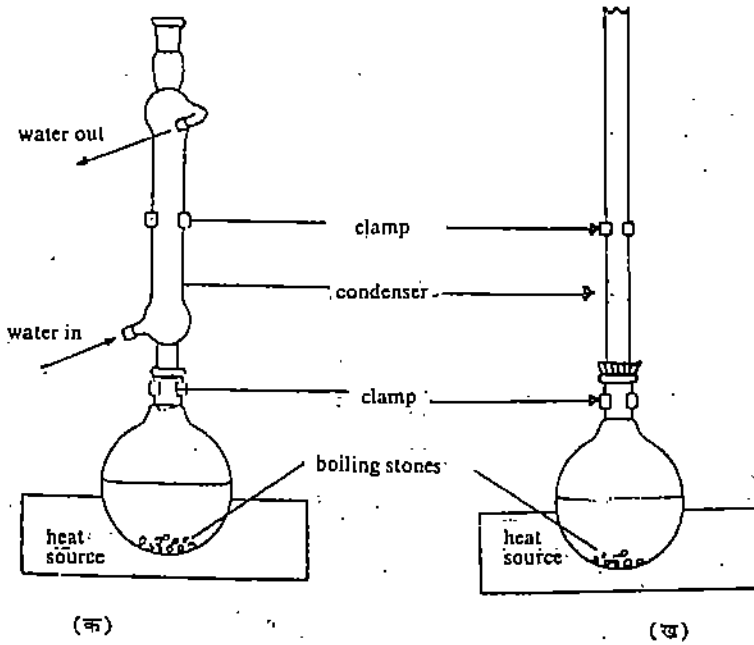
100°C से ऊपर गरम करने के लिए तेल-अवगाह अथवा बालू-अवगाह का उपयोग किया जाता है। तेल अवगाह बनाने के लिए ताम्र अवगाह में पैराफिन तेल के समान कोई द्रव भर दिया जाता है। बालू-अवगाह एक उथली लोहे की प्लेट होती है, जिसमें बालू भरी रहती है। इन दोनों अवगाहों को बर्नर द्वारा गरम किया जाता है।



चित्र 1.2 : ताम्र-अवगाह

### 1.2.2 पश्चवाही के साथ तापन (heating under reflux)

वाष्पशील अभिकर्मक और विलायकों की हानि को रोकने के लिए बहुधा अभिक्रिया-मिश्रण को पश्चवाही के नीचे गरम किया जाता है। इसमें अभिक्रिया फ्लास्क, प्रायः एक गोल पेंदे का फ्लास्क होता है जिसे जल-संघनित्र (water condenser) के साथ जोड़कर जल-अवगाह अथवा तेल-अवगाह में गरम किया जाता है जैसा कि चित्र 1.3 में दिखाया गया है। द्रव को मंद गति से उबालना चाहिए ताकि संघनित बूंदें वापिस फ्लास्क में गिर जाएं। अभिक्रिया फ्लास्क में 1/2 अथवा 2/3 से अधिक नहीं भरना चाहिए। यदि विलायक का उच्च क्वथनांक हो तो वायु संघनित्र का उपयोग किया जा सकता है।



चित्र 1.3 : पश्चवाही के साथ अभिक्रिया मिश्रण को गरम करना :

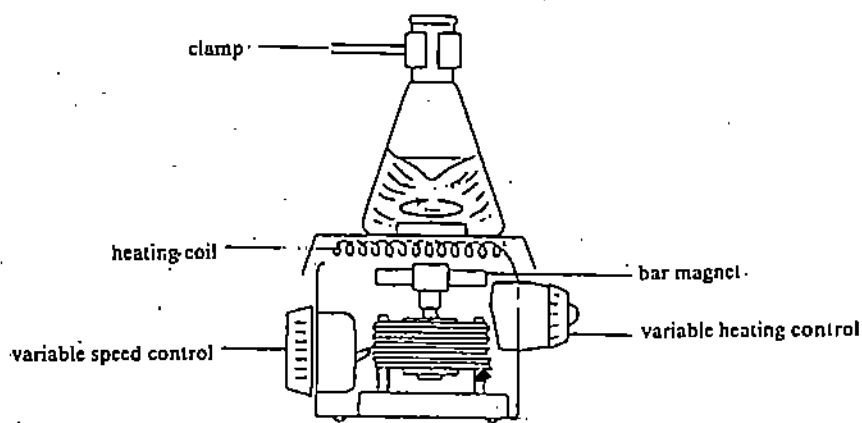
क) जल-संघनित्र के साथ    ख) वायु-संघनित्र के साथ

### 1.2.3 शीतलन विधियां (cooling methods)

कभी-कभी तीव्र ऊष्माक्षेपी (exothermic) अभिक्रियाओं को करने के लिए सामान्य ताप से कम ताप की आवश्यकता होती है। 10 - 5°C ताप बनाए रखने के लिए यारीक पिसे बरफ की आवश्यकता होती है। 0°C से कम ताप के लिए नमक और पिसे बरफ के मिश्रण का उपयोग किया जाता है।

### 1.2.4 विलोडन (stirring)

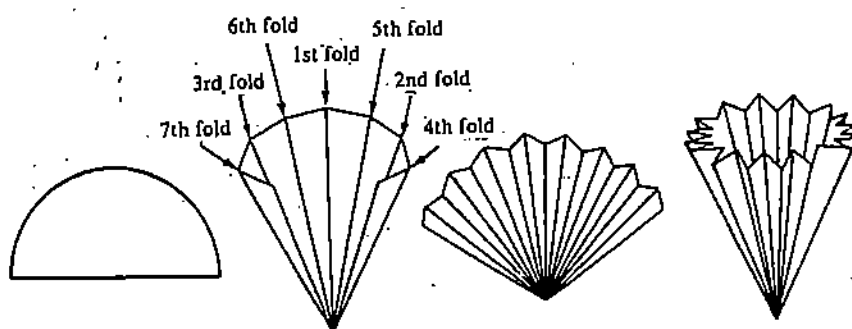
निम्नमापी अभिक्रिया-मिश्रणों में विलोडन द्वारा उत्पाद की मात्रा बढ़ाई जा सकती है। विलोडन की क्रिया विद्युत्-यांत्रिक अथवा विद्युत् चुम्बकीय विलोडकों द्वारा की जा सकती है। विद्युत्-चुम्बकीय विलोडकों में हॉट प्लेट भी होती है जिसमें तापन और विलोडन दोनों क्रियाएं हो सकती हैं (चित्र 1.4)



चित्र 1.4 : विलोडक हॉट प्लेट का व्यवस्था-आरेख

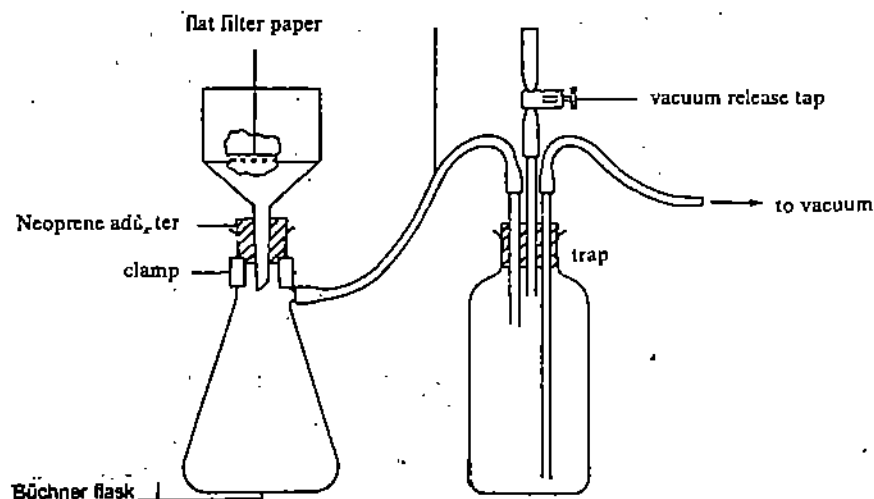
### 1.2.5 निस्स्यंदन (filtration)

कार्बनिक प्रयोगशाला में निस्स्यंदन का आमतौर पर उपयोग किया जाता है। निस्स्यंदन की क्रिया वायुमंडलीय दाब (साधारण निस्स्यंदन) अथवा समानीत दाब (चूषण) निस्स्यंदन (suction filtration) पर की जा सकती है। यदि ऊर्मित निस्स्यंदक (fluted filter) का उपयोग किया जाय तो साधारण निस्स्यंदन तीव्र गति से होता है उससे पृष्ठीय क्षेत्र बढ़ जाने के फलस्वरूप निस्स्यंदन की दर बढ़ जाती है। चित्र 1.5 में दिखाया गया है कि निस्स्यंदन पत्र को ऊर्मित (flute) बनाने के लिए उसे कैसे मोड़ा जाता है।



चित्र 1.5 : निस्स्यंदन-पत्र को ऊर्मित बनाने के लिए उसे मोड़ना

आप अपने परामर्शदाता से कह सकते हैं कि वे निर्दर्शन द्वारा बताएं कि मोड़कर ऊर्मित निस्स्यंदन पत्र कैसे बनाया जाता है। निस्स्यंदन पत्र को फनेल पर चिपकाकर फिट कर लें और निस्स्यंदन करने से पहले उसे शुद्ध विलायक से गीला कर लें। जिस द्रव को छानना है, उसकी सतह हमेशा निस्स्यंदन पत्र के किनारे से नीचे होनी चाहिए। द्रव निस्स्यंदन के लिए चूषण-निस्स्यंदन (suction filtration) का उपयोग किया जाता है। इसमें निस्स्यंदन



चित्र 1.6 : बुनकर फनल द्वारा चूषण निस्स्यंदन



फ्लास्क (filter flask) को जल-पंप से जोड़ दिया जाता है जो हवा का चूषण कर निस्संदन-फ्लास्क के अंदर दाब कम कर देता है। वायुमंडलीय दाब द्रव को बलपूर्वक नीचे गिराता है। चित्र 1.6 में एक चूषण निस्संदन यूनिट दिखाया गया है जिसमें एक पोर्सिलेन का बुनकर फनल (Buchner flask), एक निस्संदन-फ्लास्क और एक जल-पंप होता है।

निस्संदन के लिए, ठीक आकार का गोल निस्संदन पत्र काटकर बुनकर फनल में फिट कर दिया जाता है। निस्संदन पत्र को विलायक द्वारा गीला कर दिया जाता है और निस्संदिता किए जाने वाले द्रव को डालने से पहले चूषण को आरंभ कर देते हैं। साधारण निस्संदन अथवा चूषण द्वारा निस्संदन किए जाने वाले निस्संदन में प्रयुक्त फनल का आकार, निस्संदिता होने वाले पदार्थ की मात्रा पर निर्भर करता है।

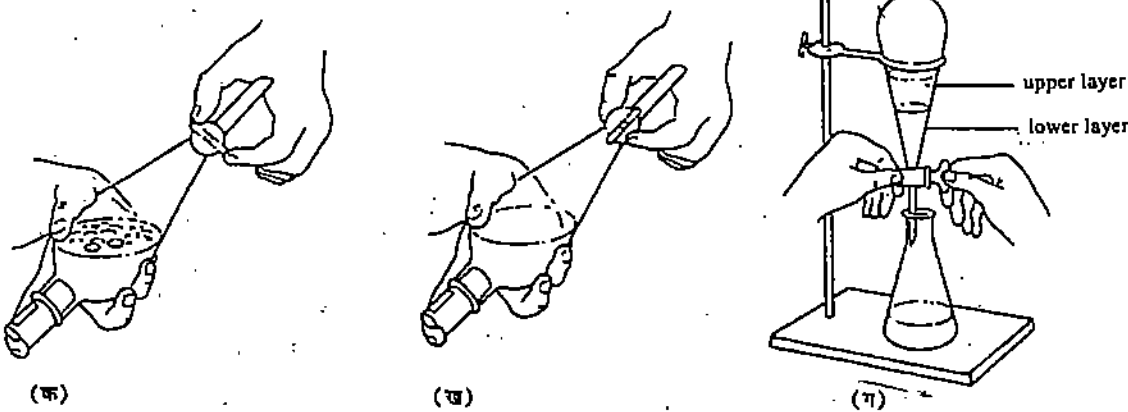
### 1.3 पृथक्करण और शोधन की तकनीकें

अभी तक हमने साधारण प्रचालन (operational) तकनीकों का अध्ययन किया। कार्बनिक अभिक्रियाएं अक्सर सरल नहीं होती हैं। उनमें सामान्यतया पार्श्व-अभिक्रियाएं होती हैं जिनसे उपोत्पाद प्राप्त होते हैं। इस कारण उत्पादों का मिश्रण प्राप्त होना कोई अपवाद न होकर आम बात होती है। इसके अलावा कार्बनिक अभिक्रियाएं कभी पूरी नहीं होती हैं, इसलिए अनभिक्रियित आरंभिक पदार्थों की उपस्थिति के कारण समस्या और भी जटिल हो जाती है। अतः अभिक्रिया के बाद वांछित उत्पाद को पृथक् करके शोधन करना आवश्यक हो जाता है। इस भाग में पहले पृथक्करण (separation) और शोधन (purification) तकनीकों की चर्चा की जाएगी और उसके बाद शुद्धता के परीक्षणों पर विचार करेंगे।

#### 1.3.1 निष्कर्षण (extraction)

निष्कर्षण की क्रिया प्रावस्था-वितरण (phase distribution) के सिद्धांत पर आधारित है। जो कार्बनिक यौगिक कार्बनिक विलायकों में अधिक विलेय होता है वह अधिमानतः (preferably) कार्बनिक परत बनाता है। निष्कर्षण के लिए जलीय मिश्रण को पृथक्कारी फनल (separatory funnel) में लेते हैं। उसमें डाइएथिल ईथर अथवा *n*-हेक्सेन के समान अमिश्रणीय विलायक की अल्प मात्रा मिलाई जाती है। इस बात का ध्यान रखना चाहिए कि पृथक्कारी फनल 3/4 से अधिक भरा न हो। फनल में डाट लगाकर उसे धीरे-धीरे हिलाया जाता है ताकि उसमें रखे पदार्थ भली-भांति मिल जाएं (चित्र 1.7 क)। फनल को उलटकर तथा रोधनी (stopcock) खोलकर उसमें हवा प्रविष्ट करना आवश्यक है (चित्र 1.7 ख) क्योंकि कार्बनिक विलायक अधिकतर वाष्पशील होते हैं। इसके बाद फनल को एक लोहे के बलय में स्थिर रखा जाता है जिससे परतें अलग-अलग हो जाती हैं (चित्र 1.7 ग)। जलीय परत भारी होने के कारण निचली परत बनाती है। रोधनी को खोलकर उसे अलग निकाल लिया जाता है और कार्बनिक परत को अलग पात्र में उल्टे दिया जाता है।

एलिलोफार्म और कार्बन टेट्राक्लोराइड जल से भारी होते हैं, इसलिए वे पृथक्कारी फनल में निचली परत बनाते हैं।



चित्र 1.7 : (क) हिलाते समय पृथक्कारी फनल को पकड़ना ;  
(ख) वायु प्रवेश करते समय पृथक्कारी फनल को पकड़ना ;  
(ग) निचली परत को निकालते समय पृथक्कारी फनल को पकड़ना

इस प्रक्रम को दो बार किया जाता है और निष्कर्ष के तीनों हिस्सों को मिला दिया जाता है। यदि विलायक की अधिक मात्रा के साथ केवल एक निष्कर्षण करने की अपेक्षा कम मात्राओं के साथ अनेक निष्कर्षण किए जाएं तो अधिक पदार्थ निष्कर्षित होता है।

निष्कर्ष को उपयुक्त शुष्कन कर्मक (drying agent) के ऊपर सुखाने से पहले निष्कर्ष को पहले तनु अम्ल/क्षारक और फिर सादे जल से धोना आवश्यक होता है। अधिकांश निष्कर्षणों को निर्जल  $K_2CO_3$  अथवा ठोस

NaOH के समान क्षारकीय पदार्थ के ऊपर तथा अम्ल सुग्राही पदार्थों को  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  के ऊपर सुखाया जाता है। निर्जल  $\text{MgSO}_4$  आमसौर पर प्रयुक्त होने वाला उत्तम शुष्कन कर्मक है।

### 1.3.2 क्रिस्टलीकरण (crystallisation)

क्रिस्टलीकरण, ठोस पदार्थों के शोधन की सबसे अधिक प्रभावकारी तकनीक है। यह इस बात पर आधारित है कि सभी ठोस पदार्थ ठंडे विलायक की अपेक्षा गरम विलायक में अधिक विलेय होते हैं। क्रिस्टलीकरण से पहले पदार्थ की शुद्धता की मात्रा और उसमें मौजूद अपद्रव्यों का स्वभाव ज्ञात हो तो उससे बहुत आसानी हो जाती है। यदि अशुद्ध ठोस में मौजूद अपद्रव्य घुल जाए और विलयन को ठंडा करने पर भी घुले रहें तो वास्तव में शुद्ध क्रिस्टल प्राप्त होंगे। दूसरी ओर यदि अपद्रव्य, गरम विलयन में भी रहें तो उन्हें छानकर पृथक कर लिया जाता है और विलयन को सान्द्रित करने के बाद क्रिस्टलित कर लिया जाता है।

#### विलायक का चयन

पहले कम मात्रा लेकर परीक्षण करना ठीक रहता है। सामान्य निर्देशन के लिए निम्नलिखित बातों का ध्यान रखना चाहिए :

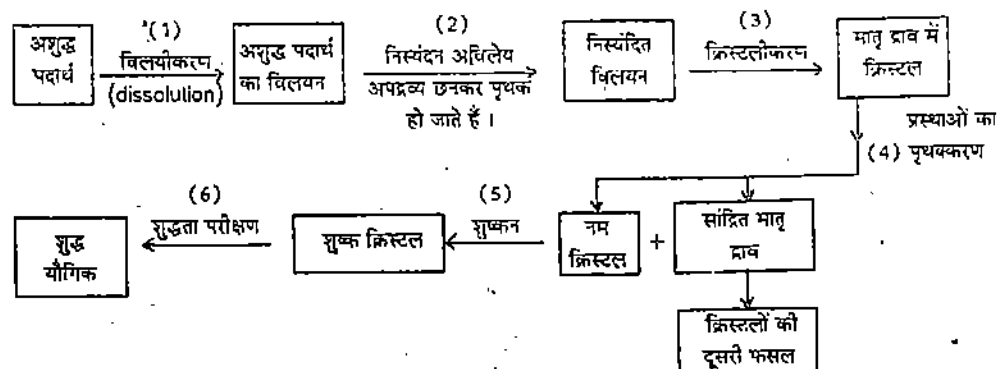
1. रसायनतः समान विलायकों में पदार्थ अधिक विलेय होते हैं।
2. अच्छे क्रिस्टलीकरण-माध्यम का तात्पर्य है कि पदार्थ गरम विलायक में बहुत विलेय हो और ठंडे विलायक में अविलेय हो।
3. बहुत अच्छे विलायकों को क्रिस्टलीकरण के लिए विलेय पदार्थ की उच्च सान्द्रता की आवश्यकता होती है।
4. हाइड्रोकार्बन विलायकों की अपेक्षा भूवीय विलायक उत्तम क्रिस्टल बनाते हैं।

सारणी 1.1 में सामान्य विलायकों की सूची दी गई है, जिन्हें ध्रुवता के बढ़ते क्रम में व्यवस्थित किया गया है। यह भी बताया गया है कि उनका यौगिकों के किस वर्ग के लिए उपयोग किया जा सकता है।

सारणी 1.1 : कुछ सामान्य विलायक

क्रिस्टलित किए जाने वाले पदार्थ का वर्ग	उपयुक्त विलायक	विलायक की ध्रुवता	
हाइड्रोकार्बन	पेट्रोल, हेक्सेन, पेट्रोलियम-ईथर, बेन्ज़ोन	जल विरोधी (बलस्नेही) अध्रुवीय	
ईथर	डाइएथिल ईथर, मेथिलीन क्लोराइड		
हेलोहाइड्रोकार्बन	क्लोरोफॉर्म		
तृतीयक ऐमीन	ऐसीटोन		
फीटोन, पेट्रिडहाइड और एस्टर	एथिल (अथवा मेथिल) ऐसीटेट		
फीनाल, ऐल्कोहॉल	एथेनॉल		
कार्बोक्सिलिक अम्ल	मेथेनॉल		
एल्फोनिक अम्ल	जल		
कार्बनिक लवण			जलस्नेही ध्रुवीय

क्रिस्टलीकरण के लिए सामान्य कार्य योजना इस प्रकार हो सकती है :



नीचे इन चरणों का संक्षेप में उल्लेख किया गया है :

### i) विलयीकरण (dissolution)

उपयुक्त विलायन का चयन कर लेने के बाद अशुद्ध पदार्थ को उसमें घोल दिया जाता है। ध्यान देने की बात है कि पदार्थ जितना अधिक शुद्ध होगा तथा क्रिस्टल जितने अधिक बड़े होंगे, वह उतना ही धीरे-धीरे घुलेगा। बड़े क्रिस्टलों को घोलने से पहले पीसना पड़ता है। यदि अपद्रव्यों की उपस्थिति के कारण विलयन, तीव्र रंगीन हो तो रंगहीन करने के लिए सक्रियित चारकोल मिलाया जाता है। इसके लिए पहले पदार्थ को घोला जाता है और फिर प्राप्त विलयन को 10 मिनट तक भार में 2-4 प्रतिशत चारकोल के साथ गरम किया जाता है। अशुद्ध अथवा अपरिष्कृत पदार्थ को घोलने से पहले तोल लेना चाहिए। इससे शुद्ध उत्पाद का मात्रा को परिकल्पित करने में सहायता मिलेगी।

### ii) निस्संदन

निस्संदन से धूल और अविलेय अपद्रव्य पृथक हो जाते हैं। तप्त विलयन को ऊर्मित निस्संदन पत्र में छाना जाता है। ऊर्मित निस्संदन पत्र में तप्त विलायक की अल्प मात्रा डालकर पहले गरम कर लिया जाता है। इस निस्संदन को साधारण अथवा गुरुत्व निस्संदन कहते हैं। समयपूर्व (premature) क्रिस्टलीकरण को रोकने के लिए विलायक को कुछ अधिक मात्रा का उपयोग किया जाता है। इसके बाद भी निस्संदन पत्र में कोई पदार्थ रह जाए, तो उसका बाद में निक्षालन (elute) कर लिया जाता है।

### iii) क्रिस्टलीकरण

अतिसंतृप्त विलयन से क्रिस्टलीकरण प्रक्रिया को निम्नलिखित कारकों द्वारा प्रेरित किया जा सकता है :

- गरम संतृप्त विलयन को धीरे-धीरे सामान्य ताप तक अथवा बर्फ में सामान्य से कम ताप तक ठंडा करने से।
- किसी मिश्रणीय मंद विलायक को धीरे-धीरे मिलाने से। विलायक को तब तक मिलाएं जब तक विलयन धुंधला न होने लगे। फिर आविलता को समाप्त करने के लिए उसे हल्का गरम करें और धीरे-धीरे ठंडा होने दें। इसे मिश्रित विलायक तकनीक कहते हैं। प्ररूपी मिश्रित विलायकों के उदाहरण इस प्रकार हैं : एथेनॉल - जल, बेन्जीन - पेट्रोलियम ईथर आदि।

निम्नलिखित क्रियाओं द्वारा क्रिस्टलीकरण आसानी से होता है :

- बीज-क्रिस्टल (seed crystal) मिलाने से।
- कांच की छड़ द्वारा पात्र की दीवारों को खुरचने से।

### iv) क्रिस्टलों का पृथक्करण

क्रिस्टलों को मात्र द्राव से अधिमानतः (preferably) निस्संदन द्वारा पृथक किया जाता है। कभी-कभी, यदि मात्रा बहुत कम हो, तो क्रिस्टलों को अपकेन्द्रण (centrifugation) द्वारा पृथक किया जाता है। क्रिस्टलों पर चिपके मात्र द्राव को पृथक करने के लिए क्रिस्टलों को ठंडे, शुद्ध विलायक से धोया जाता है।

### v) शुष्कन (drying)

ठोस कार्बनिक यौगिकों को भलीभांति सुखा लेना चाहिए क्योंकि नमी अथवा कार्बनिक विलायकों की उपस्थिति का उनके गलनांक, मात्रात्मक तत्व-विश्लेषण, यहां तक कि स्पेक्ट्रम पर भी प्रभाव पड़ता है। यदि ठोस को वाष्पशील विलायक से क्रिस्टलित किया गया हो तो उसे सामान्य ताप पर हवा में सुखाया जाता है। यदि ठोस को चूषण द्वारा बुनकर फनल में एकत्रित किया गया हो तो अधिकांश विलायक चूषण द्वारा पृथक हो जाता है।

अधिक प्रभावकारी शुष्कन के लिए जल-शोषित (desiccator) का उपयोग किया जाता है जिसमें सिलिका जेल, फास्फोरस पेंटॉक्साइड अथवा गलित कैल्सियम क्लोराइड के समान किसी उपयुक्त जल-शुष्कन का उपयोग होता है। हाइड्रोकार्बन विलायकों को पृथक करने के लिए ठोस पैराफिन ब्लॉक सहायक होता है। मात्रात्मक तत्व विश्लेषण के नमूनों को प्रायः निर्वात जल-शुष्कन में सुखाया जाता है। यदि अवन शुष्कन

(drying oven) करना पड़े तो उसे पदार्थ के गलनांक से बहुत कम ताप पर करना चाहिए ।

**बोध प्रश्न 1**

क्रिस्टलीकरण के लिए किसी विलायक का चयन करने के लिए प्रयुक्त होने वाले चार निकषों (criteria) का उल्लेख कीजिए ।

.....

.....

.....

.....

**बोध प्रश्न 2**

एक अशुद्ध ठोस के लिए निम्नलिखित विलायक चयन आंकड़े एकत्रित किए गए । इनके आधार पर ठोस के क्रिस्टलीकरण के लिए आप किस विलयन का उपयोग करेंगे ।

विलायक	सामान्य ताप पर विलेयता	गरम करने पर विलेयता	ठंडा करने पर बने क्रिस्टल
मेथेनाल	अविलेय	अविलेय	
क्लोरोफॉर्म	अविलेय	विलेय	बहुत कम
साइक्लोहेक्सेन	अविलेय	विलेय	बहुत
टॉलुईन	अविलेय	विलेय	बहुत कम

.....

.....

.....

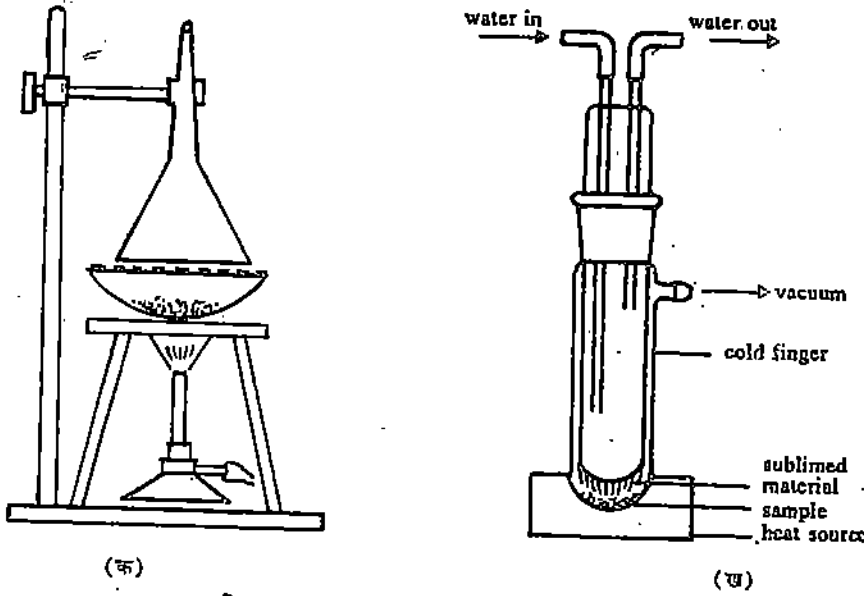
**1.3.3 ऊर्ध्वपातन (sublimation)**

ठोसों के शोधन के लिए ऊर्ध्वपातन (sublimation) क्रिस्टलीकरण की वैकल्पिक विधि है । ऊर्ध्वपातन द्वारा प्रभावकारी शोधन के निकषों के लिए निम्नलिखित शर्तों की आवश्यकता होती है :

- i) जिस यौगिक का शोधन करना हो, उसका अपेक्षाकृत उच्च वाष्प दाब होना चाहिए ।
- ii) शोधित किए जाने वाले यौगिकों की अपेक्षा अपद्रव्यों का वाष्प दाब बहुत कम होना चाहिए ।

इसमें अशुद्ध ठोस को ऊर्ध्वपातन कक्ष अथवा डिश में रखकर गरम किया जाता है । गरम करने से उत्पन्न ताप उस ठंडे-पृष्ठ के ताप से अधिक होना चाहिए जिस पर उसे इकट्ठा करना हो किन्तु उसके (ठोस के) गलनांक से कम होना चाहिए । इन परिस्थितियों में ठोस का वाष्पीकरण होगा और वाष्प ठंडे पृष्ठ पर संघनित हो जाएगी । ठंडे पृष्ठ पर बनने वाले क्रिस्टल प्रायः अत्यंत शुद्ध होते हैं क्योंकि अपद्रव्यों का वाष्पीकरण नहीं होता है ।

ऊर्ध्वपातन एक साधारण उपकरण में किया जाता है जिसमें नमूने को गरम करने के लिए एक चाइना डिश होती है और ऊर्ध्वपातज (sublimate) को इकट्ठा करने के लिए एक उल्टा फनल होता है । छिद्रयुक्त निस्पंदन पत्र से यह सुनिश्चित होता है कि ऊर्ध्वपातज वापिस डिश में न गिरे । फलन की नली में लगा रुई का ढीला डाट वाष्प को निकलने से रोकता है (चित्र 1.8क)



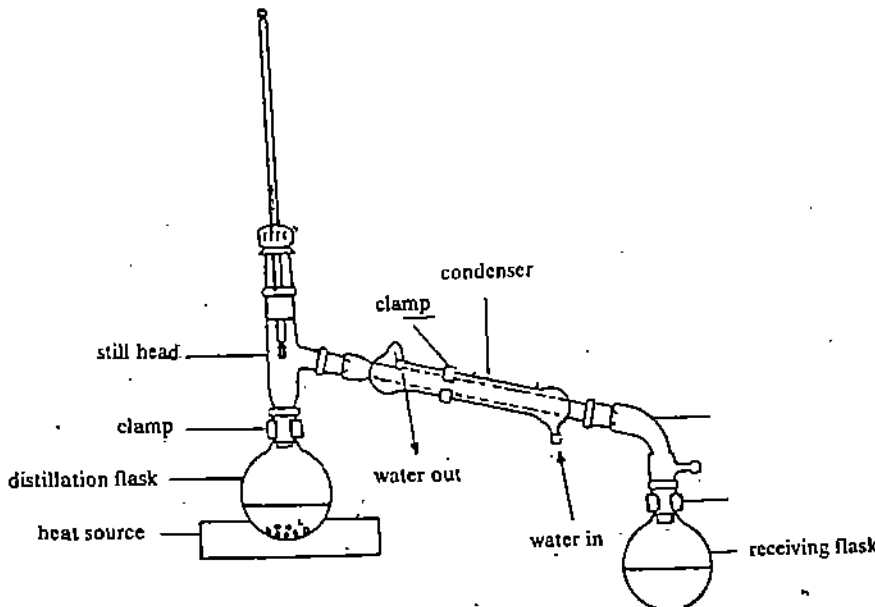
चित्र 1.8 : (क) ऊर्ध्वपातन उपकरण (ख) निर्वात में

ऊर्ध्वपातन-दर में वृद्धि करने के लिए इस प्रक्रम को समानोत दाब पर किया जा सकता है। इसके लिए एक साधारण उपकरण का उपयोग किया जाता है जैसा कि चित्र 1.8 ख में दिखाया गया है। नमूने को बाहरी नली में रखकर गरम किया जाता है। पूर्ण संघनन के लिए ठंडे जल का भीतरी नली में परिसंचार किया जाता है जिसे "कोल्ड फिंगर" कहते हैं।

### 1.3.4 आसवन (distillation)

द्रवों का शोधन आसवन द्वारा किया जाता है। इस प्रक्रम में द्रव को वाष्पित करने के बाद वाष्प को आसुत के रूप में संघनित किया जाता है। साधारण आसवन से अवाष्पशील अपद्रव्यों को पृथक करने में सहायता मिलती है। यदि घटकों के क्वथनांक में  $80^\circ$  अथवा अधिक का अंतर हो तो उन्हें भी साधारण आसवन द्वारा पृथक किया जा सकता है। प्रभाजी आसवन (fractional distillation) का उपयोग द्रव-मिश्रण के घटकों को पृथक करने के लिए किया जाता है जिनके क्वथनांकों में अपेक्षाकृत कम अंतर होता है। जो द्रव अपने गलनांक में अपघटित हो जाते हैं, उनका आसवन, समानोत दाब (reduced pressure) पर किया जाता है।

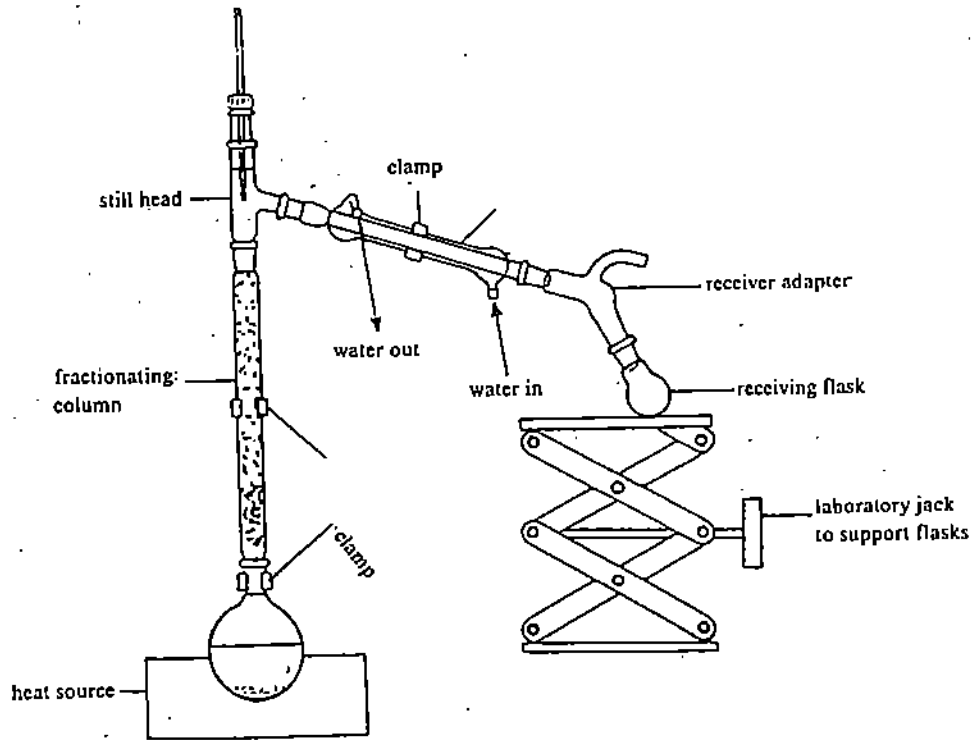
साधारण आसवन के लिए प्रयुक्त उपकरण चित्र 1.9 में दिखाया गया है।  $100^\circ\text{C}$  तक गरम करने के लिए



चित्र 1.9 : साधारण आसवन में प्रयुक्त उपकरण

जल-अवगाह (water bath) का और 200°C तक गरम करने के लिए तेल-अवगाह (oil bath) का उपयोग किया जाता है। उच्छलन (bumping) को रोकने के लिए आसवन-फ्लास्क में क्वथन-उपलों (boiling stones) का उपयोग किया जाता है।

प्रभाजी आसवन के लिए प्रभाजक स्तंभ (fractionating column) का उपयोग किया जाता है। अनेक प्रकार के प्रभाजक स्तंभ उपलब्ध हैं जिनकी पृथक् करने की प्रभावकारिता (effectiveness) भिन्न-भिन्न होती है। आमतौर पर प्रभाजी आसवन के लिए प्रयुक्त उपकरण को चित्र 1.10 में दिखाया गया है। समानीत दाब पर आसवन के लिए उपकरण, जैसाकि चित्र 1.9 में दिखाया गया है को निर्वात पंप के साथ जोड़ दिया जाता है। जल-पंप से लगभग 10-15 टॉर दाब प्राप्त होता है जो क्वथनांक को करीब 100° कम कर देता है। तेल घूर्णी-पंप (oil rotatory pump) दाब को लगभग 0.1 टॉर तक कम कर देता है तथा क्वथनांक का अतिरिक्त 60° कम कर देता है। इसमें कैपिलरी (capillary) द्वारा आसवन फ्लास्क में प्रविष्ट हवा की पतली धारा उच्छलन को रोकती है।



चित्र 1.10 : प्रभाजी आसवन के लिए प्रयुक्त उपकरण

### 1.3.5 वर्णलेखन (chromatography)

वर्णलेखी पृथक्करण, दो अमिश्रणीय प्रावस्थाओं (immiscible phases) के बीच किसी मिश्रण के घटकों के विभाजन गुणांकों में अंतर पर निर्भर करता है। इनमें से एक गतिशील प्रावस्था (mobile phase) होती है जो दूसरी स्तब्ध प्रावस्था (stationary phase) के सापेक्ष गमन करती है। पृथक् किए जाने वाले पदार्थ गतिशील प्रावस्था के साथ वाहित (transporte) होते हैं।

किसी द्वि-प्रावस्था तंत्र में किसी पदार्थ का विभाजन गुणांक  $K$  इस प्रकार व्यक्त किया जा सकता है :

$$K = \frac{C_s}{C_m}$$

जिसमें  $C_s$  स्तब्ध प्रावस्था में पदार्थ की सान्द्रता और  $C_m$  गतिशील प्रावस्था में पदार्थ की सान्द्रता है। उपर्युक्त समीकरण से स्पष्ट है कि पदार्थ का विभाजन गुणांक जितना अधिक होगा, स्तब्ध प्रावस्था में उसकी सान्द्रता उतनी ही अधिक होगी। दूसरे शब्दों में स्तब्ध प्रावस्था में उसकी धारणशीलता अधिक होगी। फलस्वरूप गतिशील प्रावस्था में गति मंद होगी।

गतिशील और स्तब्ध प्रावस्थाओं की भौतिक अवस्थाओं के अनुसार विभिन्न वर्णलेखी विधियों का वर्गीकरण इस प्रकार किया जाता है :

गतिशील प्रावस्था	स्तब्ध प्रावस्था	वर्णलेखी तकनीक
वायु	ठोस	गैस वर्णलेखिकी (gas chromatography) (गैस-ठोस वर्णलेखिकी)
	द्रव	गैस वर्णलेखिकी (गैस-द्रव वर्णलेखिकी)
द्रव	ठोस	अधिशोषण वर्णलेखिकी (adsorption chromatography)
	द्रव	द्रव-द्रव विभाजन

स्तब्ध प्रावस्था को अवशोषक (absorbent) तथा गतिशील प्रावस्था को निक्षालक (eluent) कहते हैं। अवशोषक से अवशोषित पदार्थ को धोकर पृथक करने की क्रिया को निक्षालन (elution) कहते हैं। वर्णलेखी स्तंभ से प्राप्त होने वाले विलयन को निक्षालन-द्रव (eluate) कहते हैं।

उपर्युक्त तकनीकें भलीभांति स्पष्ट हैं और कार्बनिक रसायन प्रयोगशाला में नित्यप्रति की जाती हैं। गैस वर्णलेखिकी जैसे प्रक्रमों के लिए श्रेष्ठ व्यापारिक यंत्र उपलब्ध हैं। आप मुख्य रूप से अधिशोषण वर्णलेखिकी का उपयोग करेंगे। अतः इस विधि का विस्तारपूर्वक वर्णन किया जाएगा।

### 1.3.6 अधिशोषण वर्णलेखिकी (adsorption chromatography)

जैसा कि ऊपर बताया गया है, वर्णलेखिकी, गतिशील द्रव और ठोस स्तब्ध प्रावस्था के बीच विभाजन होता है। ऐसे विभाजन की सफलता गतिशील और स्तब्ध प्रावस्थाओं के ठीक-ठीक चयन पर निर्भर करती है।

यदि स्तब्ध प्रावस्था ध्रुवीय हो, जैसा कीसेल-जेल अथवा सिलिका जेल, ऐलुमिना अथवा सेलुलोस में होता है, तो गतिशील प्रावस्था का चयन, अध्रुवीय से आरंभ किया जाता है और उसके बाद ध्रुवीय माध्यम की ओर बढ़ते हुए ध्रुवता के क्रम में आगे बढ़ते हैं। अर्थात् हेक्सेन → ईथर → मेथेनॉल। यदि स्तब्ध माध्यम नाइलॉन, पॉलिस्टाइरीन आदि अध्रुवीय हो, तो मेथेनॉल, जल अथवा ऐसीटोनाइट्राइल जैसी ध्रुवीय गतिशील प्रावस्था का उपयोग किया जाता है।

#### i) स्तब्ध प्रावस्थाएं

दो साधारणतया प्रयुक्त स्तब्ध प्रावस्थाएं नीचे दी गई हैं :

##### कीसेल-जेल अथवा सिलिका जेल

यह अधिशोषण वर्णलेखिकी में स्तब्ध प्रावस्था के रूप में सर्वाधिक प्रयुक्त पदार्थ है। कीसेल-जेल निर्जलीकृत अत्यंत रन्ध्रमय सिलिका अम्ल होता है जिसे पीसकर 0.04 - 0.2 mm आमाप के कण प्राप्त किए जाते हैं जिनका पृष्ठीय क्षेत्रफल 200 - 400 m<sup>2</sup> प्रति ग्राम होता है।

##### ऐलुमिना

ऐलुमिना किंचित क्षारकीय होता है। उसे pH 7.0 तक उदासीन करने से उदासीन ऐलुमिना प्राप्त किया जाता है। उसके बाद गरम करके सक्रियकरण किया जाता है।

#### ii) गतिशील प्रावस्थाएं

गतिशील प्रावस्था का चयन, पदार्थ के स्वभाव पर और साथ ही साथ ही इस बात पर निर्भर करता है कि उसका अधिशोषण कितनी तीव्रता से होता है। सारणी 1.2 में पदार्थों को, कीसेल-जेल और ऐलुमिना पर, उनके बढ़ते हुए अवशोषण के क्रम में व्यवस्थित किया गया है साथ ही संगत गतिशील प्रावस्था भी दर्शाई गई है जिसका निक्षालक के रूप में उपयोग किया जाता है। ऐसी श्रेणी को निक्षाल्यता श्रेणी (eluotopic series) कहते हैं।

पदार्थ	निक्षालक
असंतृप्त हाइड्रोकार्बन असंतृप्त हाइड्रोकार्बन	n-पेन्टेन, n-हेक्सेन साइक्लोहेक्सेन कार्बन टेट्राक्लोराइड टॉलुईन
ईथर	बेन्जीन डाइएथिल ईथर क्लोरोफॉर्म
एस्टर	
कोसेल-जेल अथवा ऐलुमिना पर अधिशोषण का वद्धता क्रम	वद्धता निक्षालन सामर्थ्य
कोटोन ऐमीन	डाइक्लोरोमेथेन ऐसीटोन (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> पर नहीं)* एथिल ऐसीटेट आइसोप्रोपेनॉल एथेनॉल मेथेनॉल ऐसीटिक अम्ल जल
ऐल्कोहॉल	
फोर्नॉल अम्ल	

\* ऐसीटोन का Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> पर उपयोग नहीं करना चाहिए क्योंकि वह संयोजन उत्पाद (addition compounds) बना लेता है।

विलायकों में मिश्रणों का निक्षालकों की भांति उपयोग किया जा सकता है। विलायकों को शुद्ध और अधिमानतः ताज़ा आसवित होना चाहिए।

### ताप निर्भरता

पदार्थ, कम ताप पर अधिक तीव्रतापूर्वक अधिशोषित होते हैं। वर्णलेखन जिस स्थान पर किया जाए वह वात-प्रवाह (draught) मुक्त होना चाहिए और बहुत अधिक गरम नहीं होना चाहिए।

यहां हम दो प्रायोगिक अधिशोषण वर्णलेखी तकनीकों का वर्णन कर रहे हैं। ये हैं : वैश्लेषिक पतली परत वर्णलेखन (thin layer chromatography) और विरचनात्मक मोटी परत वर्णलेखन (preparative thick layer chromatography)। स्तंभ वर्णलेखन आदि का वर्णन आभामी प्रयोगशाला-पाठ्यक्रमों में किया जाएगा।

वैश्लेषिक टी. एल. सी. का उपयोग निम्नलिखित कार्यों के लिए किया जा सकता है :

- शुद्धता की जांच करने,
- पृथक्करण से पहले प्रारंभिक परीक्षण करने,
- ज्ञात पदार्थों के साथ गुणात्मक तुलना करने,
- अभिक्रिया को मॉनीटर करने

### प्रक्रिया

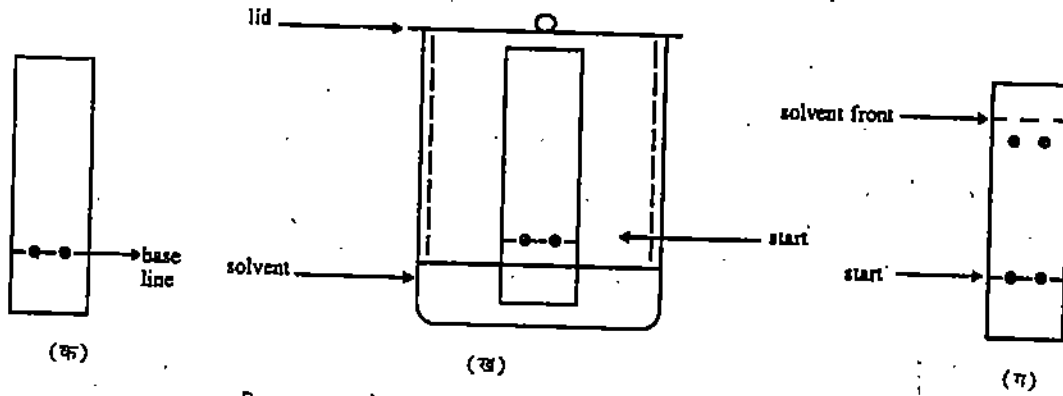
#### 1) प्लेट तैयार करना

जिस प्रकार के सूक्ष्मदर्शी स्लाइडों का जीव-विज्ञान प्रयोगशालाओं में इस्तेमाल होता है, इसमें वैसे ही स्लाइडों का उपयोग किया जाता है। प्लेटों को भली प्रकार साफ करके सुखा लिया जाता है। स्वस्थ प्रावस्था ऐलुमिना अथवा कीसेल-जेल होता है जिसे कार्बन टेट्राक्लोराइड में बने अधिशोषक के कर्दम 100 cm<sup>3</sup> में लगभग 30 ग्राम) के लगभग 0.2 mm मोटाई में लगाया जा सकता है। इसके लिए प्लेट को कर्दम (slurry) में डुबाकर बहने दिया जाता है। कीसेल-जेल/ऐलुमिना में कैल्सियम सल्फेट के समान कोई योजक मिलाया जाता है जो अवशोषक को कांच की प्लेट पर जमाने में सहायक होता है। उसके बाद प्लेटों को एक रैक में रख दिया जाता है और अवन में 100°C पर एक घंटे तक गरम करके सक्रियित किया जाता है।



## II) पदार्थ का अनुपयोग

सबसे कम ध्रुवीय, उपयुक्त, अल्प वषधनाकी विलायक में बने पदार्थ के 1 प्रतिशत तनु विलयन को प्लेट जिसके एक सिरे पर धब्बे के रूप में एक पतली केशिका द्वारा प्रयुक्त किया जाता है जैसा कि चित्र 1.21 में दिखाया गया है। विलायक को पूरी तरह उद्घाटित होने दिया जाता है।



चित्र 1.11 : नमूने (sample) द्वारा उत्पन्न धब्बेदार टी. एल. सी. प्लेट

- (क) व्यक्तीकरण (development) से पहले  
 (ख) टी. एल. सी. प्लेट का व्यक्तीकरण  
 (ग) व्यक्तीकरण के बाद

## III) वर्णलेख का व्यक्तीकरण (developing the chromatogram)

प्लेट को वर्णलेखी कक्ष में खड़ा रखा जाता है। प्लेट का धब्बे वाला निचला सिरा निक्षालक में डुबाया जाता है और व्यक्तीकरण होने दिया जाता है (चित्र 1.11ख)। वर्णलेखी कक्ष छोटे जार होते हैं जिनमें डाट लगे रहते हैं। जब विलायक का अग्रान्त कुछ दूरी तक बढ़ जाता है तो प्लेट हटा दी जाती है। विलायक के अग्रान्त पर निशान लगाकर प्लेट को सूखने दिया जाता है (चित्र 1.11 ग)।

## (iv) पहचान

रंगीन बिन्दु शीघ्र दिखाई देते हैं। रंगहीन बिन्दुओं को दृष्टिगोचर करने के लिए निम्नलिखित विधियां अपनाई जाती हैं :

- पराबैंगनी प्रकाश से यदि पदार्थ पराबैंगनी प्रकाश का अवशोषण करे। जैसे - ऐरोमैटिक यौगिक।
- वर्णलेखी जार में प्लेट को आयोडीन वाष्प में खड़ा करने से। साधारणतया कार्बनिक यौगिक आयोडीन के साथ रंगीन धब्बे उत्पन्न करते हैं।
- 1 : 1  $H_2SO_4$  - जल मिश्रण से फुहार करने के बाद यौगिकों के कार्बनीकरण के लिए तीव्र गरम करने से  $H_2SO_4$  फुहारण में सावधानी बरतनी चाहिए जिसे अधिमानतः धूम-छत्र (fume hood) में किया जाता है।
- उपयुक्त अभिकर्मकों के फुहारण से जो परीक्षण पदार्थों के साथ रंगीन धब्बे उत्पन्न करते हैं। उदाहरण के लिए, ऐमिनो अम्लों में निनाहाइड्रिन का उपयोग किया जाता है।

## (v) अभिलेखन (recording)

वर्णलेख को अनुरेखण-पत्र (tracing paper) की सहायता से दर्ज किया जाता है। आरंभिक स्थिति, विलायक अग्रान्त (solvent front) और धब्बों को स्पष्ट रूप से चिह्नित किया जाता है। प्लेट की किस्म, निक्षालक और व्यक्तीकरण विधि का विस्तृत विवरण भी दर्ज कर लिया जाता है।

किसी पदार्थ का  $R_f$  का मान निम्नलिखित संबंध से परिकलित किया जाता है :

$$R_f = \frac{\text{आरंभ से धब्बा-केन्द्र के दूरी}}{\text{आरंभ से विलायक-अग्रान्त की दूरी}}$$

मान उन अवस्थाओं पर निर्भर करता है, जिनमें वर्णलेखन किया जाता है अर्थात् यह प्लेट की किस्म, निक्षालक, ताप आदि पर निर्भर करता है। उसको पुनरुत्पादकता  $\pm 20$  प्रतिशत है। अपितु संभावित संदर्भ यौगिक को तुलना के लिए उसी प्लेट पर धावन (run) करना सर्वोत्तम रहता है।

#### विरचनात्मक मोटी परत वर्णलेखिकी (chromatography preparative thick layer)

विरचनात्मक मोटी परत वर्णलेखिकी में 200 mg तक के बड़े नमूनों को प्रयोग किया जाता है। प्लेटें भी बड़ी होती हैं जिनका क्षेत्रफल लगभग 20 cm<sup>2</sup> होता है। बड़ी प्लेट पर अतिशोषक की एक-समान परत को निक्षेपित करना संभव नहीं है इसलिए अनुप्रयोजित्र (applicator) का उपयोग किया जाता है। व्यापारिक अनुप्रयोजित्र अथवा विस्तारित्र (spreaders) उपलब्ध हैं जिनसे एक-समान परत निक्षेपित की जा सकती है। उनका अतिरिक्त लाभ यह है कि परत की मोटाई को समंजित किया जा सकता है। अधिशोषक को प्लेट पर निक्षेपित करने के बाद उसे गरम करके सक्रियित किया जाता है जैसा कि वैश्लेपिक टी. एल. सी. के लिए किया जाता है। पृथक किए जाने वाले मिश्रण के सान्द्र विलायन को कर्पित पिपेट द्वारा सबसे संकीर्ण पट्टी (strip) में प्रयुक्त किया जाता है। वर्णलेख को विकसित करने के बाद पृथकित धँडों की पहचान कर ली जाती है और अलग से अपघर्षण (scrap) कर लिया जाता है। फिर इनका निक्षालक से अधिक ध्रुवीय विलायक के साथ निक्षालन कर लिया जाता है और छानकर पदार्थ को विलायक के उद्घामन (evaporation) द्वारा पृथक कर लिया जाता है।

#### बोध प्रश्न 3

टी. एल. सी. द्वारा क और ख दो घटकों को पृथक किया गया जबकि विलायक - अग्रान्त, आरंभिक नमूने वाले धब्बे के तल से ऊपर को 10 cm की दूरी तक गमन कर चुका था। आरंभिक धब्बे से क का धब्बा 7 cm ऊपर और ख का धब्बा 4 cm ऊपर था। क और ख का  $R_f$  मान परिकलित कीजिए।

## 1.4 शुद्धता के परीक्षण

शुद्धता की जांच नीचे दिए गए किसी निकष द्वारा की जा सकती है। इन निकषों का उपयोग ज्ञात यौगिकों के लक्षणों को ज्ञात करने के लिए भी किया जा सकता है।

### 1.4.1 गलनांक (melting point)

गलनांक ठोस यौगिकों की शुद्धता की जांच करने के लिए सर्वाधिक प्रयुक्त परीक्षण है। साधारण रूप से शुद्ध क्रिस्टलीय यौगिक का निश्चित और तीक्ष्ण गलनांक होता है, अर्थात् गलन-परास अर्थात् जिस ताप पर क्रिस्टल पिघलना आरंभ करते हैं और जिस ताप पर नमूना पूरी तरह द्रव बन जाता है, इन दोनों तापों के बीच 0.5 - 1.0°C से अधिक अंतर नहीं होता है। अपद्रव्य की अल्प मात्रा भी गलनांक बहुत कम कर देती है। अतः यौगिक क्रिस्टलीकरण से स्थिर गलनांक प्राप्त होता है। यौगिक के गलनांक की पुनः पुष्टि करने के लिए उसे किसी दूसरे विलायक से क्रिस्टलित करना भी ठीक रहता है। यौगिक को भलीभांति सुंकाकर बारीक चूर्ण बनाने के बाद गलनांक ज्ञात करना चाहिए।

गलनांक को केशिका (Capillary tube) में ज्ञात किया जाता है जो हवा में खुली रहती है। केशिका लगभग 1-2 mm व्यास की पतली कांच की नली होती है। गलनांक ज्ञात करने के लिए लगभग 8-9 cm लंबी केशिका लेकर उसके एक सिरे को बंद कर लिया जाता है। इसके लिए केशिका को बुन्सन ज्वाला के ऊपर

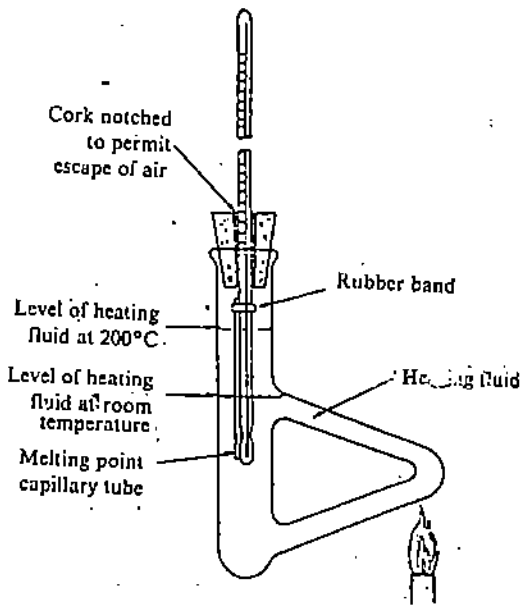
कुछ सेकंडों तक क्षैतिजतः पकड़कर घुमाया जाता है। गलित कांच से केशिका बंद हो जाएगी। बड़े कांच मनिकाओं को नहीं बनने देना चाहिए।

उसके बाद केशिका को नीचे दी गई विधि से भरा जाता है :

लगभग 25 mg शुष्क पदार्थ लेकर उसे साफ पॉर्सिलेन प्लेट में रखा जाता है। धातु अथवा कांच के स्पैचुला से बारीक पीसकर उसकी छोटी ढेरी बना ली जाती है। केशिका का खुला सिरा चूर्ण की ढेरी में प्रविष्ट किया जाता है जिससे चूर्ण की अल्प मात्रा केशिका में चली जाती है। केशिका के बंद सिरे को धीरे-धीरे बेंच में थपथपाकर ठोस को नली के अंदर डाल दिया जाता है। इस प्रक्रम को जब तक दोहराते रहते हैं जब तक यौगिक 3-5 mm लंबाई में न भर जाय। उसके बाद केशिका के बाहरी हिस्से को साफ पोछ लिया जाता है।

केशिका को द्रव-अवगाह (liquid bath) में अथवा विद्युत् द्वारा गरम किए गए धातु-ब्लॉक में गरम किया जाता है। आप धीले गलनांक अवगाह का उपयोग भी कर सकते हैं जो एक नली होती है जिसकी पार्श्व भूजा बंद और मुड़ी होती है। पार्श्व भूजा को गरम करने पर गरम द्रव परिसंचरण करता है और नमूने का ताप बढ़ा देता है। नली में मुड़ी पार्श्व भूजा के ठीक ऊपर तक नली में द्रव भर दिया जाता है। इसमें विलोडन की आवश्यकता नहीं होती है। साधारणतया द्रव पैराफिन का अवगाह द्रव के रूप में उपयोग किया जाता है जिसे 220°C तक सुरक्षित गरम किया जा सकता है। इस ताप से ऊपर वह धूम देने लगता है और विरजित हो जाता है। सिलिकोन तेल स्थाई होते हैं किन्तु महंगे होते हैं।

थर्मामीटर को कार्क में से फिट किया जाता है। कार्क के एक हिस्से को काट दिया जाता है ताकि थर्मामीटर का मापक्रम दृश्य रहे तथा गरम करने पर हवा बाहर निकल सके। भरी हुई केशिका को थर्मामीटर के निचले सिरे पर इस प्रकार संलग्न कर दिया जाता है कि पदार्थ, पारद बल्ब के बीच में रहे। इस कार्य के लिए नली को अवगाह द्रव द्वारा गोला कर दिया जाता है। द्रव के पृष्ठ तनाव के कारण केशिका, केशिका-क्रिया द्वारा थर्मामीटर के साथ संलग्न रहती है। केशिका संलग्न थर्मामीटर को अवगाह में प्रविष्ट किया जाता है। इस बात का ध्यान रखा जाता है कि केशिका का खुला सिरा द्रव के तल से काफी ऊपर रहे। गरम करने पर द्रव के प्रसार का ध्यान रखें।



चित्र 1.12 : थोले गलनांक उपकरण

चित्र 1.12 में दिए गए गलनांक उपकरण को एक छोटी ज्वाला द्वारा गरम किया जाता है। जब तक ताप, पदार्थ के गलनांक से लगभग 15° नीचे तक न पहुँच जाय तब तक उपकरण को तीव्र गरम किया जाता है और उसके बाद धीरे-धीरे गरम किया जाता है जिससे ताप 2° प्रति मिनट की दर से बढ़े। जिस ताप पर पदार्थ गलना आरंभ करता है तथा जिस ताप पर वह पूरी तरह द्रव में बदल जाता है, दोनों को नोट कर लिया जाता है अर्थात् जैसा कि ऊपर बताया गया है, शुद्ध यौगिक के लिए यह परास 0.5 - 1 से अधिक नहीं होना चाहिए। किसी प्रकार के मृदुलन, सिन्डरण, गैस का बनना अथवा अपघटन संबंधी किसी अन्य क्रिया को सावधानीपूर्वक नोट किया जाता है। अज्ञात यौगिक के मामले में पहले उसका लगभग गलनांक ज्ञात किया जाता है।

**मिश्रित गलनांक (mixed melting point)**

हम जानते हैं कि किसी बाहरी पदार्थ की उपस्थिति से शुद्ध कार्बनिक यौगक का गलनांक कम हो जाता है। इस तथ्य का उपयोग मिश्रित गलनांक परीक्षण द्वारा कार्बनिक यौगकों की पहचान करने में किया जाता है। इसके लिए यौगिक के प्रामाणिक नमूने के गलनांक की तुलना विचाराधीन यौगिक के साथ प्रामाणिक नमूने के मिश्रण के साथ की जाती है। यदि दोनों समान हों तो मिश्रण के गलनांक में कोई अवनमन (depression) नहीं होगा। यदि वे भिन्न हों तो मिश्रण का गलनांक अनेक डिग्री कम हो सकता है। एक नली में प्रामाणिक नमूने को लेकर और दूसरी में मिश्रण लेकर दोनों को थर्मामीटर के दो पाखों में रखकर दोनों के गलनांक साथ-साथ नोट किए जा सकते हैं।

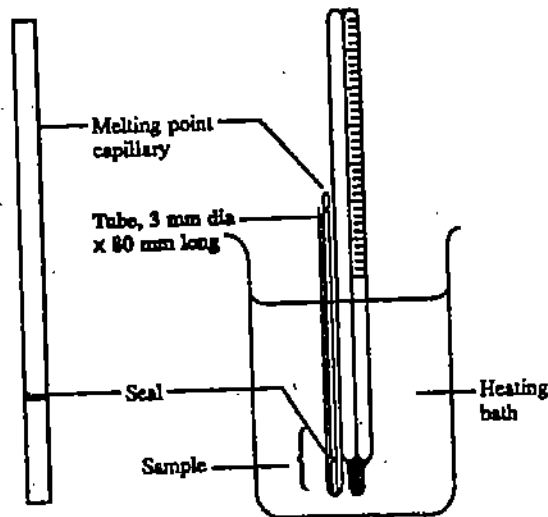
**1.4.2 क्वथनांक (boiling point)**

क्वथनांक द्वारा द्रव की शुद्धता की जांच की जा सकती है। शुद्ध द्रव का विशिष्ट दाब पर ही निश्चित क्वथनांक होता है क्योंकि क्वथनांक पर अपद्रव्यों और बाहरी दाब दोनों का प्रभाव पड़ता है। सामान्यतया अपद्रव्यों के कारण क्वथनांक बढ़ जाता है। क्वथनांक वह ताप है, जिस पर द्रव का वाष्प दाब, परिवेश दाब (ambient pressure) के बराबर होता है। उच्च दाब पर द्रव का क्वथनांक अधिक होता है और यदि दाब कम कर दिया जाय तो द्रव न्यून ताप पर उबलता है।

यदि 5 cm<sup>3</sup> अथवा अधिक द्रव उपलब्ध हो तो किसी छोटे फ्लास्क से धीरे-धीरे आसवित कर उसका क्वथनांक निर्धारित किया जा सकता है। कम मात्राओं के लिए सूक्ष्म-विधि का उपयोग किया जाता है। ऐसी ही एक विधि का वर्णन नीचे किया गया है।

**सिवोलोबाफ विधि (siwoloboff's method)**

इस विधि में दो नलियों की आवश्यकता होती है - एक साधारण गलनांक केशिका होती है जिसकी लंबाई 90-110 mm होती है। दूसरी एक चौड़ी नली होती है जिसका व्यास 3-5 mm और लंबाई 80-100 mm होती है। केशिका एक सिरा बंद कर दिया जाता है और ज्वाला में पकड़कर खुले सिरे से 1 cm दूरी पर दूसरा सील कर दिया जाता है। चौड़ी नली का भी एक सिरा बंद कर दिया जाता है। केशिका को चौड़ी नली में इस प्रकार रखा जाता है कि उसका खुला सिरा नीचे की ओर रहे जैसा कि चित्र 1.13 में दिखाया गया है। उसके बाद पिपेट द्वारा उस द्रव को चौड़ी नली में डाला जाता है जिसका क्वथनांक ज्ञात करना हो। इस बात का ध्यान रखा जाता है कि द्रव का तल केशिका के सील से लगभग 2 ऊपर रहे। नली को थर्मामीटर के साथ संलग्न कर दिया जाता है ताकि द्रव, थर्मामीटर के पारद बल्ब के समतल में रहे। इसके लिए रबर बैंड का उपयोग करना पड़ सकता है। संलग्न नलियों के साथ थर्मामीटर को तापन अवगाह (heating bath) में डाल दिया जाता है। इस बात का ध्यान रखा जाता है कि रबर बैंड द्रव के तल से काफी ऊपर रहे क्योंकि द्रव पैराफिन रबर के साथ क्रिया करता है।



चित्र 1.13 : क्वथनांक उपकरण-समाहार (assembly).

अवगाह को तब तक गरम किया जाता है कि जब तक केशिका से बुलबुलों की द्रुत और सतत धारा न निकलने लगे। इसके पहले कुछ बुलबुलों को अनियमित रूप से निकलते हुए देखा जा सकता है। पहले हवा के बुलबुले धीरे-धीरे निकलेंगे और उसके बाद तीव्र गति से और अंततः क्वथनांक पहुंचने पर द्रव उबलने लगेगा। यह द्रव का क्वथनांक नहीं है। इस स्थिति में तापन-स्रोत को हटाकर अवगाह को धीरे-धीरे ठंडा होने दिया जाता है। जैसे बुदबुदन की दर कम होने लगती है द्रव केशिका में चढ़ने लगता है। इस ताप को नोट कर लिया जाता है। यही द्रव का क्वथनांक है। यदि द्रव बहुत धीरे-धीरे चढ़े तो उस ताप को नोट किया जा सकता

है जिस पर द्रव चढ़ने लगता है और जिस पर केशिका पूरी भर जाती है। यही द्रव का क्वथनांक परास है।

केशिका को हटाने के बाद द्रव को हिलाकर छोटे सिरे से निकाल लिया जाता है। उसके बाद केशिका को नमूना-नली में रखकर तापन और शीतलन प्रक्रमों को दोहराया जाता है। इस बार अधिक सही निर्धारण संभव है। क्वथनांकों को 1-2° के अंदर दुबारा उत्पन्न (reproducible) होना चाहिए।

आप इस तकनीक का भौतिक आधार जानना चाहेंगे। द्रव को गरम करने से पहले केशिका में हवा भरी होती है। जब अवगाह को गरम किया जाता है तो केशिका से हवा बाहर निकल जाती है और उसके स्थान पर द्रव-वाष्प भर जाते हैं। आगे गरम करने पर द्रव जोर से उबलने लगता है और द्रव का वास्तविक क्वथनांक बढ़ जाता है। इस स्थिति में केशिका में वायु के स्थान पर पूरी तरह द्रव-वाष्प भर जाता है। ठंडा करने पर, विशेष ताप पर द्रव का वाष्प दाब, परिवेश दाब के बराबर हो जाता है जिससे द्रव केशिका में चढ़ जाता है। यह ताप द्रव का क्वथनांक है।

गलनांक और क्वथनांक के अलावा यौगिक शुद्धता की जांच पतली परत वर्णलेखिकी (टी. एल. सी.) द्वारा भी की जा सकती है। पृथक्करण की अनुकूलतम परिस्थितियों में शुद्ध यौगिक से एक ही धब्बा प्राप्त होगा। इसके अलावा मानक अवस्थाओं में किसी यौगिक का  $R_f$  का मान उसका अभिलाक्षणिक गुणधर्म होता है और इसका उपयोग यौगिक को पहचानने में किया जा सकता है।

#### बोध प्रश्न 4

निम्नलिखित गलनांकों से नमूने की शुद्धता के बारे में क्या परिणाम निकलता है ?

- क) 130°C - 132°C  
 ख) 56°C - 60°C  
 ग) 147°C (अपघटन)  
 घ) 173.5°C - 174.5°C

#### बोध प्रश्न 5

निम्नलिखित कथन सही हैं या गलत, समीक्षा कीजिए। यदि गलत हैं तो कारण बताइए।

- क) अपद्रव्य के विद्यमान होने से कार्वनिक यौगिक का गलनांक सदैव कम हो जाता है।  
 ख) किसी क्रिस्टलीय कार्वनिक पदार्थ का सुस्पष्ट गलनांक से एक शुद्ध यौगिक का संकेत मिलता है।  
 ग) यदि यौगिक क के नमूने को यौगिक ख में मिलाने से ख के गलनांक में कोई कमी नहीं होती है तो ख और क समान यौगिक होने चाहिए।  
 घ) यदि यौगिक क के नमूने को ख में मिलाने से यौगिक ख का गलनांक कम हो जाय तो ख और क समान नहीं हैं।

### 1.5 कांच पात्र : उपयोग और सफाई में सावधानियां

कार्वनिक विरचनाओं में अनेक प्रकार के कांच-पात्रों का उपयोग किया जाता है। उनके समुचित और सुरक्षित इस्तेमाल के लिए निम्नलिखित सुरक्षा सावधानियों को ध्यान में रखना चाहिए।

प्रयोगशाला में प्रयुक्त होने वाले कांच पात्रों का इस्तेमाल करते समय इस मूलभूत नियम का ध्यान रखना चाहिए कि किसी भी कांच पात्र पर अनावश्यक दाब अथवा बल न डालें। यह नियम कांच की नलियों अथवा धर्मापीटरों को खर के टाटों अथवा कार्कों में प्रविष्ट करने अथवा कार्कों को संयंत्रों, फलनों आदि में फिट करने में प्रयुक्त होता है। कांच को कार्कों में प्रविष्ट करने की एक आसान विधि यह है कि कांच को जल, साबुन के जल अथवा प्लिसरॉल से गीला कर लिया जाय। कांच को कार्क में प्रविष्ट करते समय कांच को कार्क के बहुत समीप पकड़ना चाहिए। कांच और कार्क पर कपड़ा लपेट लेना होशियारी होगी, क्योंकि यदि

कांच टूट भी जाय तो उससे हाथ नहीं कटेगा ।

इस्तेमाल करने के तुरन्त बाद कांच पात्रों को धो लेना चाहिए । कांच पात्रों को साबुन अथवा सामान्य प्रयोगशाला अपमार्जक से धोकर अधिकांश रासायनिक अवशिष्टों को पृथक किया जा सकता है । जल में अविलेय पदार्थों को धोने के लिए ऐल्कोहॉल, अथवा ऐसीटोन के समान सामान्य कार्बनिक विलायकों का उपयोग किया जा सकता है । कठिनाई से पृथक होने वाले अवशेषों को पृथक करने के लिए क्रोमिक अम्ल अथवा ठोस पोटैशियम हाइड्रॉक्साइड के साथ ऐल्कोहॉल के मिश्रण जैसे शक्तिशाली अपमार्जक विलायकों की आवश्यकता होती है । आपको सलाह दी जाती है कि ऐसे शक्तिशाली अपमार्जक विलायकों का उपयोग करने से पहले आप अपने परामर्शदाता से पूछ लें क्योंकि उनके इस्तेमाल में विशेष सावधानी की आवश्यकता होती है ।

कार्बनिक विरचनाओं में इस्तेमाल करने से पहले कांच पात्रों को सुखाने की आवश्यकता होती है । मानक अथवा अशाकित कांच पात्रों के अलावा अन्य कांच-पात्रों को गरम हवा के ब्लोअर से अथवा गरम हवा को अवन में गरम किया जाता है । अशाकित कांच पात्रों को कभी भी गरम नहीं करना चाहिए । उनको ऐल्कोहॉल अथवा ऐसीटोन से प्रक्षालन करने के बाद सुखा देना चाहिए ।

झाटों और विनिमेष-जोड़ों में भलीभांति ग्रीज लगा देना चाहिए जिससे वे चिपक न पाएँ ।

## 1.6 प्रयोगशाला में सुरक्षा

रसायन प्रयोगशालाओं में खतरों की संभावना रहती है क्योंकि उनमें ज्वलनशील द्रव, विषैले रसायन और भंगुर कांच-पात्र होते हैं । जिन प्रयोगशालाओं में गैस के उच्च दाब सिलिंडरों का प्रयोग किया जाता है, वहां उनका भी खतरा रहता है । इसलिए रसायन प्रयोगशाला में काम करते समय समुचित सावधानी रखनी चाहिए और सुरक्षित प्रायोगिक प्रक्रियाएं अपनानी चाहिए । ऐसा करने से रसायन प्रयोगशाला भी रसोई अथवा स्नानगृह के समान सुरक्षित हो जाती है ।

कुछ महत्वपूर्ण सुरक्षा उपाय नीचे दिए गए हैं । यदि किसी प्रयोग में विशिष्ट सावधानियों अथवा सुरक्षा उपायों की आवश्यकता होती है तो उनका उल्लेख उसी प्रयोग में किया गया है । निम्नलिखित उपायों को सावधानीपूर्वक पढ़कर उनका ईमानदारी के साथ पालन करना चाहिए ।

1. सबसे पहले प्रयोगशाला के खाके से परिचित होना चाहिए । विशेष रूप से यह मालूम होना चाहिए कि अग्नि शामक, कम्बल और प्राथमिक सहायता पेटी कहाँ रखे हैं ।
2. प्रयोगशाला में कभी भी अकेले काम न करें ।
3. इस्तेमाल करने से पहले कांच पात्र की जाँच कर लें । उसमें कोई दरार अथवा अपूर्णता नहीं होनी चाहिए ।
4. लगभग सभी कार्बनिक द्रव ज्वलनशील होते हैं । अतः उन्हें सीधे ज्वाला के ऊपर गरम नहीं करना चाहिए । इसके लिए जल-अवगाह अथवा तेल अवगाह का उपयोग किया जाता है ।
5. सभी रसायनों के इस्तेमाल में सावधानी रखनी चाहिए, यथासंभव त्वचा के साथ सीधे सम्पर्क से बचना चाहिए । विषैले यौगिकों का इस्तेमाल करते समय रबर अथवा प्लास्टिक के दस्ताने पहन लेने चाहिए । किसी भी यौगिक के वाष्पों का अंतःश्वसन न करें और न चखें ।
6. खतरनाक पदार्थों का इस्तेमाल करते समय अथवा ऐसी अभिक्रियाओं को करते समय जिनमें हानिकारक गैसें उत्पन्न होती हों, धूम-छत्र (fume hood) का उपयोग करना चाहिए ।
7. रसायनों और कांच पात्रों के सुरक्षित पिटाने के लिए अपने परामर्शदाता की सलाह लें । विलायकों और दूसरे रसायनों को त्वचा पर न गिरने दें । उन्हें नष्ट करने के लिए विशेष पात्रों में रखें । प्रयुक्त निस्संयदन पात्रों अथवा टूटे कांच के पात्रों को सिंक में न फेंके । उन्हें कूड़ेदान में ही डालें ।

## 1.7 प्रयोगशाला नोट बुक

किसी वैज्ञानिक का सबसे अधिक महत्वपूर्ण लक्षण यह है कि उसके किए गए कार्य का ठीक रिकार्ड रखने का आदत हो । रिकार्ड से प्रयोग संबंधी संपूर्ण योजना का और प्रयोग के विभिन्न चरणों में किए गए प्रेक्षणों का पता लगना चाहिए । अभिकारकों को परस्पर मिलाने के अथवा विलयन में अभिकारक को मिलाने से कोई रंग में

परिवर्तन हो अथवा कोई अयक्षेप बने अथवा गैस उत्पन्न हो अथवा अभिक्रिया ऋष्णाक्षेपी हो तो रसायनज्ञों को इन बातों को ध्यानपूर्वक देखना चाहिए और उन्हें दर्ज कर लेना चाहिए। ये प्रेक्षण महत्वहीन लग सकते हैं किन्तु प्रायोगिक परिणाम की सही व्याख्या करने में सहायक हो सकते हैं।

प्रयोगशाला नोट बुक तैयार करते समय निम्नलिखित महत्वपूर्ण लक्षणों को ध्यान में रखना चाहिए।

1. प्रेक्षण और आंकड़े जिस समय प्राप्त हों, उसी समय अपनी प्रयोगशाला पुस्तिका में दी गई जगह पर दर्ज कर लें। बाद में आप उन्हें अपनी प्रयोगशाला नोट बुक में साफ-सफ लिखें। अधिकारकों का भार, गलनांक अथवा क्वथनांक आदि नोट करने के लिए कागज के टुकड़ों का उपयोग न करें। उनके खो जाने अथवा दूसरे कागजों के साथ मिल जाने की संभावना रहती है।
2. रिकार्ड, पूर्ण और स्पष्ट होना चाहिए ताकि उसे पढ़ने से किसी को भी पता लग सके कि क्या किया गया है और आवश्यकतानुसार उसे दोहराया जा सके। ठीक-ठीक प्रक्रिया को उतारने की आवश्यकता नहीं है क्योंकि वह प्रयोगशाला-पुस्तिका में दी गई है। किन्तु परिणामों को संक्षेप में लिख लेना चाहिए, प्रत्येक प्रयोग के लिए निष्कर्ष निकाल लेने चाहिए और यदि परिणाम, आशा से भिन्न हों तो कारण देकर स्पष्ट कर देना चाहिए।
3. प्रयोगशाला नोट बुक, सभी प्रचालनों का अभिलेख होता है। तिथि, समय और अन्य सूचनाओं को नियमपूर्वक प्रविष्ट करना चाहिए।
4. प्रयोगशाला रिकार्ड के लिए जिल्दवाली नोट बुक को इस्तेमाल करना चाहिए। बाजार में विशेष प्रयोगशाला नोट बुक उपलब्ध रहती है जिनके पृष्ठ क्रमांकित रहते हैं। प्रत्येक पृष्ठ, एक ओर रूखदार और दूसरी ओर कोरा रहता है।
5. सभी प्रविष्टियां स्याही में की जानी चाहिए। यदि गलत प्रविष्टि की गई हो तो उसे काटकर सही प्रविष्टि लिख देना चाहिए।
6. नोट बुक के पहले पृष्ठ का शीर्षक पृष्ठ के रूप में उपयोग किया जाता है। विषय-सूची के लिए कुछ पृष्ठ छोड़ दिए जाते हैं।

### कार्बनिक प्रयोगों के प्रकार

कार्बनिक रसायन में प्रयोगों को दो प्रमुख वर्गों में विभाजित किया जा सकता है। पहला, अन्वेषणात्मक प्रयोग, जिन्हें इस पाठ्यक्रम की पुस्तिका के खंड 2 में दिया गया है। इनमें गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण शामिल है जैसे - किसी यौगिक में अभिलक्षणीय समूह को ज्ञात करना अथवा स्वयं यौगिक की पहचान करना। दूसरा विरचनात्मक प्रयोग, इनमें एक यौगिक दूसरे में परिवर्तित हो जाता है। इन प्रयोगों के लिए बुक का फार्मेट किंचित भिन्न होता है। विरचनात्मक प्रयोगों के लिए प्रयुक्त किए जाने वाले फार्मेट की चर्चा नीचे की गई है।

### विरचनात्मक प्रयोग और प्रयोगशाला नोट बुक

प्रयोगशाला कार्य की सफलता के लिए यह आवश्यक है कि प्रयोग की तैयारी पहले से कर ली जाय। प्रयोगशाला में अपने से पहले आपको सिद्धान्त और प्रायोगिक प्रक्रिया का अध्ययन कर लेना चाहिए ताकि आप समझ सकें कि आप क्या कर रहे हैं और साथ ही प्रयोग की ठीक प्रकार से योजना बना सकें तथा उसे निर्धारित समय में पूरा कर सकें।

विरचनात्मक कार्बनिक प्रयोगों के लिए कुछ आवश्यक सूचना इस प्रकार है :

1. शीर्षक (अथवा प्रयोग का नाम)
2. प्रस्तावना

इसके अंतर्गत प्रयोग का संक्षिप्त विवरण दिया जाता है।

3. मुख्य अभिक्रिया (एँ)

इसमें उन प्रक्रियाओं को लिखा जाता है जिनके अन्तर्गत अधिकारकों का उत्पादों में परिवर्तन हो जाता है। समीकरणों को संतुलित होना चाहिए ताकि उत्पाद की सैद्धांतिक मात्रा परिकल्पित की जा सके।

4. अभिकारकों और उत्पादों की स्वरणी

प्रयुक्त अभिकारकों और निर्मित उत्पादों की मात्राओं को संक्षेप में प्रस्तुत करने की आसान विधि यह है कि अभिकारकों और उत्पादों की सारणी बनाई जाए। सारणी में निम्नलिखित सूचनाएँ दी होंगी :

- (i) प्रत्येक आरंभिक पदार्थ और उत्पाद का नाम और संरचना।
- (ii) (i) में प्रत्येक का अणुभार
- (iii) प्रत्येक आरंभिक पदार्थ का ग्रामों में भार
- (iv) (ii) और (iii) से परिकलित प्रत्येक आरंभिक पदार्थ के मोलों की संख्या।
- (v) अभिकारकों और उत्पादों के लिए सैद्धांतिक मोल अनुपात जिसका परिकलन अभिक्रिया के संतुलित समीकरण से किया जा सकता है।
- (vi) अभिकारकों और उत्पादों के भौतिक गुणधर्म जैसे - गलनांक, क्वथनांक, घनत्व, रंग आदि।

5. लब्धि आंकड़े

उत्पाद की अधिकतम अनुमानित लब्धि को, जिसे सैद्धांतिक लब्धि कहते हैं, अभिकारकों और उत्पादों की सारणी में परिकलित किया जा सकता है। कार्बनिक विरचना में कभी-कभी अभिकारक की संतुलित समीकरण में निर्दिष्ट मात्रा से अधिक मात्रा ली जाती है। प्रत्येक प्रयुक्त अभिकारक के मोलों की संख्या तथा संतुलित समीकरण में निर्दिष्ट अभिकारकों के मोल अनुपात से उस अभिकारक को ज्ञात किया जा सकता है जो सीमित-अभिकर्मक (limited reagent) होता है। सीमित-अभिकर्मक के समाप्त हो जाने पर अभिक्रिया रुक जाती है भले ही दूसरे अभिकारकों की कितनी भी मात्राएं शेष क्यों न बची हों। इससे अभिक्रिया अवस्थाओं में प्रमुख अभिकारक का पूर्ण रूपांतरण सुनिश्चित हो जाता है। ऐसे मामलों में सैद्धांतिक लब्धि का परिकलन सीमित अभिकर्मक के मोलों की संख्या से अपेक्षित उत्पाद के मोलों की संख्या और संतुलित रासायनिक समीकरण में परिकलित करने के लिए मोलों में उत्पाद की सैद्धांतिक लब्धि को उसके ग्राम अणुभार से गुणा किया जाता है।

किसी अभिक्रिया की दक्षता को व्यक्त करने का एक तरीका प्रतिशत लब्धि है जिसे वास्तविक और सैद्धांतिक लब्धि से परिकलित किया जा सकता है।

$$\text{प्रतिशत लब्धि} = \frac{\text{ग्रामों में वास्तविक लब्धि}}{\text{ग्रामों में सैद्धांतिक लब्धि}} \times 100$$

प्रतिशत लब्धि को पूर्णांक में परिवर्तित कर लिया जाता है। कार्बनिक अभिक्रियाओं में 80 प्रतिशत और उससे अधिक प्रतिशत लब्धियाँ उत्तम मानी जाती हैं।

6. उत्पाद के प्रेक्षित गुणधर्म

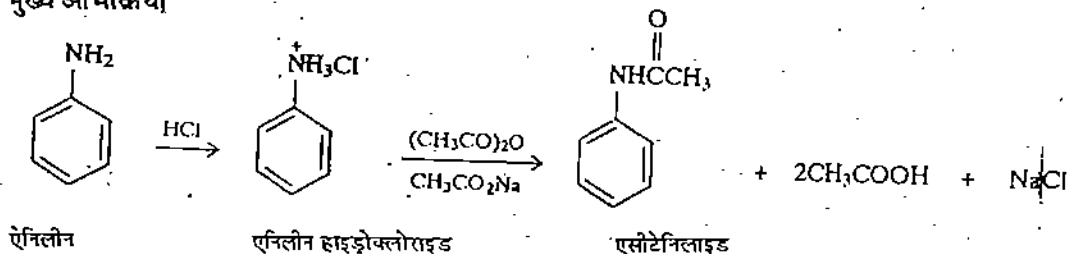
उत्पाद के गलनांक, क्वथनांक, रंग, गंध, क्रिस्टलीय रूप आदि प्रयोग द्वारा प्राप्त भौतिक गुणधर्मों की अंकित गुणधर्मों के साथ तुलना करनी चाहिए।

कार्बनिक विरचन प्रयोगों का नोट बुक फार्मेट नमूना नीचे दिया गया है। ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड और सोडियम ऐसीटेट के मिश्रण का ऐसीटिलीकरण अभिकर्मक के रूप में उपयोग करते हुए ऐनिलीन से ऐसीटैनिलाइड की विरचना को उदाहरण के रूप में लिया गया है।

शीर्षक : ऐसीटैनिलाइड की विरचना

प्रस्तावना : ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड के साथ ऐनिलीन के ऐसीटिलीकरण से ऐसीटैनिलाइड बनाया जाता है। ऐनिलीन को तनु हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घोलकर उसका जलीय सोडियम ऐसीटेट की उपस्थिति में ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड के साथ ऐसीटिलीकरण किया जाता है।

मुख्य अभिक्रिया





क्रमांक	यौगिक	अणुभार	प्रयुक्त भार	प्रयुक्त मोल	सैद्धांतिक मोल अनुपात	अन्य आंकड़े
1.	ऐनिलीन	93	6.8g (6.6 cm <sup>3</sup> )	0.073	1	द्रव क्वथनांक 184°C
2.	सान्द्र हाइड्रोक्लोरिक अम्ल	36.5	6.1 (1.69 MHC)	0.073	1	—
3.	ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड	102	9.2 (8.5 cm <sup>3</sup> )	0.09	1.2	द्रव क्वथनांक 139.5°C
4.	सोडियम ऐसीटेट	82	11g	0.134	1.8	ठोस
5.	ऐसीटैनिलाइड	135			1	

### लब्धि

माना लब्धि 6g है। समीकरण से हम देख सकते हैं कि 1 मोल ऐनिलीन से 1 मोल ऐसीटैनिलाइड प्राप्त होगा अर्थात् 93g ऐनिलीन से 135g ऐसीटैनिलाइड प्राप्त होगा अथवा 6.0g से 9.87g प्राप्त होगा।

$$\text{इसलिए प्रतिशत लब्धि} = \frac{6.0}{9.87} \times 100 = 60.8 \text{ प्रतिशत}$$

### उत्पाद के प्रेक्षित गुणधर्म

ऐसीटैनिलाइड लगभग शुद्ध रूप में प्राप्त होता है। गलनांक 113°C

## 1.8 उत्तर

### बोध प्रश्न

- क्रिस्टलीकरण के लिए विलायक का चयन करते समय चार प्रमुख निकषों का उपयोग किया जाता है :
  - रसायनतः समान विलायकों में पदार्थ अधिक विलेय होते हैं।
  - उत्तम क्रिस्टलीकरण का अर्थ है कि पदार्थ गरम विलायक में अत्यंत विलेय और ठंडे विलायक में अविलेय है।
  - बहुत अच्छे विलायकों को क्रिस्टलीकरण के लिए विलेय (solute) की अति उच्च सांद्रता की आवश्यकता होती है।
  - हाइड्रोकार्बन विलायकों की अपेक्षा ध्रुवीय विलायक अच्छे क्रिस्टल उत्पन्न करते हैं।
- साइक्लोहेक्सेन बहुत अच्छा विलायक है। सारणी से स्पष्ट है कि ठोस गरम साइक्लोहेक्सेन में बहुत विलेय और ठंडे साइक्लोहेक्सेन में तंत्र से सर्वाधिक लब्धि प्राप्त होती है।
- किसी पदार्थ का  $R_f$  मान निम्नलिखित समीकरण द्वारा ज्ञात किया जा सकता है :

$$R_f = \frac{\text{आरंभ से धब्बे के केन्द्र की दूरी}}{\text{आरंभ से विलायक अग्रत की दूरी}} = \frac{l_1}{l_2}$$

क के मामले में  $l_1 = 7$  और  $l_2 = 10$

इसलिए,

$$= \frac{7}{10} = 0.7$$

ख के मामले में,  $l_1 = 4$  और  $l_2 = 10$ , इसलिए

$$= \frac{4}{10} = 0.4$$

4. जैसा कि आप जानते हैं कि शुद्ध क्रिस्टलीय यौगिक का निश्चित और स्पष्ट गलनांक होता है, अर्थात् गलन-परास अथवा जिस ताप पर क्रिस्टल पिघलना आरंभ करता है और ताप पर वह पूर्णतया द्रव में बदल जाता है,  $0.5 - 1.0^\circ\text{C}$  से अधिक नहीं होता है। इस निष्पत्ति में केवल गलनांक  $173.5 - 174.5^\circ\text{C}$  ठीक बैठता है।
5. (क) सही (ख) सही (ग) गलत (घ) गलत

यदि क और ख दो भिन्न यौगिक हों तो मिश्रण का गलनांक अनेक डिग्री कम हो जाएगा।

## इकाई 2 कार्बनिक विरचन

### इकाई की रूपरेखा

- 2.1 प्रस्तावना  
उद्देश्य
- 2.2 कार्बनिक संश्लेषण की योजना बनाना
- 2.3 प्रयोग 1 : ऐसीटैनिलाइड का विरचन
- 2.4 प्रयोग 2 : *p* - नाइट्रोऐसीटैनिलाइड का विरचन
- 2.5 प्रयोग 3 : 2 - नैफिथल बेन्जोएट का विरचन
- 2.6 प्रयोग 4 : बेन्जोइक अम्ल का विरचन
- 2.7 प्रयोग 5 : *p* - बेन्जोक्विनोन का विरचन
- 2.8 प्रयोग 6 : 2, 4, 6 - ट्राइब्रोमोऐनिलीन का विरचन

### 2.1 प्रस्तावना

इकाई 1 में कार्बनिक प्रयोगशाला में प्रयुक्त होने वाली विभिन्न विधियों का उल्लेख किया गया था। प्रस्तुत इकाई में बताया जाएगा कि विरचनात्मक प्रयोग किस प्रकार किए जाते हैं। इससे आपको कार्बनिक रसायन में प्रयुक्त तकनीकों का अभ्यास करने में सहायता मिलेगी।

विरचनात्मक रसायन के अंतर्गत नये यौगिकों को ज्ञात किया जाता है अथवा पहले से ज्ञात यौगिकों को विशिष्ट गुणधर्मों वाले दूसरे उत्पादों में परिवर्तित किया जाता है। वांछित रासायनिक परिवर्तन करना बहुधा कठिन होता है किन्तु उत्पाद को पृथक करके उसका शोधन करना भी उतना ही कठिन अथवा कभी-कभी अधिक कठिन होता है। इसलिए यौगिकों को बनाने और उनका शोधन करने में कार्बनिक रसायनज्ञ को अपने संपूर्ण ज्ञान, चातुर्य और निपुणता का उपयोग करना होता है। इसमें कोई संदेह नहीं कि विरचनात्मक कार्बनिक रसायन वास्तव में विज्ञान, कला और शिल्प का मिश्रण होता है। इस इकाई में कार्बनिक संश्लेषण के सिलसिले में कुछ सामान्य संकेत दिए जाएंगे। आशा है कि उनसे आपको कार्य को सुव्यवस्थित करने और उसे भलीभांति निष्पादित करने में सहायता मिलेगी। अंत में ऐसीटैनिलाइड, *p*-नाइट्रोऐसीटैनिलाइड, 2-नैफिथल बेन्जोएट, बेन्जोइक अम्ल, *p*-बेन्जोक्विनोन और 2, 4, 6 -ट्राइब्रोमोऐनिलीन बनाने की विधियों का उल्लेख किया जाएगा।

#### उद्देश्य

इस इकाई के अध्ययन के बाद तथा निर्धारित प्रयोग को करने के बाद आप -

- किसी यौगिक का संश्लेषण करने के लिए किसी एक प्रक्रिया का चयन करते समय उन विभिन्न पहलुओं पर उल्लेख कर सकेंगे जिन्हें ध्यान में रखना आवश्यक होता है,
- अभिक्रिया करने के लिए समुचित मात्रा और उपयुक्त उपकरण का चयन करने के बाद प्रयोग की योजना बना सकेंगे, साथ ही प्रयोग का विस्तृत विवरण दे सकेंगे और उत्पाद के शोधन और पहचान की विधि बता सकेंगे, और
- वर्णित प्रयोग कर सकेंगे।

### 2.2 कार्बनिक संश्लेषण की योजना बनाना

जैसा कि पिछली इकाई में बताया गया है किसी भी विरचना को करने से पहले उसके लिए एक विधि का चयन करना होता है। अनेक उपलब्ध विकल्पों में से उपयुक्त विधि का चयन नीचे दिए गए एक अथवा अधिक निकषों पर निर्भर करेगा जो स्वयं स्पष्ट है :

- उत्तम साहित्य प्रक्रिया या रैसीपी की उपलब्धता।

- आरंभिक पदार्थों, अभिकर्मकों की उपलब्धता है।
- प्रक्रिया की संभाव्यता और आवश्यक सावधानियां
- निहित समय, श्रम और लागत।

जिस प्रक्रिया का आप चयन करें उसके बारे में भलीभांति पढ़ लें। साथ पाद टिप्पणियां (footnotes) और सावधानियां भी पढ़ लें। यथासंभव अभिक्रिया की क्रियाविधि को समझने का प्रयत्न करें ताकि आप अभिक्रिया की कठिन स्थितियों का सामना कर सकें और साथ ही पार्श्व अभिक्रियाओं से बच सकें जिसके कारण कम लब्धि और अशुद्ध उत्पाद प्राप्त होते हैं।

किसी प्रयोग को आरंभ करने से पहले पर्याप्त योजना तैयार करनी पड़ती है। प्रायोगिक प्रक्रम के जिन चार चरणों का ध्यान रखना होता है, वे इस प्रकार हैं :

- अभिक्रिया
- निष्पादन (work-up) अथवा पृथक्करण (isolation)
- शोधन (purification)
- लक्षण-वर्णन (characterisation)

जैसा कि आपने पढ़ा होगा कार्बनिक अभिक्रियाओं पर सान्द्रता, माध्यम, ताप आदि अवस्थाओं का बहुत प्रभाव पड़ता है जिनमें उन्हें पूरा किया जाता है। कुछ अभिक्रियाएं तो नमी की सूक्ष्म मात्राओं के प्रति भी अत्यंत सुग्राही होती हैं इसलिए विलायकों, अभिकर्मकों, और उपकरण को पूर्णतः सुखाना होता है। इसके अलावा ऊष्माशोषी अभिक्रिया को गरम करने, ऊष्माक्षेपी अभिक्रिया को ठंडा करने और विषमांगी मिश्रण (heterogeneous mixture) को विलोडित करने की आवश्यकता होती है। आपको सलाह दी जाती है कि अभिक्रिया आरंभ करने से पहले आप इन सभी संभावनाओं की योजना बना लें। इसके बाद विस्तार अथवा पृथक्करण और शोधन के लिए इष्टतम (optimal) स्थितियों का चयन करना होगा। यदि आपको अभिक्रिया के अभिकारकों, उत्पाद और उपोत्पाद की भौतिक अवस्था, गलनांक, क्वथनांक, विलेयता, आदि की जानकारी हो तो उससे बहुत सहायता मिलती है। शुद्ध उत्पाद प्राप्त हो जाने पर उसका गलनांक, क्वथनांक, आई. आर., टी. एल. सी अथवा  $\eta_D$  आदि द्वारा अभिलक्षण करना होता है। ज्ञात यौगिकों के लिए इन मानों की निर्धारित मानों से तुलना की जाती है। अज्ञात यौगिक के मामले में उसका तब तक शोधन किया जाता है जब तक उसके गलनांक, टी. एल. सी अथवा  $\eta_D$  में कोई परिवर्तन न हो। समय और मात्रा के अधिकतम उपयोग की योजना भी बनानी होती है।

### समय

प्रक्रिया में प्रत्येक चरण की अवधि का अनुमान लगा लेना चाहिए। जिन चरणों में प्रक्रम को बीच में रोकना होता है, उनकी पहचान कर लेनी चाहिए। आप अभिक्रिया ऐसे समय में आरंभ करें जब या तो उत्पाद प्राप्त हो जाए अथवा प्रयोगशाला से जाते समय उसे प्रयुक्त चरण पर छोड़ा जा सके।

### मात्रा

उपर्युक्त मात्रा का चयन करना चाहिए ताकि उसे इस्तेमाल करना आसान हो। इसके लिए विलायकों का आयतन, अभिक्रिया-पात्र का और अन्य उपयुक्त उपकरणों का आमाप का ध्यान रखना चाहिए।

किसी अभिक्रिया को आरंभ करने से पहले बहुत कार्य करना होता है। सभी अभिकर्मकों और विलायकों की शुद्धता की जांच करनी होती है (इकाई 1 के भाग 1.4 में अभिकर्मक शुद्धता की जांच करने की विधियों का उल्लेख किया गया है)। उपकरण को तैयार करना होता है। अभिक्रिया-पात्र का चयन करते समय इस बात का ध्यान रखना चाहिए कि यह 1/2 अथवा 2/3 से अधिक भरा न हो। ध्यान रहे कि गरम करने पर द्रवों का प्रसार होता है। जैसा कि पहले बताया जा चुका है, अभिक्रिया मिश्रण को गरम करने, ठंडा करने और विलोडन करने की समुचित व्यवस्था करने की आवश्यकता है। इकाई 1 के भाग 1.2 में हम प्रयोगशाला की इन सरल तकनीकों के बारे में पढ़ चुके हैं। अभिक्रिया मिश्रण में नमी के मिल जाने को रोकने के लिए शुष्कन नली का उपयोग किया जा सकता है। सभी कार्बनिक विलायक ज्वलनशील होते हैं, इसलिए उन्हें ज्वाला के सीधे संपर्क में गरम नहीं करना चाहिए।

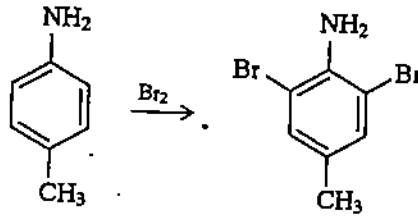
आगामी भागों में बताया जाएगा कि विरचनात्मक प्रयोग कैसे किए जाते हैं। इससे आपको इकाई 1 में पढ़ी गई परिचालन-तकनीकों के अभ्यास और विकास में सहायता मिलेगी।

## 2.3 प्रयोग 1 ऐसीटैनिलाइड का विरचन

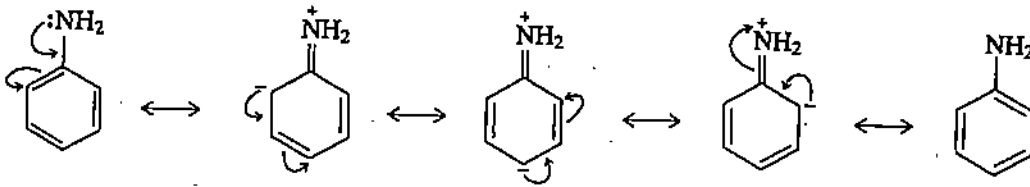
प्रस्तावना:

ऐरोमैटिक ऐमीनों के इलेक्ट्रॉनस्नेही प्रतिस्थापन में अनेक समस्याएं आती हैं, उदाहरण के लिए,

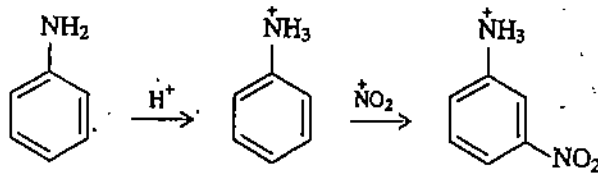
- वे अत्यंत अभिक्रियाशील होते हैं, इसलिए प्रतिस्थापन, प्रत्येक उपलब्ध ऑर्थो, अथवा पैरा स्थिति में होता है, जैसाकि हैलोजनीकरण से स्पष्ट है।



निम्नलिखित अनुवाद संरचनाओं से  $-NH_2$  समूह का *o-p*-दिशा सूचक स्वभाव और ऐरोमैटिक ऐमीन की अभिक्रियाशीलता स्पष्ट होती है।

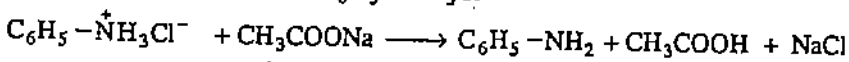
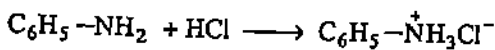


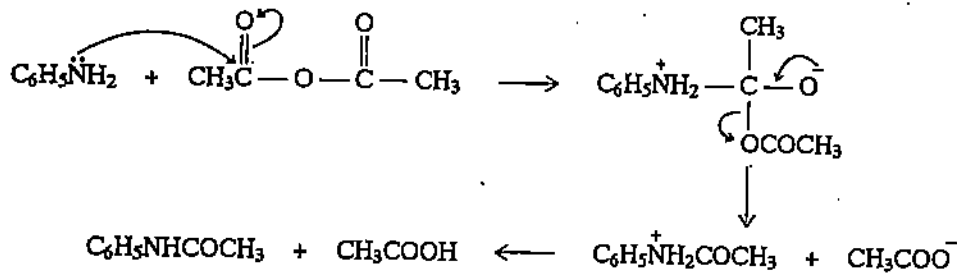
- उनकी प्रवृत्ति आसानी से ऑक्सीकृत होने की होती है। इस प्रकार नाइट्रोकरण में, नाइट्रिक अम्ल न केवल नाइट्रोकरण करता है बल्कि अत्यंत अभिक्रियाशील बलय को ऑक्सीकृत भी कर देता है जिससे पर्याप्त पदार्थ, टार के रूप में नष्ट हो जाता है।
- जब अभिक्रिया प्रबल अम्लीय माध्यम में की जाती है, जैसा नाइट्रोकरण में होता है, तो ऐनिलीन का ऐनिलीनियम आयन में रूपांतरण हो जाता है। इसके बाद प्रतिस्थापन पर  $-NH_2$  समूह (*o/p* दिशा सूचक) का नहीं बल्कि  $-NH_3^+$  समूह का प्रभाव होता है जो धन आवेश के कारण मेटा दिशा-सूचक होता है और निष्क्रियक भी होता है।



ऐसिटिलीकरण इन कठिनाइयों से निकलने का एक रास्ता है। वह ऐमीनो समूह की "रक्षा" (protect) करती है। प्रतिस्थापन के बाद ऐसिटिल समूह को जल-अपघटन द्वारा आसानी से पृथक् किया जा सकता है।

इस प्रयोग में ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड के साथ ऐनिलीन के ऐसिटिलीकरण से ऐसीटैनिलाइड बनाया जाता है। ऐनिलीन को धोलने के लिए हाइड्रोक्लोरिक अम्ल मिलाया जाता है ताकि अभिक्रिया मिश्रण संमंजस हो जाय। जैसे अभिक्रिया आगे बढ़ती है, सोडियम ऐसीटेट, अम्ल को उदासीन कर क्षारक को ऐसिटिलीकरण के लिए मुक्त कर देता है।





**आवश्यकताएं :**

**रासायनिक द्रव्य :**

ऐनिलीन

हाइड्रोक्लोरिक अम्ल

ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड

सोडियम ऐसीटेट

परिशोधित स्पिरिट (एथिल ऐल्कोहॉल)

**उपकरण**

बीकर (250 cm<sup>3</sup>)

शंक्वाकार फ्लास्क (100 cm<sup>3</sup>)

मापक सिलिंडर (10 cm<sup>3</sup>)

कांच की छड़

निस्यंदन पत्र

निस्यंदन समाहार (filtration assembly)

गलनांक समाहार

**प्रक्रिया**

एक 250 cm<sup>3</sup> बीकर में 160 cm<sup>3</sup> जल और 6.1 cm<sup>3</sup> सान्द्र हाइड्रोक्लोरिक अम्ल लें। उसमें 6.6 cm<sup>3</sup> (6.8 g, 0.073 mol) ऐनिलीन मिलाकर मिश्रण को तब तक विलोडित करें जब तक ऐनिलीन पूर्णतया घुल न जाय। विलोडित करते हुए 8.5 cm<sup>3</sup> (9.2 g, 0.09 mol) ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड मिलायें और उसके बाद 35 cm<sup>3</sup> जल में घुला 11.0 g (0.134 mol) सोडियम ऐसीटेट मिलायें। मिश्रण को 10 मिनट तक जोर से विलोडित कर बर्क में ठंडा कर लें। ऐसीटैनिलाइड पृथक हो जाएगा। उसे चूयण द्वारा छानकर जल से धो लें। उसे निकालकर निस्यंदन पत्र के ऊपर हवा में सुखा लें। लव्धि को नोट कर लें और गलनांक ज्ञात कर लें। 25 cm<sup>3</sup> उबलते जल से जिसमें एथिल ऐल्कोहॉल (परिशोधित स्पिरिट) की कुछ वूदें मिली हों, लगभग 1 ग्राम ऐसीटैनिलाइड पुनर्क्रिस्टलित करें। पहले की भांति छानकर सुखा लें। पुनर्क्रिस्टलित ऐसीटैनिलाइड का गलनांक नोट कर लें।

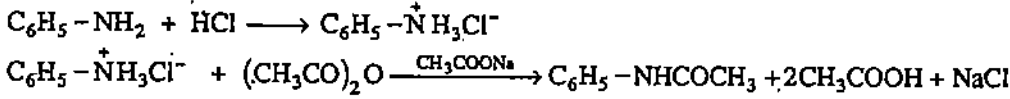
**पार्श्व अभिक्रिया - कोई नहीं।**

ऐसीटैनिलाइड को ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड और ग्लैशन ऐसीटिक अम्ल के मिश्रण के साथ ऐनिलीन के ऐसीटिलीकरण द्वारा भी बनाया जा सकता है। इस अभिक्रिया में आधे घंटे तक उबालने की आवश्यकता होती है इसलिए रंगीन अपद्रव्यों को अपचित करने तथा अभिक्रिया के दौरान ऑक्सीकरण को रोकने के लिए अल्प मात्रा में जस्त धूलि मिलाई जाती है।

प्रायोगिक रिपोर्ट : ऐसीटैनिलाइड का विरचन

प्रस्तावना : इस प्रयोग में ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड के साथ ऐनिलीन के द्वारा ऐसीटैनिलाइड बनाया जाता है। ऐनिलीन को तनु हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घोलकर उसका सोडियम ऐसीटेट की उपस्थिति में ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड के ऐसीटिलीकरण किया जाता है।

प्रमुख अभिक्रिया



अभिकारकों और उत्पादों की सारणी

क्रमांक	यौगिक	अणुभार	प्रयुक्त भार	प्रयुक्त मोल	मोलर अनुपात	अन्य आंकड़े
1.						
2.						
3.						
4.						
5.						

लब्धि

.....g.

उत्पाद के प्रेक्षित गुणधर्म

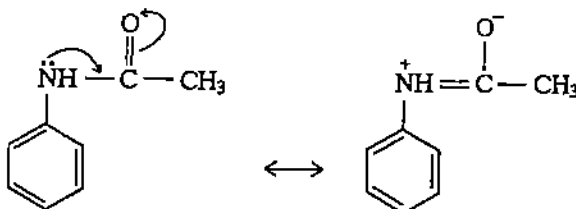
विरचन यौगिक का गलनांक .....

पुनर्क्रिस्टलन के बाद गलनांक .....

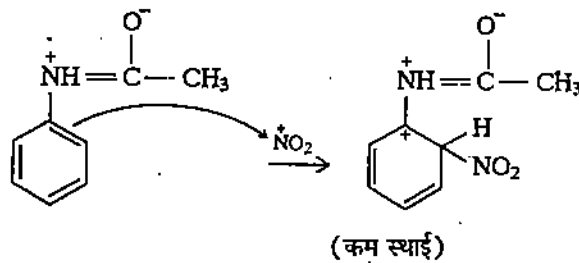
## 2.4 प्रयोग 2 : *p*-नाइट्रोऐसीटैनिलाइड का विरचन

प्रस्तावना :

*p*-नाइट्रोऐसीटैनिलाइड को ऐसीटैनिलाइड के नाइट्रोकरण से बनाया जाता है। ऐसीटैनिलाइड का ऐसीटैमिडो समूह,  $-NHCOCH_3$  भी ऑर्थो, पैरा दिशा सूचक होता है, यद्यपि मुक्त ऐमीनो समूह की अपेक्षा कम सक्रियक होता है। कार्बोनिल समूह के ऑक्सीजन द्वारा इलेक्ट्रॉन-अपनयन से ऐमाइड का नाइट्रोजन, ऐमीन के नाइट्रोजन की अपेक्षा इलेक्ट्रॉनों का बहुत दुर्बल स्रोत हो जाता है। इसलिए ऐरोमैटिक वलय के साथ सहभाजन के लिए इलेक्ट्रॉनों की उपलब्धता कम होती है इसके फलस्वरूप ऐमीनो समूह की अपेक्षा ऐसीटैमिडो समूह, ऐरोमैटिक वलय को कम तीव्रता से सक्रियित करता है।

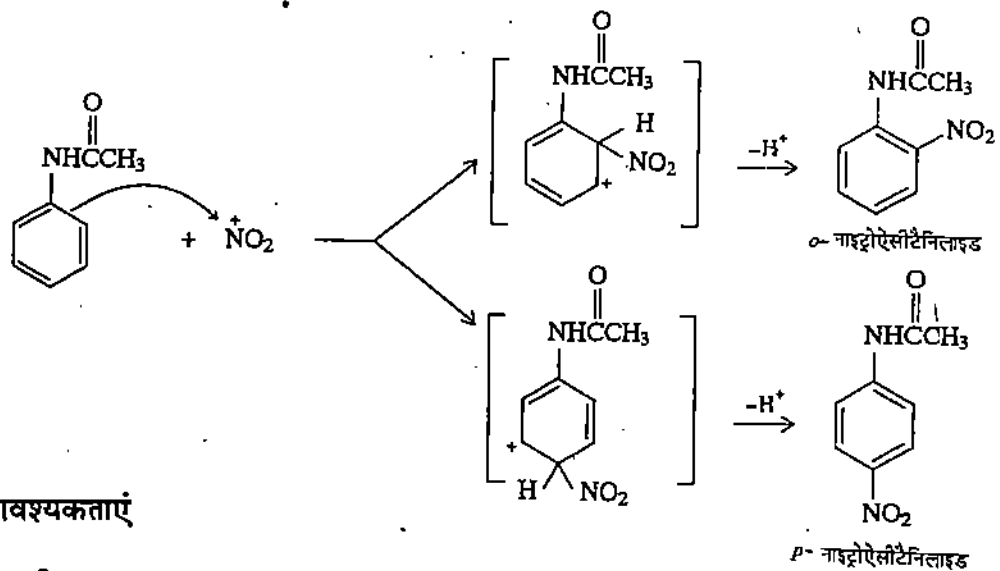
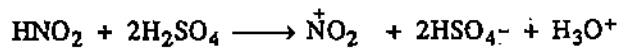


कार्बोनिल ऑक्सीजन द्वारा इलेक्ट्रॉन-अपनयन के कारण किसी इलेक्ट्रॉनस्नेही (यहां पर  $\overset{+}{\text{N}}\text{O}_2$ ) के आक्रमण के समय संक्रमण-अवस्था में नाइट्रोजन पर विद्यमान धन आवेश अस्थाई हो पाएगा।



ऐसीटैनिलाइड को ग्लैशल ऐसीटिक अम्ल में घोलकर उसे 10°C से नीचे सान्द्र नाइट्रिक अम्ल और सल्फ्यूरिक अम्ल के मिश्रण से नाइट्रोक्ता किया जाता है। *o* और *p* - नाइट्रोऐसीटैनिलाइड का मिश्रण प्राप्त होता है। एथिल ऐल्कोहॉल से क्रिस्टलीकरण करने से *p* - नाइट्रोऐसीटैनिलाइड प्राप्त होता है जबकि आँथों समावयव विलयन में रहता है।

**अभिक्रिया**



**आवश्यकताएं**

रासायनिक द्रव्य

ऐसीटैनिलाइड

ग्लैशल ऐसीटिक अम्ल

सान्द्र सल्फ्यूरिक अम्ल

सान्द्र नाइट्रिक अम्ल

नमक

एथिल ऐल्कोहॉल

बर्फ

उपकरण

बीकर (100 cm<sup>3</sup>)

शंक्वाकार फ्लास्क (100 cm<sup>3</sup>)



मापम सिलिंडर (10 cm<sup>3</sup>)

शीतल अवगाह (cooling bath)

कांच की छड़

निस्यंदन पत्र

निस्यंदन समाहार (filtration assembly)

गलनांक उपकरण

प्रक्रिया

एक 100 cm<sup>3</sup> बीकर में 2.5 cm<sup>3</sup> ग्लैशर ऐसीटिक अम्ल लेकर उसमें 2.5 g (0.0185 मोल) सूक्ष्म चूर्णित ऐसीटैनिलाइड मिलाएं। इस मिश्रण में विलोडित करते हुए 5 cm<sup>3</sup> (9.2 g) सान्द्र सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाएं। प्राप्त मिश्रण गुणगुना स्वच्छ दिता होता है। यक और नमक के हिमकारी मिश्रण द्वारा विलयन को 0-2°C तक ठंडा कर लें। 1.5 cm<sup>3</sup> (2.1 g) सान्द्र नाइट्रिक अम्ल और 1.0 cm<sup>3</sup> (1.8 g) सान्द्र सल्फ्यूरिक अम्ल के ठंडे मिश्रण को विलोडित करते हुए धीरे-धीरे मिलाएं। मिलाते समय ताप 10°C से कम बनाए रखें। सम्पूर्ण मिश्रित अम्ल को मिला देने के बाद अभिक्रिया मिश्रण वाले बीकर को हिमकारी मिश्रण से हटा दें और 1 घंटे तक सामान्य ताप पर बनाए रखें। अभिक्रिया मिश्रण को 50 cm<sup>3</sup> ठंडे जल में विलोडित करते हुए डालें। शीघ्र अपरिष्कृत नाइट्रोऐसीटैनिलाइड पृथक हो जाता है। उसे 15 मिनट तक स्थिर रहने दें और फिर चूषण द्वारा निस्यंदन करें। ठोस को एक बीकर में डालकर ठंडे जल के साथ विलोडित करें और छान लें। इस प्रक्रम को तब तक दोहराते जाएं जब तक अपरिष्कृत नाइट्रोऐसीटैनिलाइड अम्ल-मुक्त न हो जाय। अपरिष्कृत उत्पाद को एथिल ऐल्कोहॉल से पुनर्क्रिस्टलित करें, चूषण द्वारा छान लें, थोड़े ठंडे एथिल ऐल्कोहॉल के साथ धो लें और हवा में सुखा लें। लब्धि और गलनांक ज्ञात कर लें।

**पार्श्व अभिक्रियाएं :** ऐसीटैनिलाइड के नाइट्रोकरण से ऑर्थो और पैरा नाइट्रोऐसीटैनिलाइडों का मिश्रण प्राप्त होता है। गुणगुने एथिल ऐल्कोहॉल से *p*-नाइट्रोऐसीटैनिलाइड रंगहीन क्रिस्टलीय ठोस के रूप में पृथक हो जाता है जबकि हल्के पीले रंग का ऑर्थो समावयव विलयन में रहता है। पुनर्क्रिस्टलित *p*-नाइट्रोऐसीटैनिलाइड की शुद्धता की जांच सिलिका जेल पर टी. एल. सी. द्वारा की जाती है जिसमें वर्णलेख को विकसित करने के लिए टॉलुईन-एथिल ऐसीटेट मिश्रण का उपयोग किया जाता है।

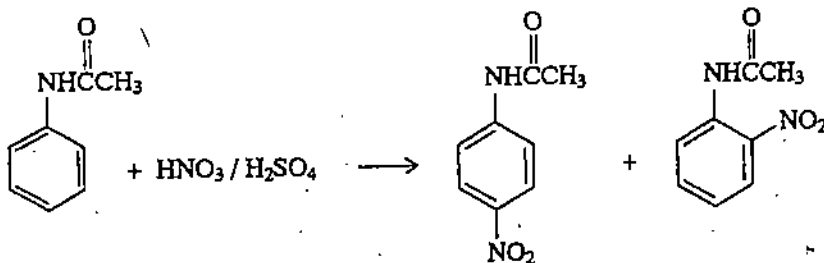
मातृ द्राव में *o*-और *p*-नाइट्रोऐनिलीनों के लिए अतिरिक्त पीले धब्बे देखे जा सकते हैं। ये नाइट्रोऐनिलीन संगत ऐसीटैनिलाइड के जल-अपघटन से प्राप्त होते हैं।

**विरचन की अन्य विधियां :** *p*-नाइट्रोऐसीटैनिलाइड को बनाने की कोई अन्य सुविधाजनक विधि नहीं है।

**प्रयोग रिपोर्ट 2 :** *p*-नाइट्रोऐसीटैनिलाइड का विरचन।

**प्रस्तावना :** इस प्रयोग में ऐसीटैनिलाइड को ग्लैशर ऐसीटिक अम्ल में घोलकर उसे 10°C से नीचे सान्द्र नाइट्रिक अम्ल और सल्फ्यूरिक अम्ल के मिश्रण से नाइट्रोकृत किया जाता है। इससे *o*-और *p*-नाइट्रोऐसीटैनिलाइड का मिश्रण प्राप्त होता है एथिल ऐल्कोहॉल से क्रिस्टलीकरण करने से *p*-नाइट्रोऐसीटैनिलाइड प्राप्त होता है जबकि ऑर्थो समावयव विलयन में रहता है।

**प्रमुख अभिक्रिया**



क्रमांक	योगिक	अणुभार	प्रयुक्त भार	प्रयुक्त मोल	मोलर अनुपात	अन्य आंकड़े
1.						
2.						
3.						
4.						

लब्धि

.....g.

उत्पाद के प्रेक्षित गुणधर्म

अपरिष्कृत पदार्थ का गलनांक .....

पुनर्क्रिस्टलन के बाद गलनांक .....

### 2.5 प्रयोग 3 : 2-नैफिथल बेन्जोएट का विरचन

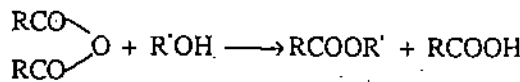
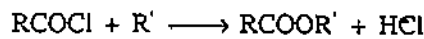
प्रस्तावना

एस्टरों को अनेक विधियों द्वारा बनाया जा सकता है, जैसे -

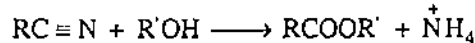
- प्रत्यक्ष एस्टरीकरण से,



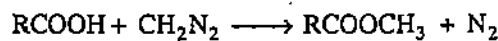
- एसिल क्लोराइडों और अम्ल ऐनहाइड्राइडों के उपकरण से,



- नाइट्राइडों के ऐल्कोहॉल-अपघटन से,



- डाइऐजोमेथेन के उपयोग से मेथिल एस्टरों को आसानी से बनाया जा सकता है,

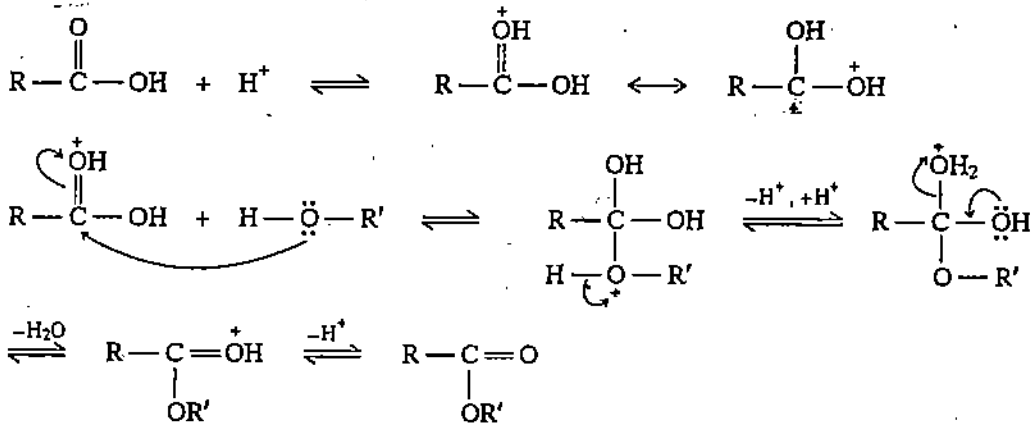


दो महत्वपूर्ण विधियों का उल्लेख नीचे किया जा रहा है।

- (i) प्रत्यक्ष एस्टरीकरण : कार्बोक्सिलिक अम्ल और ऐल्कोहॉल के बीच होने वाली अभिक्रिया उत्क्रमणीय होती है। यह बहुत धीरे-धीरे होती है और कई दिनों तक पश्चवाह करने के बाद साम्यावस्था प्राप्त होती है। किन्तु यदि अभिक्रिया मिश्रण में ऐल्कोहॉल के भार का लगभग 3 प्रतिशत सल्फ्यूरिक अम्ल अथवा शुष्क हाइड्रोजन क्लोराइड मिलाया जाय तो कुछ घंटों में साम्यावस्था प्राप्त हो जाती है। प्रत्यक्ष एस्टरीकरण अभिक्रिया कभी-कभी ही पूरी हो पाती है। यदि अम्ल और ऐल्कोहॉल की सम-अणुक मात्राएं ली जाएं तो एस्टर की सिद्धांत रूप से संभावित लब्धि का केवल दो तिहाई भाग प्राप्त होता है। साम्यावस्था को दाईं ओर की, अर्थात् एस्टर के पक्ष में, विस्थापित करने के लिए साधारणतया सस्ते अधिकारक को आधिक्य में लिया जाता है।

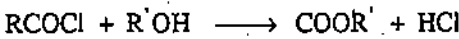


अम्ल उत्प्रेरित एस्टरीकरण अभिक्रिया, ऐसिल ऑक्सीजन बिखंडन द्वारा होती है जैसा कि नीचे दिखाया गया है :

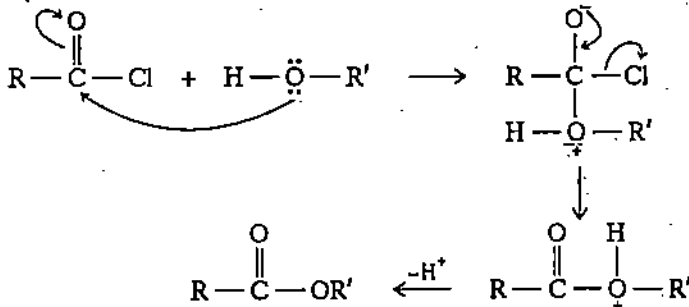


यदि अम्ल उत्प्रेरित एस्टरीकरण का अन्वय अथवा अधिमानतः टॉलूईन को उपस्थिति में किया जाय तो अभिक्रिया आसानी से होती है। इसमें अभिक्रिया में उत्पन्न जल स्थिरकवाथी (azeotrope) के रूप में पृथक् हो जाता है।

- (ii) ऐसिल क्लोराइडों और अम्ल ऐनहाइड्राइडों के उपयोग से : ऐसिल क्लोराइडों की ऐल्कोहॉलों के साथ शीघ्र अभिक्रिया से एस्टर पर्याप्त मात्रा में प्राप्त होते हैं। इनमें निर्मित HCl को उदासीन करने के लिए डाइमैथिल ऐनिलीन के समान कोई तृतीयक ऐमीन अथवा पिरिडीन मिलाया जाता है।

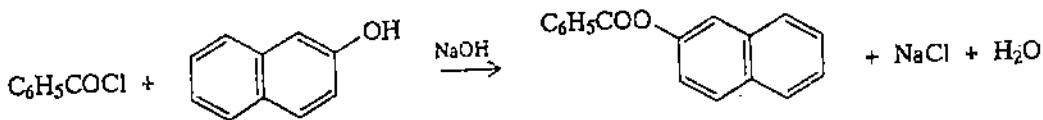


ऐसिल क्लोराइडों में कार्बोनिल समूह के संलग्न ऋणविद्युती क्लोरीन परमाणु, कार्बोनिल कार्बन को अधिक इलेक्ट्रॉन-न्यून बना देता है जिससे नाभिकस्नेहियों के लिए उसकी अभिक्रियाशीलता बढ़ जाती है।



अम्ल ऐनहाइड्राइड के साथ एसीलीकरण, सल्फ्यूरिक अम्ल अथवा जिंक क्लोराइड के समान किसी उपयुक्त उत्प्रेरक अथवा पिरिडीन के समान किसी क्षारकीय उत्प्रेरक की उपस्थिति में किया जाता है। दूसरा ऐसिल समूह, कार्बोनिल कार्बन पर नाभिक स्नेहियों के आक्रमण को सुगम बनाता है जिससे अम्ल ऐनहाइड्राइड अधिक अभिक्रियाशील हो जाता है।

फीनालों के साथ ऐरोमैटिक कार्बोक्सिलिक अम्लों का एस्टरीकरण करने के लिए तनु जलीय क्षार की उपस्थिति में अम्ल क्लोराइडों का उपयोग किया जाता है। इस विधि को शॉटन-बोमान विधि कहते हैं। 2-नैफथल बेन्जोएट बनाने के लिए तनु सोडियम हाइड्रॉक्साइड की उपस्थिति में 2-नैफथॉल की बेन्जॉयल क्लोराइड के साथ अभिक्रिया की जाती है।



आवश्यकताएं

रासायनिक द्रव्य

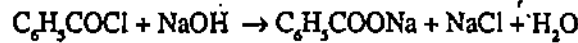
2-नैफथॉल

सावधानियां :

बेन्जॉयल क्लोराइड अत्यंत अह्वकारी पदार्थ है। उसका उपयोग धूम-छत्र (fume hood) में करना चाहिए। सांस द्वारा अंदर आने अथवा त्वचा के साथ संपर्क से बचें।

एक 100 cm<sup>3</sup> शंक्वाकार फ्लास्क में 3.6 g (0.025 mol) 2-नैफथॉल को 5 प्रतिशत ठंडे सोडियम हाइड्रॉक्साइड के 20 cm<sup>3</sup> में घोलें। आवश्यकता हो तो 2-नैफथॉल को पूरी तरह घोलने के लिए कुछ जल मिला लें। इसमें 3.5 g (2.9 cm<sup>3</sup>, 0.025 mol) बेन्जॉयल क्लोराइड मिलाएं। फ्लास्क पर मजबूती से डाट लगाकर जोर से हिलाएं ताकि बेन्जॉयल क्लोराइड की गंध सुत हो जाए। इसमें 10-15 मिनट लग सकते हैं। ठोस को चूपण द्वारा छान लें और ठंडे जल से धो लें। लगभग 30 cm<sup>3</sup> एथिल ऐल्कोहॉल से अपरिष्कृत एस्टर को पुनः क्रिस्टलित कर लें। क्रिस्टलों को छानकर हवा में सुखालें। शुद्ध 2-नैफथॉल बेन्जोएट की लवण और गलनांक नोट कर लें।

पार्श्व अभिक्रियाएं : यदि कुछ बेन्जॉयल क्लोराइड का सोडियम हाइड्रॉक्साइड के साथ बेन्जॉइक अम्ल में जल-अपघटन हो जाये तो वह सोडियम बेन्जोएट के रूप में विलयन में ही रहता है।

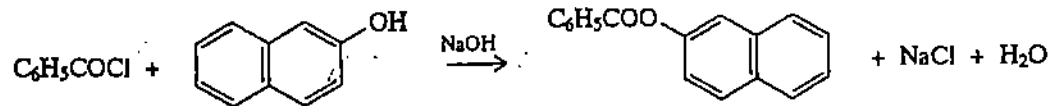


बनाने की अन्य विधियां : 2-नैफथॉल बेन्जोएट को प्रस्तावना में उल्लिखित किसी भी अन्य विधि द्वारा बनाया जा सकता है।

प्रयोग रिपोर्ट-3 : 2-नैफथॉल बेन्जोएट का विरचन

प्रस्तावना : 2-नैफथॉल बेन्जोएट को शॉटन-वोमान विधि द्वारा बनाया जा सकता है। इसमें ठंडे तनु जलीय सोडियम हाइड्रॉक्साइड की उपस्थिति में 2-नैफथॉल की बेन्जॉयल क्लोराइड के साथ अभिक्रिया की जाती है।

अभिक्रिया :



2-नैफथॉल बेन्जोएट

क्रमांक	यौगिक	अणुभार	प्रयुक्त भार	प्रयुक्त मोल	मोलर अनुपात	अन्य आंकड़े
---------	-------	--------	--------------	--------------	-------------	-------------

लब्धि

.....g.

उत्पाद के प्रेक्षित गुणधर्म

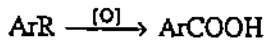
गलनांक .....

## 2.6 प्रयोग 4 : बेन्जोइक अम्ल का विरचन

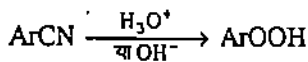
प्रस्तावना

जिन ऐरोमैटिक कार्बोक्सिलिक अम्लों में कार्बोक्सिलिक समूह ऐरोमैटिक नाभिक के साथ सीधे संलग्न रहता है, उन्हें नीचे दी गई किसी भी विधि द्वारा बनाया जा सकता है :

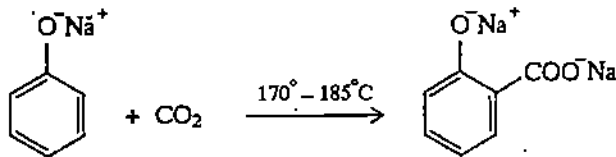
- ऑक्सीकरण विधियां : इसमें ऐरोमैटिक नाभिक के साथ संलग्न ऐल्किल समूह का ऑक्सीकरण किया जाता है ।



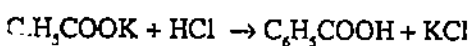
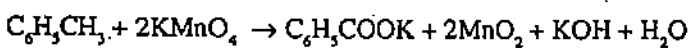
- नाइट्राइलों का जल-अपघटन : ऐरोमैटिक नाइट्राइलों के अम्लीय अथवा क्षारीय जल-अपघटन से संगत कार्बोक्सिलिक अम्ल प्राप्त होते हैं ।



- ऐरोमैटिक वलय तंत्र का कार्बोक्सिलीकरण : कार्बन डाइऑक्साइड के साथ अभिक्रिया द्वारा फीनालों अथवा ऐरिल लिथियम यौगिकों का कार्बोक्सिलीकरण किया जा सकता है । फीनालों के साथ कार्बन डाइऑक्साइड की अभिक्रिया को कोल्बे-शिमिट अभिक्रिया कहते हैं । शुष्क सोडियम फीनाक्साइड को कार्बन डाइऑक्साइड के साथ दाब पर अभिक्रिया करने से सैलिसिलिक अम्ल का बनना कोल्बे-शिमिट अभिक्रिया का सुविदित उदाहरण है ।



वर्तमान प्रयोग के क्षारीय माध्यम में टॉलुईन को  $\text{KMnO}_4$  के साथ अभिक्रिया से बेन्जोइक अम्ल बनाया जाता है । अभिक्रिया में प्राप्त पोटेशियम हाइड्रॉक्साइड के द्वारा क्षारीय माध्यम उत्पन्न होता है ।



## आवश्यकताएं

रासायनिक द्रव्य

टॉलुईन

पोटेशियम परमैंगनेट

एथिल ऐल्कोहॉल

उपकरण

गोल पेंदे का फ्लास्क (150 cm<sup>3</sup>)

जल संघनित्र

निस्स्यंदन समाहार (filtration assembly)

चाइना डिश

शक्याकार फ्लास्क (100 cm<sup>3</sup>)

कांच की छड़

निस्स्यंदन पत्र

गलनांक उपकरण

केशिकाएं

प्रक्रिया

गोल पेंदे के फ्लास्क में 2 g (2.5 cm<sup>3</sup>, 0.02 mol) टॉलुईन, 3.2 g (0.02 mol) सूक्ष्म चूर्णित पोटेशियम परमैंगनेट और 75 cm<sup>3</sup> जल डालें। जल संघनित्र लगाकर फ्लास्क को जल-अवगाह पर 3 घंटे तक गरम करें। अभिक्रिया मिश्रण को बीच-बीच में हिलाते रहें। इस अवधि के अंत में अभिक्रिया मिश्रण को रंगहीन हो जाना चाहिए। यदि गुलाबी रंग बना रहे तो एथिल ऐल्कोहॉल को कुछ बूंदें मिला दी जाती हैं। ऐल्कोहॉल पोटेशियम परमैंगनेट को अपचित कर विलयन को रंगहीन बना देता है।

अभिक्रिया पूरी हो जाने पर मिश्रण को ठंडा कर लें और चूषण द्वारा छान लें। अवक्षेपित मैंगनीज डाईऑक्साइड को दो बार गरम जल की अल्प मात्रा के साथ दो बार धो लें। निस्स्यंद और धावनों को एक चाइना डिश में डालकर उद्वापित (evaporate) करें ताकि उनका आयतन 15-20 cm<sup>3</sup> रह जाय। यदि कोई मैंगनीज डाईऑक्साइड अवक्षेपित हो गया हो तो उसे छान लें। निस्स्यंद को 100 cm<sup>3</sup> बीकर में डालकर उसमें तनु हाइड्रोक्लोरिक अम्ल तब तक मिलाएं जब विलयन कांगो रेड के साथ स्पष्ट अम्ल अभिक्रिया प्रदर्शित करने लगे। अवक्षेपित बेन्जोइक अम्ल को छानकर किंचित जल से धो लें और गरम जल से पुनःक्रिस्टलित कर लें। शुद्ध बेन्जोइक अम्ल लब्धि और गलनांक नोट कर लें।

पार्श्व अभिक्रियाएं

कोई नहीं

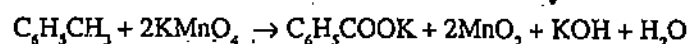
विरचन की अन्य विधियां

बेन्जोइक अम्ल को प्रस्तावना में उल्लिखित किसी भी विधि द्वारा बनाया जा सकता है।

प्रयोग रिपोर्ट 4 : बेन्जोइक अम्ल का विरचन

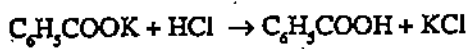
प्रस्तावना : क्षारीय माध्यम में KMnO<sub>4</sub> के साथ टॉलुईन के ऑक्सीकरण से बेन्जोइक अम्ल बनाया जाता है। क्षारीय माध्यम, अभिक्रिया में बने पोटेशियम हाइड्रॉक्साइड द्वारा उत्पन्न होता है।

अभिक्रियाएं



सावधानियां

टॉलुईन के धाव्य संस द्वारा अंदर न लें।



अभिकारकों और उत्पादों की सारणी

क्रमांक	यौगिक	अणुभार	प्रयुक्त भार	प्रयुक्त मोल	मोलर अनुपात	अन्य आंकड़े
---------	-------	--------	--------------	--------------	-------------	-------------

लब्धि

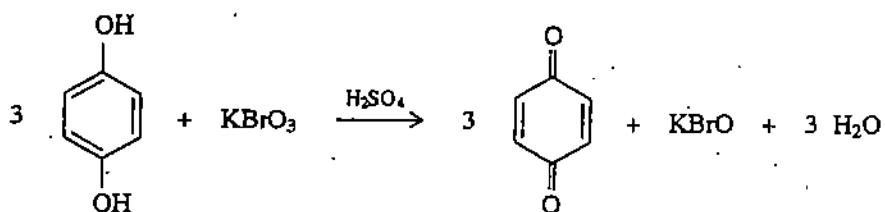
.....g.

उत्पाद के प्रेक्षित गुणधर्म

गलनांक .....

## 2.7 प्रयोग 5 : *p*-बेन्जोक्विनोन का विरचन

प्रस्तावना : पोटैशियम ब्रोमेट के साथ हाइड्रोक्विनोन के ऑक्सीकरण से *p*-बेन्जोक्विनोन बनाया जाता है। इसमें सल्फ्यूरिक अम्ल उत्प्रेरक का काम करता है।



आवश्यकताएं

रासायनिक द्रव्य

हाइड्रोक्विनोन

सल्फ्यूरिक अम्ल

पोटैशियम ब्रोमेट

उपकरण

 गोल पेंदे का फ्लास्क (100 cm<sup>3</sup>)

जल संघनित्र

इस ऑक्सीकरण अभिक्रिया में मध्यवर्ती के रूप में बनने वाले क्विनहाइड्रोन, हाइड्रोक्विनोन और *p*-बेन्जोक्विनोन का आणविक संकुल होता है। इसका काला रंग क्विनहाइड्रोन और बेन्जीन वलयों के कारण होता है।

**सावधानियां**

बेन्जोक्विनोन स्लेब्स को उल्लेखित कर देती है और त्वचा पर भूरे रंग के धब्बे बन जाते हैं। अतः उसके साथ संपर्क से बचें।

**निस्यंदन समाहार (filtration assembly)**

गलनांक उपकरण

धर्मामीटर

प्रक्रिया

100 cm<sup>3</sup> आयतन के गोल पेंदे वाले फ्लास्क के साथ संधित्र लगाकर, फ्लास्क में 2.5 g (0.0227 mol) हाइड्रोक्विनोन और 25 cm<sup>3</sup> जल डालें और 50°C तक गरम करें। ताप नोट करने के लिए अभिक्रिया-मिश्रण में डुबोकर धर्मामीटर का उपयोग करें। हाइड्रोक्विनोन के घुल जाने पर विलयन को 20°C तक ठंडा कर लें और धीरे-धीरे 1.25 cm<sup>3</sup> सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाएं यदि सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाने पर काले रंग का चिपचिपा अवक्षेप बने तो उसे छान लें। उसके बाद अभिक्रिया-मिश्रण में सावधानीपूर्वक 1.4 g (0.084 mol) पोटैशियम ब्रोमेट-मिलाएं और अभिक्रिया फ्लास्क को जल-अवगाह के ऊपर 60°C तक गरम करें। तुरंत अभिक्रिया आरंभ हो जाती है और क्विनहाइड्रोन का हरे-काले रंग का अवक्षेप प्राप्त होता है।

अब गरम करना रोक दें ताप स्वतः 75°C तक पहुंच जाएगा। जब अभिक्रिया संहति का काला रंग बदलकर बेन्जोक्विनोन का चमकीले पीले रंग में बदल जाय तो ऑक्सीकरण अभिक्रिया पूर्ण हो जाती है अभिक्रिया मिश्रण को 80°C तक गरम करें ताकि बेन्जोक्विनोन पूर्णतया घुल जाय। इसे बर्फ में ठंडा कर लें और पृथक हुए बेन्जोक्विनोन को छान लें। थोड़े-से बर्फीले जल से धोकर हवा में सुखा लें। लगभग शुद्ध उत्पाद की लब्धि और गलनांक नोट कर लें। उबलते हल्के पेट्रोलियम (100-120°C) (12cm<sup>3</sup> प्रति ग्राम) से बेन्जोक्विनोन को पुनर्क्रिस्टलित कर लें।

पार्श्व अभिक्रियाएं

कोई नहीं

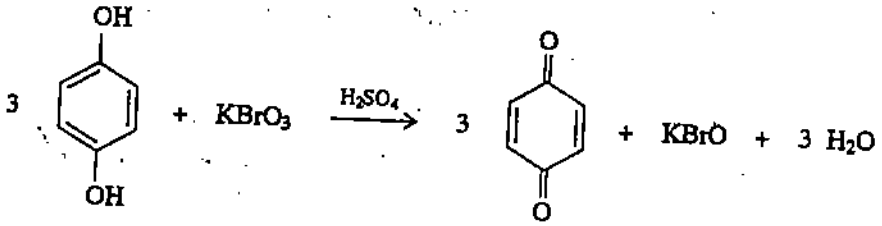
वैकल्पिक विधियां

ऐसीटिक अम्ल में क्रोमिक ऐनहाइड्राइड के समान अन्य ऑक्सीकारकों का उपयोग करके हाइड्रोक्विनोन के ऑक्सीकरण से भी *p*-बेन्जोक्विनोन प्राप्त हो सकता है।

**प्रयोग : रिपोर्ट-5 : *p*-बेन्जोक्विनोन का धिरघन**

**प्रस्तावना :** पोटैशियम ब्रोमेट के साथ हाइड्रोक्विनोन के ऑक्सीकरण से भी *p*-बेन्जोक्विनोन बनाया जा सकता है। इसमें सल्फ्यूरिक अम्ल उत्प्रेरक की भांति काम करता है।

**अभिक्रिया :**





क्रमांक	यौगिक	अणुभार	अणु भार	प्रयुक्त मोल	मोल अनुपात	अन्य आंकड़े
---------	-------	--------	---------	--------------	------------	-------------

लक्ष्य

.....

उत्पाद के प्रेक्षित गुण

गलनांक .....

## प्रयोग 6 : 2, 4, 6 - ट्राइब्रोमेनिलीन का विरचन

### प्रस्तावना

इलेक्ट्रॉनस्नेही प्रतिस्थापन अभिक्रियाएं, ऐरोमैटिक यौगिकों की प्ररूपी अभिक्रियाएं होती हैं। इलेक्ट्रॉनस्नेही प्रतिस्थापन के अंतर्गत नाइट्रोकरण, सल्फोनेशन, फ्रीडल-क्राफ्ट्स ऐल्किलीकरण, ऐसिलीकरण, हैलोजनीकरण आदि विभिन्न प्रकार की अभिक्रियाएं आती हैं। इन प्रतिस्थापन अभिक्रियाओं के द्वारा अनेक ऐरोमैटिक यौगिक बनाए जा सकते हैं। इनमें पहले प्रतिस्थापियों को प्रविष्ट किया जाता है जिन्हें बाद में वांछित समूहों में रूपांतरित अथवा विस्थापित किया जा सकता है।

किन्तु विभिन्न ऐरोमैटिक यौगिकों में इलेक्ट्रॉनस्नेही प्रतिस्थापन एकसमन आसानी से नहीं होता है। यह देखा गया है कि बेन्जीन में मौजूद प्रतिस्थापी समूह का प्रभाव, इलेक्ट्रॉनस्नेही आक्रमण के लिए बल्य की अभिक्रियाशीलता और प्रवेश करने वाले प्रतिस्थापी के अभिविन्यास (orientation) दोनों पर पड़ता है। किसी इलेक्ट्रॉनस्नेही के प्रति ऐरोमैटिक यौगिक की अभिक्रियाशीलता, अभिक्रियाशीलता, अभिक्रिया की शर्तों की कठोरता और किए गए समय द्वारा प्रतिबिंबित होती है।

अभिविन्यास द्वारा यह निश्चित होता है कि पहले से मौजूद प्रतिस्थापी, प्रवेश करने वाले नये प्रतिस्थापी को आर्थो/पैरा स्थितियों में दिष्ट करेगा अथवा मेटा स्थिति में।

इस आधार पर प्रतिस्थापियों को मोटे तौर पर इस प्रकार वर्गीकृत किया जाता है :

1. सक्रियक समूह जो अतिरिक्त प्रतिस्थापन को सुगम बनाते हैं और आर्थो/पैरा दिष्टक होते हैं। ये इलेक्ट्रॉनदाता समूह होते हैं।

● प्रबल सक्रियक

- NH<sub>2</sub> (-NHR, -NR<sub>2</sub>)

- OH

- मध्यम सक्रियक
  - OCH<sub>3</sub> (-OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, आदि)
  - NHCOCH<sub>3</sub>
- दुर्बल सक्रियक
  - C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>
  - CH<sub>3</sub> (-C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, आदि)

2. निष्क्रियक समूह जो अतिरिक्त प्रतिस्थापन को कठिन बनाते हैं और मेटा दिष्टक होते हैं। ये इलेक्ट्रॉन आकर्षी समूह होते हैं।

- NH<sub>2</sub>, -SO<sub>3</sub>H
- NCCH<sub>3</sub>, -CHO, -COR
- CN
- COOH (-COOR)

आदि

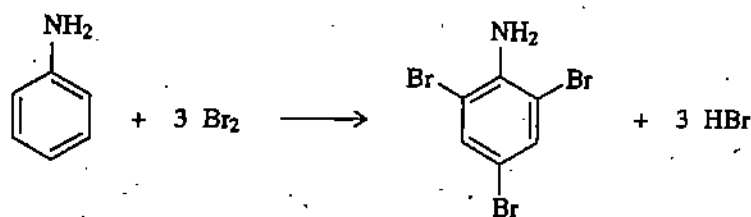
3. निष्क्रियक समूह जो ऑर्थो/पैरा दिष्टक होते हैं

- F, -Cl, -Br, -I

उपयुक्त विवरण से स्पष्ट है कि सभी प्रतिस्थापी समूहों को दो वर्गों में विभाजित किया जा सकता है : पहला, सक्रियक और ऑर्थो/पैरा दिष्टक दूसरा निष्क्रियक अथवा मोटा दिष्टक। हैलोजन एक विशिष्ट वर्ग बनाते हैं। वे निष्क्रियक किन्तु ऑर्थो/पैरा दिष्टक होते हैं। इसका कारण यह है कि उनका प्रेरण प्रभाव -I होता है किन्तु मेसोमरी प्रभाव अथवा अनुवाद के कारण वे प्रवेश करने वाले प्रतिस्थापी को ऑर्थो/पैरा स्थिति में दिष्ट करते हैं। इन प्रभावों के आधार पर ऐरोमैटिक प्रतिस्थापन की दिशा की सही भविष्यवाणी की जा सकती है।

इस प्रयोग में हम ऐनिलीन से 2, 4, 6, - ट्राइब्रोमोऐनिलीन बनाने की विधि का उल्लेख कर रहे हैं। -NH<sub>2</sub> समूह प्रबल सक्रियक होता है अतः आशा करेंगे कि ऐनिलीन का अतिरिक्त प्रतिस्थापन आसानी से होगा। वास्तव में यही होता है। यह ऊष्माक्षेपी अभिक्रिया है और बहुल प्रतिस्थापन द्वारा ट्राइब्रोमो उत्पाद प्राप्त होता है। क्योंकि -NH<sub>2</sub> समूह ऑर्थो/पैरा दिष्टक होता है अतः प्रतिस्थापी दो ऑर्थो और एक पैरा स्थिति ग्रहण करते हैं।

अभिक्रिया



ऐनिलीन

2, 4, 6-ट्राइब्रोमोऐनिलीन

आवश्यकताएं

रासायनिक द्रव्य

ब्रोमीन

ऐनिलीन

एथिल ऐल्कोहॉल

ऐसीटिक अम्ल

उपकरण

शंक्वाकार फ्लास्क (100 cm<sup>3</sup>)

मापक सिलिंडर (25 cm<sup>3</sup>)

कांच की छड़

निस्यंदक पत्र

निस्यंदन समाहार (filtration assembly)

गलनांक उपकरण

प्रक्रिया

100 cm<sup>3</sup> ऐलेंनमेयर फ्लास्क में 10 cm<sup>3</sup> ऐसीटिक अम्ल लेकर उसमें 2.3 (2.25 cm<sup>3</sup>, 0.025 mol) ऐनिलीन घोल लें। इसमें, 4.0 cm<sup>3</sup> (13.3 g, 0.083 mol) ब्रोमीन को 10 cm<sup>3</sup> ग्लैमश ऐसीटिक अम्ल में घोलकर प्राप्त विलयन को बूंद-बूंद करके मिलाएं। यह अभिक्रिया ऊष्माक्षेपी है इसलिए ब्रोमीन को मिलाने समय अभिक्रिया मिश्रण को उंडा करने की आवश्यकता होती है। पूरा विलयन मिला देने के बाद 50 cm<sup>3</sup> जल मिलाएं और चूषण द्वारा पीले रंग के ठोस को छान लें। ठंडे जल से धोकर हवा में निस्यंदक पत्र के ऊपर सुखा लें। एथिल ऐल्कोहॉल से पुनर्क्रिस्टलित कर लें। लब्धि और गलनांक नोट कर लें।

पार्श्व अभिक्रिया

कोई नहीं

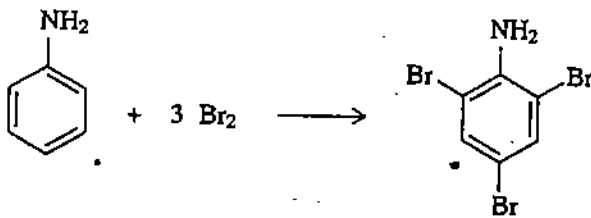
विरचन की अन्य विधियां

कोई नहीं

प्रयोग रिपोर्ट 6 : 2, 4, 6 -ट्राइब्रोमो-ऐनिलीन का विरचन

प्रस्तावना : प्रयोग में 2, 4, 6, - ट्राइब्रोमो-ऐनिलीन को बनाने के लिए ऐसीटिक अम्ल में ऐनिलीन की ब्रोमीन के साथ अभिक्रिया की जाती है।

अभिक्रिया :



अभिकारकों और उत्पादों की सारणी

क्रमांक	यौगिक	अणु भार	प्रयुक्त भार	प्रयुक्त मोल	मोलर अनुपात	अन्य आंकड़े
---------	-------	---------	--------------	--------------	-------------	-------------

लब्धि

.....g-

उत्पाद के प्रेक्षित गुणधर्म

क्रिस्टलीकरण से पहले गलनांक .....

---

### कुछ उपयोगी पुस्तकें

---

1. *Vogel's Elementary Practical Organic Chemistry*, 3rd ed. Vol. 1; B.V. Smith and N.M. Waldron, editors. Longman, London, 1980.
  2. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*, 4th ed., B.S. Furniss *et al.*, editors. Loagman, London, 1978.
  3. *Advanced Practical Organic Chemistry*; J.N. Norula; Sultan Chand and Sons, N. Delhi.
  4. *Advanced Practical Organic Chemistry*; N.K. Vishnoi. Vikas Publication House Pvt. Ltd., N. Delhi, 1992.
  5. *Laboratory Manual in Organic Chemistry*; Raj K. Bansal. Wiley Eastern Limited, N. Delhi.
-



उत्तर प्रदेश  
राजर्षि टण्डन मुक्त विश्वविद्यालय

UGCHE (L)-3  
रसायन प्रयोगशाला-III

खंड

**2**

गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण

इकाई 3

आरंभिक गुणात्मक विश्लेषण

5

इकाई 4

गुणात्मक वर्गीकरण परीक्षण और व्युत्पत्तियों का विरचन-I

17

इकाई 5

गुणात्मक वर्गीकरण परीक्षण और व्युत्पत्तियों का विरचन-II

31

---

## पाठ्यक्रम अभिकल्प समिति

---

संकाय सदस्य, विज्ञान विद्यापीठ  
इं.गां.रा.मु.वि.  
प्रॉ. शक्ति आर. अहमद  
डॉ० जावेद अबरार फारूकी  
डॉ० भारत इन्द्र फौजदार  
डॉ० एस. कण्णन  
डॉ० सुनीता मल्होत्रा  
डॉ० भीमसेन सारस्वत

---

## खंड निर्माण दल

---

डॉ० अब्दुल रऊफ  
विश्वविद्यालय बहुतकनीक  
अलीगढ़ मुस्लिम विश्वविद्यालय  
अलीगढ़  
डॉ० जावेद अबरार फारूकी  
इं.गां.रा.मु.वि.  
पाठ्यक्रम समन्वयकर्ता

डॉ० भारत इन्द्र फौजदार  
इं.गां.रा.मु.वि.

डॉ० जावेद अबरार फारूकी

---

## अनुवाद

---

श्री आत्माराम भट्ट  
नई दिल्ली  
राकेश बत्स (भाषा संपादन)  
मानविकी विद्यापीठ  
इं.गां.रा.मु.वि.

संकाय सदस्य, विज्ञान विद्यापीठ  
डॉ० जावेद अबरार फारूकी  
डॉ० भारत इन्द्र फौजदार

---

सितम्बर, 1993

© इंदिरा गांधी राष्ट्रीय मुक्त विश्वविद्यालय, 1993

ISBN-81-7263-455-2

सर्वाधिकार सुरक्षित। इस कार्य का कोई भी अंश इन्दिरा गांधी राष्ट्रीय मुक्त विश्वविद्यालय की लिखित अनुमति लिए बिना मिमियोग्राफ अथवा किसी अन्य साधन से पुनः प्रस्तुत करने की अनुमति नहीं है।

इन्दिरा गांधी राष्ट्रीय मुक्त विश्वविद्यालय के पाठ्यक्रमों के विषय में और अधिक जानकारी विश्वविद्यालय के कार्यालय, मैदान गढ़ी, नई दिल्ली-68 से प्राप्त की जा सकती है।

इन्दिरा गांधी राष्ट्रीय मुक्त विश्वविद्यालय की ओर से कुलसचिव श्री बालकृष्ण सल्बराज द्वारा मुद्रित एवं प्रकाशित।

इन्दिरा गाँधी राष्ट्रीय मुक्त विश्वविद्यालय के अनुमति से पुनः मुद्रित। उत्तर प्रदेश राजर्षि टण्डन मुक्त विश्वविद्यालय, इलाहाबाद की ओर से डॉ. ए. के. सिंह, कुलसचिव द्वारा पुनः मुद्रित एवं प्रकाशित, मार्च 2014  
मुद्रक : नितिन प्रिन्टर्स, 1 पुराना कटरा, इलाहाबाद।

## खंड प्रस्तावना

इस पाठ्यक्रम (CHE-08-(L)) के पहले खंड में हमने कार्बनिक प्रयोगशाला में प्रयुक्त अनेक कार्बनिक विरचनों और प्रयोगशाला विधियों का अध्ययन किया। उसमें साधारण प्रयोगशाला तकनीकों जैसे-तापन, शीतलन, विलोडन और निस्स्यंदन तथा पृथक्करण और शोधन की तकनीकों, जैसे-निष्कर्षण, क्रिस्टलीकरण, आसवन और वर्णलेखन के बारे में बताया गया था। साथ ही ऐसीटैनिलाइड, *p*-नाइट्रोऐसीटैनिलाइड, 2-नैफिथल बेन्जोएट, बेन्जोइक अम्ल, *p*-बेन्जोक्विनोन और 2, 4, 6-ट्राइब्रोमोऐनिलीन के विरचन की चर्चा भी की गई थी।

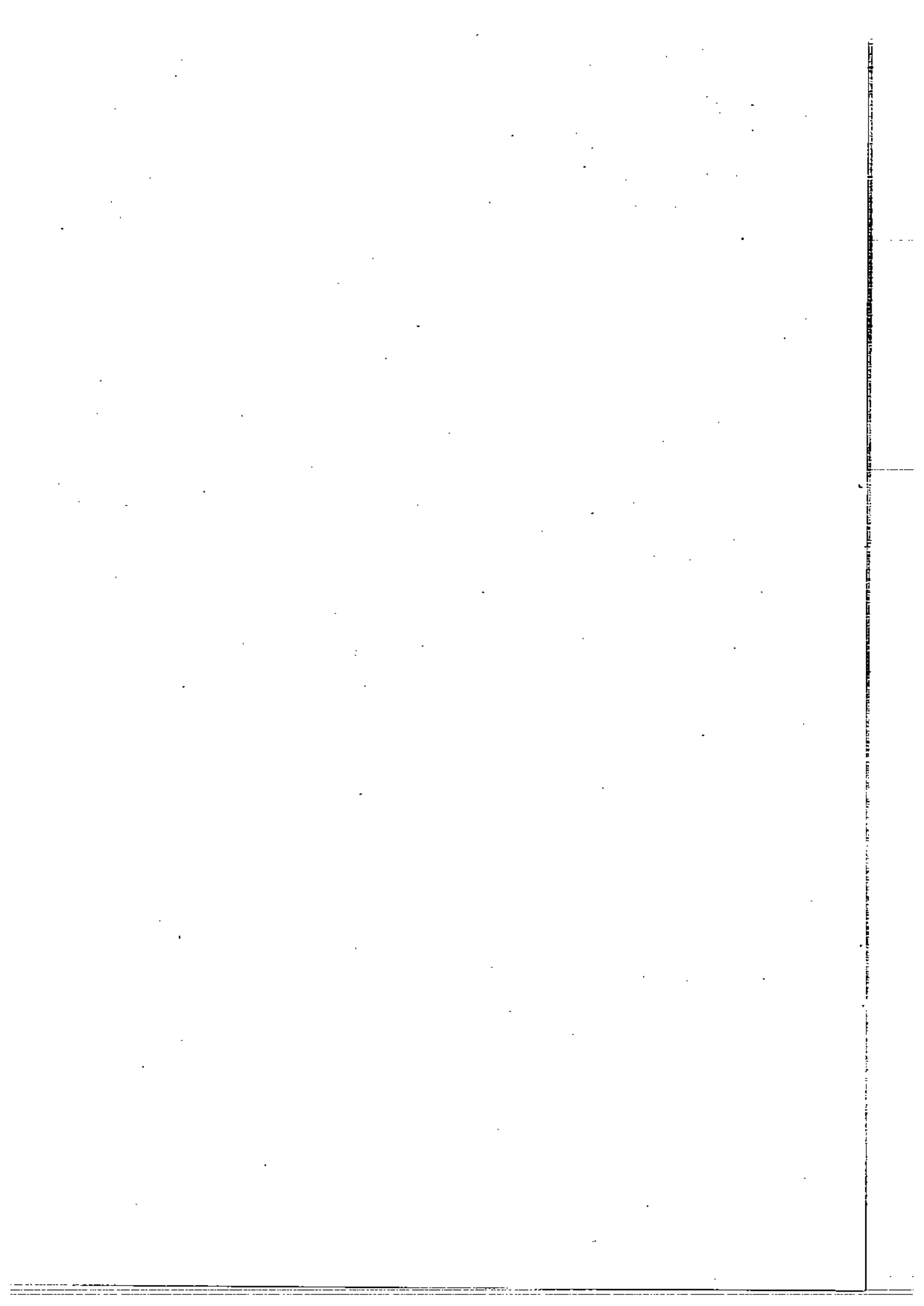
इस खंड में गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण के संबंध में बताया गया है। इसमें तीन इकाइयां हैं। पहली इकाई (इकाई 3) में भौतिक परीक्षा, तात्त्विक विश्लेषण, विलेयता और गुणात्मक विश्लेषण का प्रक्रियात्मक विवरण दिया गया है।

आगामी दो इकाइयों (इकाई 4 और 5) में गुणात्मक वर्गीकरण परीक्षणों की प्रयोगात्मक प्रक्रियाओं तथा उन यौगिकों के व्युत्पन्नो की विरचनों के बारे में बताया जाएगा जिनके अभिलक्षकीय समूह आमतौर पर पाए जाते हैं। परिशिष्ट-1 में कुछ कार्बनिक यौगिकों के क्वथनांक और गलनांक और उनके उपयुक्त व्युत्पन्नो के गलनांक दिए गए हैं।

### उद्देश्य

इस खंड के अध्ययन तथा इसमें दिए गए प्रयोगों को करने के बाद आप :

- चिरप्रतिष्ठित गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण द्वारा कार्बनिक यौगिकों को पहचान करने में प्रयुक्त विभिन्न पदों की व्याख्या कर सकेंगे,
- कार्बन यौगिकों की भौतिक परीक्षा कर सकेंगे;
- तात्त्विक विश्लेषण (N, S, X) और विलेयता का निर्धारण कर सकेंगे
- अभिलक्षकीय समूह परीक्षण तथा व्युत्पन्नो के विरचन की विधियों का वर्णन कर सकेंगे, और
- अज्ञात कार्बनिक यौगिकों की पहचान कर सकेंगे।





## इकाई 3 गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण

### इकाई की रूपरेखा

- 3.1 प्रस्तावना  
उद्देश्य
- 3.2 चिर प्रतिष्ठित गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण द्वारा शुद्ध यौगिक की पहचान
- 3.3 भौतिक परीक्षा
- 3.4 तात्विक विश्लेषण
- 3.5 विलेयता परीक्षण
- 3.6 भौतिक स्थिरांकों का निर्धारण
- 3.7 अभिलक्षकीय समूह की पहचान
- 3.8 व्युत्पन्नो का विरचन
- 3.9 गुणात्मक प्रयोग और प्रयोगशाला नोटबुक

### 3.1 प्रस्तावना

इस पाठ्यक्रम के पहले खंड में हमने पढ़ा कि कार्बनिक संश्लेषण किस प्रकार किए जाते हैं। उसमें आपको तापन, शीतलन, विलोडन, निस्स्यंदन आदि सामान्य प्रयोगशाला तकनीकों का वर्णन किया गया। साथ ही निष्कर्षण, क्रिस्टलीकरण, आसवन और वर्णलेखिकी जैसी पृथक्करण और शोधन की तकनीकों के बारे में बताया गया। कार्बनिक यौगिकों की शुद्धता की जांच करने के लिए गलनांक और क्वथनांक जैसे भौतिक स्थिरांकों को निर्धारित करने के बारे में बताया गया। अभिक्रिया मिश्रण से पृथक् किया जाने वाला अथवा किसी प्राकृतिक स्रोत से प्राप्त होने वाला यौगिक अज्ञात हो सकता है। अज्ञात पदार्थों की पहचान और लक्षण-वर्णन, कार्बनिक रसायन का महत्वपूर्ण विषय है। गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण के अध्ययन द्वारा इस विषय का परिचय दिया गया है जो कार्बनिक रसायनज्ञ के प्रशिक्षण का आवश्यक अंग होता है।

इस इकाई में एक-अभिलक्षकीय तथा शुद्ध अज्ञात यौगिक की चिरप्रतिष्ठित विधियों द्वारा पहचान करने की पदशः प्रक्रियाओं का उल्लेख किया जाएगा। हाल के वर्षों में स्पेक्ट्रमदर्शी तकनीकों द्वारा विश्लेषण और पृथक्करण की वर्णलेखी विधियों को विकसित किया गया है जिससे गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण में क्रांति आ गई है। इन तकनीकों की चर्चा रसायन प्रयोगशाला-5 और "स्पेक्ट्रमदर्शी" पाठ्यक्रमों के अंतर्गत की गई है।

#### उद्देश्य

इस इकाई के अध्ययन तथा इसमें दिए गए प्रयोगों को करने के बाद आप:

- चिरप्रतिष्ठित गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण द्वारा कार्बनिक यौगिकों को पहचान करने में प्रयुक्त विभिन्न पदों का वर्णन कर सकेंगे
- कार्बन यौगिकों की भौतिक परीक्षा कर सकेंगे
- नाइट्रोजन गंधक तथा हैलोजन को पहचान सकेंगे
- कार्बन यौगिकों की विलेयता का निर्धारण कर सकेंगे और
- गुणात्मक प्रयोगों के लिए प्रयोगशाला नोट बुक कैसे तैयार करें का वर्णन कर सकेंगे।

### 3.2 चिरप्रतिष्ठित गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण द्वारा शुद्ध यौगिक की पहचान

चिरप्रतिष्ठित गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण अनेक पदों में किया जाता है जो अज्ञात यौगिक की पहचान करने में सहायक होता है ये पद हैं:

- (i) भौतिक परीक्षा
- (ii) तात्त्विक विश्लेषण, जिसके द्वारा कार्बन हाइड्रोजन और ऑक्सीजन के अतिरिक्त दूसरे तत्वों की उपस्थिति निर्धारित की जाती है।
- (iii) जल, तनु क्षारकों और तनु अम्लों में विलेयता
- (iv) भौतिक स्थिरांकों का निर्धारण
- (v) वर्गीकरण परीक्षणों द्वारा अभिलक्षकीय समूह विश्लेषण
- (vi) व्युत्पन्नो का विरचन

कार्बनिक यौगिकों का विश्लेषण करते समय पहले चार पदों को किसी भी क्रम में लिया जा सकता है किन्तु उन्हें अभिलक्षकीय समूहों के गुणात्मक परीक्षणों से पहले करना चाहिए। अंतिम पद के रूप में हमेशा एक अथवा अधिक व्युत्पन्नो का विरचन अनिवार्य है। इन पदों को करने के लिए आपको प्रयोगशाला तकनीकों का उपयोग करना है जिनका उल्लेख खंड 1 की इकाई 1 में किया जा चुका है। आइए, इन पदों का एक के बाद एक उल्लेख करें।

### 3.3 भौतिक परीक्षा

भौतिक परीक्षा के अंतर्गत निम्नलिखित बातों पर विचार किया जाता है:

**नमूने की शुद्धता की जाँच:** इस प्रयोगशाला पाठ्यक्रम में अज्ञात कार्बनिक यौगिक को शुद्ध रूप में दिया जायेगा, इसलिए आपको नमूने की शुद्धता की जांच करने की आवश्यकता नहीं है। अन्यथा गुणात्मक कार्बनिक विश्लेषण के पहले पद के अंतर्गत क्वथनांक अथवा गलनांक अथवा टी.एल.सी. अथवा गैस या कागज वर्णलेखन द्वारा शुद्धता की जांच की जाती है। इसका उल्लेख खंड 1 की इकाई 1 में किया जा चुका है।

**सावधानी:** अज्ञात यौगिक को कभी नहीं चखना चाहिए। गंध ज्ञात करने के लिए यौगिक को सावधानीपूर्वक सूँघें। अनेक कार्बनिक यौगिक तीव्र अभ्रकारी अथवा और भी बदतर हाँस हैं।

**भौतिक अवस्था:** यौगिक की भौतिक अवस्था को ठोस अथवा द्रव निर्दिष्ट करना चाहिए।

**रंग:** यौगिक का रंग भी सूचनात्मक होता है। सामान्य रंगीन यौगिक इस प्रकार होते हैं: नाइट्रो और नाइट्रोसो यौगिक (पीले),  $\alpha$ -डाइकीटोन (पीले), क्विनोन (पीले से लाल), ऐज़ो यौगिक (पीले से लाल)। फीनॉलों और एमीनों का रंग भूरे से लेकर गहरा जामुनी होता है क्योंकि उनमें अल्प मात्रा में वायु-ऑक्सीकरण उत्पाद विद्यमान रहते हैं।

**गंध:** अनेक कार्बनिक यौगिकों की गंध अत्यंत स्पष्ट होती है ऐमीनों से मछली के समान गंध आती है, एस्टरों की अत्यंत रुचिकर गंध होती है। ऐल्कोहॉलों, कीटोनों, ऐरोमैटिक हाइड्रोकार्बनों और ऐलिफैटिक ऐल्कीनों की अभिलाक्षणिक गंध होती है। थइऑलों, आइसोनाइट्राइलों और कम अणुभार वाले कार्बोक्सिलिक अम्लों को अरुचिकर गंध होती है।

**ज्वलन-परीक्षण:** दिए गए नमूने की अल्प मात्रा एक स्पैचुला में लेकर बर्नर के ऊपर गरम करें और देखें कि क्या ठोस सामान्य रूप से पिघलने के बाद जलता है। नमूने की ज्वलनशीलता और ज्वाला के स्वभाव को ध्यान से देखें। पीले रंग की कज्जलयुक्त (Sooty) ज्वाला, ऐरोमैटिक अथवा अत्यंत असंतृप्त ऐलिफैटिक यौगिक की अभिलाक्षणिक होती है। हैलोजन यौगिक अथवा अति उच्च ऑक्सीजन युक्त यौगिक कठिनाई से जलते हैं अथवा बिल्कुल नहीं जलते (उदाहरण के लिए कार्बन टेट्राक्लोराइड का उपयोग अग्निशामक के रूप में किया जाता है।

सल्फर डाइऑक्साइड की अभिलाक्षणिक गंध से यौगिक में गंधक की उपस्थिति का संकेत मिलता है। शर्करा आदि कुछ यौगिक झलसकर स्पैचुला पर काला अवशेष छोड़ देते हैं और अभिलाक्षणिक गंध उत्पन्न करते हैं।

यदि ज्वलन के बाद सफेद अवाष्पशील अवशेष रह जाय तो एक बूंद जल मिलाकर विलयन का लिटमस कागज अथवा pH कागज के साथ परीक्षण करें। क्षारीय परीक्षण से सोडियम लवण अथवा अन्य धात्विक लवण की उपस्थिति का संकेत मिलता है।

### प्रयोग संख्या-1

कुछ कार्बनिक यौगिकों की भौतिक परीक्षा करना

इस प्रयोग के लिए छह कार्बनिक यौगिक दिए गए हैं।

आवश्यकताएं:

रासायनिक द्रव्य  
नमूने (Samples)-6

उपकरण

बर्नर  
स्पैचुला

प्रक्रिया

अपने परामर्शदाता से छह कार्बनिक यौगिकों के नमूने लेकर प्रत्येक की भौतिक अवस्था, रंग, गंध और ज्वलन परीक्षण के लिए ऊपर दी गई प्रक्रिया का अनुसरण करें। प्राप्त परिणामों को नीचे दी गई सारणी में अंकित करें।

सारणी 3.1: कार्बनिक यौगिकों की भौतिक परीक्षा

नमूना संख्या	भौतिक अवस्था	रंग	गंध	ज्वलन-परीक्षण	निष्कर्ष	(ऐरोमेटिक अथवा ऐलिकेटिक)
1.						
2.						
3.						
4.						
5.						
6.						

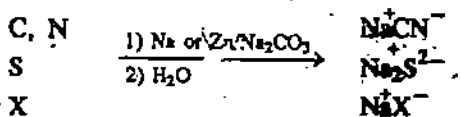
परिणामों की चर्चा अपने परामर्शदाता के साथ करें।

कार्बनिक यौगिकों में माधारणतया सहसंयोजी आबंधन होता है इसलिए अकार्बनिक यौगिकों की भांति तत्वों की पहचान करने की कोई प्रत्यक्ष विधि उपलब्ध नहीं है। सोडियम संगलन विधि में कार्बनिक यौगिकों को सोडियम धातु के साथ गर्म करने से विषम परमाणुओं के सहसंयोजी आबंध टूट जाते हैं जिससे इन तत्वों के अकार्बनिक आयन अर्थात् हैलोजनों से  $X^-$  आयन, सल्फाइड से  $S^{2-}$  आयन और नाइट्रोजन से  $CN^-$  आयन प्राप्त होते हैं। इन आयनों को अकार्बनिक गुणात्मक विधियों द्वारा आसानी से पहचाना जा सकता है।

### 3.4 तात्विक विश्लेषण

तात्विक विश्लेषण (elemental analysis) तकनीक द्वारा यह ज्ञात किया जाता है कि यौगिक में कौन-कौन तत्व विद्यमान हैं। कार्बन और हाइड्रोजन के अलावा कार्बनिक यौगिकों में बहुधा पाए जाने वाले तत्व हैं—हैलोजन, गंधक, ऑक्सीजन और नाइट्रोजन। ऑक्सीजन के पहचान की कोई प्रत्यक्ष विधि नहीं है। अभिलक्षणीय समूह के भाग के रूप में इसकी उपस्थिति बाद में स्पष्ट होगी। अन्य विषम परमाणुओं की उपस्थिति लैंसे संगलन तकनीक (Lassaigne fusion technique) द्वारा ज्ञात की जाती है जिसमें कार्बनिक यौगिक को धात्विक सोडियम के साथ गर्म किया जाता है। इसके लिए मिडलटन संगलन (Middleton's fusion) का उपयोग भी किया जाता है जिसमें सोडियम के स्थान पर सोडियम कार्बानट और जस्ते का उपयोग किया जाता है।

दोनों विधियों में विश्लेषण का आधार यह है कि विषम परमाणु, सायनाइड, सल्फाइड अथवा हैलाइड जैसे अकार्बनिक लवणों में रूपांतरित हो जाता है।



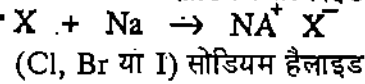
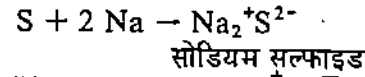
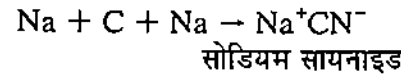
मिलडन विधि कम खतरनाक है और वाष्पशील यौगिकों के विश्लेषण के लिए, लैसे संगलन की अपेक्षा उत्कृष्ट मानी जाती है। किन्तु इसके लिए अत्यंत शुद्ध यशद-चूर्ण (Zinc powder) की आवश्यकता होती है। इस पाठ्यक्रम में केवल लैसे संगलन विधि का उपयोग किया जाएगा।

### प्रयोग संख्या 2

लैसे सोडियम संगलन विधि द्वारा नाइट्रोजन, गंधक और हैलोजनों का निर्धारण। इस प्रयोग के लिए छह यौगिक दिए गए हैं।

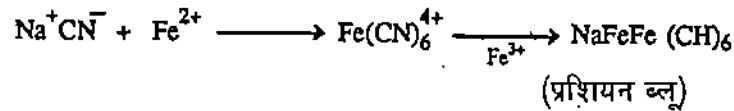
#### प्रस्तावना

सोडियम संगलन प्रक्रिया का आधार इस प्रकार है। सोडियम के साथ संगलन से कार्बनिक यौगिकों में मौजूद तत्व, आयनी रूप में बदल जाते हैं। इन आयनों में नाइट्रोजन, गंधक और हैलोजन शामिल रहते हैं जो कार्बनिक यौगिकों में मौजूद हों। जैसाकि ऊपर बताया जा चुका है, नाइट्रोजनयुक्त कार्बनिक यौगिक से सायनाइड आयन, गंधक युक्त कार्बनिक यौगिक से सल्फाइड आयन और हैलोजन युक्त कार्बनिक यौगिक से हैलाइड आयन प्राप्त होते हैं। कार्बनिक यौगिक को सोडियम धातु के साथ गरम करने के बाद अवशिष्ट का आसुत-जल के साथ जल-अपघटन किया जाता है ताकि अतिरिक्त सोडियम नष्ट हो जाय तथा संगलन अभिक्रियाओं के फलस्वरूप बने अकार्बनिक आयन धुल जाएं।



इन आयनों के जलीय विलयन को पांच हिस्सों में विभाजित किया जाता है और गुणात्मक परीक्षणों द्वारा प्रत्येक का विश्लेषण किया जाता है।

- (i) नाइट्रोजन की पहचान: जलीय विलयन के पहले भाग का सावधानीपूर्वक अम्लीकरण करने के बाद उसमें फेरस आयन  $\text{Fe}^{2+}$  और फेरिक आयन  $\text{Fe}^{3+}$  मिलाए जाते हैं। इससे सायनाइड आयन का सोडियम फेरिक फेरोसायनाइड में परिवर्तन हो जाता है जो गहरे नीले ठोस के रूप में अवक्षेपित हो जाता है जिसे "प्रशियन ब्लू" कहते हैं।



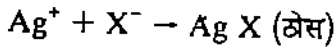
- (ii) गंधक की पहचान: गंधक की पहचान के लिए जलीय विलयन के दूसरे भाग में लेड ऐसीटेट विलयन और ऐसीटिक अम्ल मिलाया जाता है जिससे काले रंग का लेड सल्फाइड प्राप्त होता है। अथवा तीसरे भाग में डाइसोडियम पेन्टासायनोनाइट्रोसिल फेरैट (सोडियम नाइट्रोप्रसाइड) मिलाने से बैंगनी अथवा जामुनी रंग उत्पन्न होता है।



डाइसोडियम पेन्टासायनो- ;  
नाइट्रोसिल फेरैट  
(सोडियम नाइट्रोप्रसाइड)

- (iii) हैलोजनों की पहचान: जलीय विलयन के चौथे भाग में तनु नाइट्रिक अम्ल मिलाकर, उसे अम्लीकृत किया जाता है। फिर उसे उबाला जाता है ताकि यदि सल्फाइड और सायनाइड आयन मौजूद हों तो वे क्रमशः हाइड्रोजन सल्फाइड और हाइड्रोजन सायनाइड के रूप में पृथक हो जाएं। सल्फाइड और सायनाइड को पृथक कर देना चाहिए क्योंकि वे हैलोजनों के परीक्षण में बाधा डालते हैं। इसमें सिल्वर नाइट्रेट विलयन मिलाया जाता है। सिल्वर हैलाइड के अवक्षेप बनने से हैलाइड की उपस्थिति का पता लगता है।

संगलन प्रक्रिया में खतरे की संभावना रहती है अतः उसे बहुत सावधानी के साथ करना चाहिए। पूरे समय चेहरे को परखनली के मुँह से दूर रखना चाहिए। संगलन-नली को किसी व्यक्ति की ओर अभिमुख न करें।



अवक्षेप के रंग से उपस्थित हैलोजन का संकेत मिलता है

AgCl (सफेद ठोस)  
Ag Br (हल्का पीला)  
AgI (गहरा पीला ठोस)

आरंभिक गुणात्मक विश्लेषण

हैलाइड आयनों की निश्चित पहचान आगे दिए गए अकार्बनिक गुणात्मक परीक्षण द्वारा की जाती है। जलीय विलयन के पांचवें भाग में कार्बन टेट्राक्लोराइड, अथवा क्लोरोफॉर्म और क्लोरीन-जल मिलाया जाता है। विलयन को हिलाएं और टेट्राक्लोराइड, अथवा क्लोरोफॉर्म परते (निचली परत) के रंग की जांच करें।

बैंगनी रंग आयोडाइड आयन के कारण, नारंगी अथवा भूरा रंग ब्रोमाइड आयन के कारण तथा रंगहीन परत और  $\text{AgNO}_3$  के साथ सकारात्मक परीक्षण क्लोराइड आयन की उपस्थिति की पुष्टि करते हैं।

आवश्यकताएं:

रासायनिक वस्तु

नमूने (Samples)

सोडियम धातु (4 mm घन (cube))

आयन (II) सल्फेट (फेरस सल्फेट), आयरन (III)

क्लोराइड (फेरिक क्लोराइड) (5%)

तनु सल्फ्यूरिक अम्ल (5%)

डाइसोडियम पेन्टासायना नाइट्रोसिलफेरेट का विलयन (0.1%)

(सोडियम नाइट्रोप्रुसाइड)

तनु नाइट्रिक अम्ल (5%)

सिल्वर नाइट्रेट विलयन (5%)

क्लोरीन जल

कार्बन टेट्राक्लोराइड अथवा क्लोरोफॉर्म

ऐसीटिक अम्ल

लेड ऐसीटेट विलयन (0.15 M)

उपकरण

बर्नर

छह संगलन नलियां (fusion tube)

छह परख नलियां

चाइना डिश

संदर्शिका (tongs)

तार-जाली

त्रिपाद (tripod)

निस्यंदक उपकरण

प्रक्रिया

एक स्वच्छ चाइना डिश में 15 cm<sup>3</sup> आसुत जल लेकर अपने बर्नर के पास रख लें। लगभग 20 mg नमूने को संगलन-नली की तली में डालें। यदि नमूना कोई द्रव हो तो पिपेट अथवा ड्रापर की मदद से एक या दो बूंदें संगलन नली में डालें। संगलन नली को पकड़ने के लिए संदर्शिका का उपयोग करें। लगभग 4 mm घन सोडियम का टुकड़ा नली के मुंह पर रखें। इस बात का ध्यान रखें कि वह तली में मौजूद नमूने के संपर्क में न आने पाए। सोडियम को बर्नर की ज्वाला से धीरे-धीरे गरम करें ताकि वह पिघलकर पदार्थ के संपर्क में आ जाए। गलित सोडियम के नमूने के संपर्क में आने पर तीव्र अभिक्रिया हो सकती है। नली को 1 मिनट तक हल्का गरम कर फिर तेज गरम करें। जब नली की तली लाल हो जाय। जाली को संदर्शिका से पकड़ते हुए, लाल गरम संगलन नली को चाइना डिश में रखें जल में डाल दें और तुरन्त जाली से ढक दें।

सावधानी: सोडियम को कभी हाथ से न छुएं। उसके लिए चाकू, चिमटी और संदर्शिका का उपयोग करें। सोडियम में लगे मिट्टी तेल को शुष्क निस्यंदक पत्र से पोंछ लें।

लाल गरम संगलन नली जल के संपर्क में आने पर टूट जाएगी और अनभिक्रियत सोडियम मुक्त हो जाएगा। जाली रखने से किसी पदार्थ का नुकसान नहीं हो सकेगा।

यदि जल के संपर्क में आने पर संगलन नली न टूटे तो उसे कांच की छड़ से तोड़ दें। अतिरिक्त सोडियम की अभिक्रिया होने दें। जब अभिक्रिया समाप्त हो जाय, चाइना डिश को तिपाई में जाली के ऊपर रखकर विलयन को दो मिनट तक उबालें। गरम विलयन को छान लें ताकि टूटा कांच और आदग्ध (charred) पदार्थ पृथक् हो जाय। जलीय विलयन को पांच बराबर भागों में पांच परख नलियों में डाल दें।

### 1. नाइट्रोजन की पहचान

पहले हिस्से में 200 mg आयरॉन (II) सल्फेट मिलाकर विलयन को उबलाने तक गरम कर और 2 बूंद फेरिक क्लोराइड विलयन और पर्याप्त मात्रा में तनु सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाएं ताकि अवक्षेप घुल जाए और विलयन अम्लीय हो जाय। गहरा नीला अवक्षेप अथवा रंग (प्रशियन ब्लू) उत्पन्न हो जाय तो आरंभिक यौगिक में नाइट्रोजन मौजूद है। यदि विलयन का रंग हरा अथवा नीला हरा हो तो उसे छान लें, निस्पंदक पत्र को आसुत जल से धो लें और नीले रंग के लिए अवशेष की जांच करें।

### 2. गंधक की पहचान

- जलीय विलयन के दूसरे भाग को ऐसीटिक अम्ल द्वारा आम्लीय कर लें और लेड ऐसीटेट विलयन की कुछ बूंदें मिलाएं। PbS का काला अवक्षेप, आरंभिक कार्बनिक यौगिक में गंधक की उपस्थिति बतलाता है।
- जलीय विलयन के तीसरे भाग में 2 cm<sup>3</sup> डाइसोडियम पेन्टासायनो-नाइट्रोसिल फेरट विलयन मिलाएं। जामुनी रंग उत्पन्न होता है जो कुछ समय बाद धीरे-धीरे लुप्त हो जाता है। इससे गंधक की उपस्थिति की पुष्टि होती है।

### 3. हैलोजनों की पहचान

जलीय विलयन के चौथे भाग में पर्याप्त नाइट्रिक अम्ल मिलाएं ताकि विलयन अम्लीय हो जाय। मिश्रण को तब तक उबालें जब तक आयतन आधा न रह जाय।

जलीय विलयन को HNO<sub>3</sub> के साथ गरम करने से HCN अथवा H<sub>2</sub>S पृथक् हो जाते हैं जो अन्यथा इस परीक्षण में बाधा डालते हैं। HCN और H<sub>2</sub>S क्रमशः सायनाइड और सल्फाइड से प्राप्त होते हैं। यदि नाइट्रोजन और गंधक के न होने की पुष्टि हो चुकी हो तो इस परीक्षण को छोड़ा जा सकता है।

इस मिश्रण में 1cm<sup>3</sup> सिल्वर नाइट्रेट विलयन मिलाएं। यदि सफेद अथवा पीले रंग का गाढ़ा अवक्षेप प्राप्त हो तो यह मूल कार्बनिक यौगिक में हैलोजन की उपस्थिति का द्योतक होता है। हल्की आविलता (turbidity) का अर्थ सकारात्मक परीक्षण नहीं लगा लेना चाहिए। हैलोजन विशेष की पहचान रंग के आधार पर की जा सकती है: सिल्वर क्लोराइड का रंग सफेद, सिल्वर ब्रोमाइड का रंग हल्का पीला और सिल्वर आयोडाइड का रंग पीला होता है।

उपस्थित हैलोजन में भेद करने के लिए पांचवीं परख नली में 0.5 cm<sup>3</sup> कार्वन टेट्राक्लोराइड अथवा क्लोरोफॉर्म मिलाएं। फिर बूंद-बूंद करके क्लोरीन-जल मिलाएं और धीरे-धीरे हिलाते रहें। यदि तली की परत का रंग भूरा हो जाय तो ब्रोमीन उपस्थित है किन्तु जामुनी बैंगनी हो जाय तो आयोडीन उपस्थित है। निराकरण प्रक्रम द्वारा यदि कोई नमूना सिल्वर नाइट्रेट के साथ सफेद अवक्षेप बनाए किन्तु क्लोरीन-जल के साथ उपचार करने से कोई रंग उत्पन्न न हो तो क्लोरीन की पुष्टि होती है।

सभी छह कार्बनिक यौगिकों के लिए उपर्युक्त प्रक्रिया दोहराएं और प्राप्त परिणामों को नीचे दी गई सारणी में दर्ज करें:

सारणी 3.2: कार्बनिक नमूने का तात्त्विक विश्लेषण

नमूना संख्या	उपस्थित तत्व
1.	
2.	
3.	
4.	
5.	
6.	

### 3.5 विलेयता परीक्षण

जल, तनु अम्ल अथवा तनु क्षारक में कार्बनिक यौगिकों के विलेयता परीक्षण से कुछ अभिलक्षकीय समूहों की उपस्थिति अथवा अनुपस्थिति की उपयोगी सूचना मिल सकती है किन्तु वह निश्चित नहीं होती है।

#### विलेयता परीक्षणों की प्रक्रिया

विलेयता परीक्षण सामान्य ताप पर किए जाते हैं। इसके लिए छोटी परख नलियों में 100 mg बारीक पिसा हुआ ठोस अथवा 0.2cm<sup>3</sup> द्रव और 3 cm<sup>3</sup> विलायक लिया जाता है। मिश्रण को जोर से हिलाना चाहिए। विलेयता परीक्षणों को नीचे दिए गए क्रम में करना चाहिए।

#### जल में विलेयता

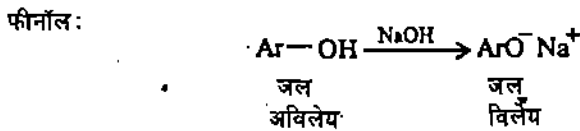
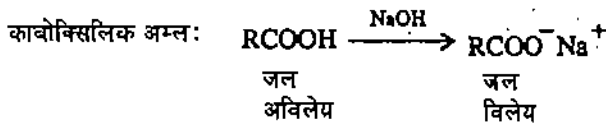
100 mg बारीक ठोस को तोल लें अथवा अंशांकित पिपेट अथवा ब्यूरेट की मदद से 0.2 cm<sup>3</sup> द्रव माप लें। यौगिक में क्रमशः आसुत जल की 1.0cm<sup>3</sup> मात्राएं मिलाकर जोर से हिलाएं। इस क्रिया को तब तक दोहराएं जब तक कुल आयतन 3 cm<sup>3</sup> न हो जाय। यदि यौगिक 3 cm<sup>3</sup> जल में पूर्णतया न घुले तो उसे जल में अविलेय माना जा सकता है।

इसके बाद परख नली की मात्राओं का pH कागज के साथ परीक्षण करें। इसके लिए कांच की छड़ से विलयन की एक बूंद लेकर कागज से छुएं।

आसुत जल यौगिक की विलेयता बतलाती है कि उसमें कम अणु भार वाला कार्बनिक यौगिक (4-5 कार्बन) विद्यमान है जिसमें —OH, —COOH, —NH<sub>2</sub>, —CO—, आदि कोई ध्रुवीय समूह उपस्थित है। यदि अधिक अणुभार का यौगिक विद्यमान हो तो उसे बहुअभिलक्षकीय होना चाहिए। उदाहरण के लिए कार्बोहाइड्रेट। दूसरी ओर ऐल्केन, ऐल्कीन, ऐल्काइन और ऐल्किल हैलाइड जल-अविलेय होते हैं।

#### 5% सोडियम हाइड्रॉक्साइड में विलेयता

यदि यौगिक आसुत जल में अविलेय हो, उसकी विलेयता का भी 5% जलीय सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में उसी प्रकार परीक्षण करना चाहिए। इस विलेयता से कार्बोक्सिलिक अम्ल, सल्फोनिक अम्ल अथवा फीनॉल की उपस्थिति का संकेत मिलता है क्योंकि वे अने जल-विलेय सोडियम लवणों में परिवर्तित हो जाते हैं।



उसके बाद NaOH विलेय कार्बनिक यौगिक की विलेयता का परीक्षण 5% NaHCO<sub>3</sub> में करना चाहिए जो एक दुर्बल क्षारक है इससे कार्बोक्सिलिक और फीनॉलिक अभिलक्षकीय समूहों में अंतर करने में सहायता मिलती है।

अम्लीय फीनॉल 5% सोडियम-  
वाइकार्बोनेट के जलीय विलयन  
में विलेय होती हैं।

#### 5% सोडियम बाइकार्बोनेट में विलेयता

जल में विलेयता के लिए अपनाई गई प्रक्रिया के समान ही सोडियम बाइकार्बोनेट के 5% जलीय विलयन में भी यौगिक की विलेयता की जांच की जाती है। यदि यौगिक विलेय हो तो जल-विलेय सोडियम लवण के बनने से अस्थायी तौर पर यदि निष्कर्ष निकलता है कि कार्बोक्सिलिक अम्ल समूह उपस्थित है। फीनॉल, सोडियम बाइकार्बोनेट में अविलेय होते हैं।





### प्रयोग 3

कुछ कार्बनिक यौगिकों का विलेयता निर्धारण करना

इस प्रयोग के लिए छः कार्बनिक यौगिक दिए गए हैं।

आवश्यकता:

रासायनिक द्रव्य

नमूने

आसुत जल

NaOH विलयन (5%)

NaHCO<sub>3</sub> विलयन (5%)

HCl विलयन (5%)

सान्द्र H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

pH कागज

उपकरण

छोटी परख नलियां (4)

ब्यूरेट (5)

दाब तुला अथवा साधारण तुला

प्रक्रिया:

प्रत्येक नमूने के लिए पूर्व वर्णित विलेयता प्रक्रिया का अनुसरण करें और प्राप्त परिणाम नीचे दी गई सारणी 3.3 में लिखें।

सारणी 3.3: कार्बनिक नमूनों का विलेयता परीक्षण

नमूना संख्या	विलेयता				सान्द्र H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	pH-परीक्षण	टिप्पणी
	H <sub>2</sub> O	NaOH	NaHCO <sub>3</sub>	HCl			
1.							
2.							
3.							
4.							
5.							
6.							

इन विश्लेषणों के आधार पर नमूनों के स्वभाव के बारे में आरंभिक सुझाव दें। प्राप्त परिणाम की चर्चा परामर्शदाता के साथ कीजिए।

### 3.6 भौतिक स्थिरांकों का निर्धारण

कार्बनिक यौगिकों के गलनांक और क्वथनांक को निर्धारित करने का प्रक्रियात्मक विस्तृत विवरण इस पाठ्यक्रम के खंड 1 में दिया गया है। गलनांक और क्वथनांक के आधार पर प्रत्याशी संरचना (candidate structure) का पता लगाने के लिए उन यौगिकों पर विचार आवश्यक है जिनके मान 50°C के अंदर हों। इसके लिए कार्बनिक यौगिकों, गलनांकों और क्वथनांकों की एक सारणी दी गई है। अज्ञात यौगिक के गलनांक और क्वथनांक के आधार पर इस सारणी से संभावित यौगिकों का चयन किया जा सकता है। उन यौगिकों को छोड़ दें जो भौतिक परीक्षा, तात्त्विक परीक्षण और विलेयता परीक्षण से प्राप्त परिणामों के अनुसार सही नहीं बैठते हों। फिर भी इन सूचनाओं के आधार पर अनेक अज्ञात यौगिकों का पता लगता है।

प्रत्याशी संरचनाओं की सूची में से वास्तविक यौगिक का पता लगाना आवश्यक है। इसके लिए अभिलक्षकीय समूह ज्ञात करना होगा और कम से कम दो व्युत्पन्न बनाने होंगे। इन सूचनाओं तथा इनके अतिरिक्त भौतिक परीक्षा, तात्त्विक विश्लेषण और विलेयता की सहायता से वास्तविक पदार्थ की पुष्टि हो जाती है।

### 3.7 अभिलक्षकीय समूह की पहचान

अज्ञात यौगिकों में एक ही अभिलक्षकीय समूह विद्यमान हो, ऐसा बहुत कम होता है किन्तु इस प्रयोगशाला पाठ्यक्रम में आपको एक अभिलक्षकीय समूह वाले यौगिक ही दिए जाएंगे। चिरप्रतिष्ठित विधि के अनुसार पदार्थ के साथ अनेक रासायनिक परीक्षण किए जाते हैं जिनमें से प्रत्येक एक प्रकार के अभिलक्षकीय समूह के लिए विशिष्ट होता है। सारणी 3.4 से उन सामान्य अभिलक्षकीय समूहों का संकेत मिलता है जिनकी चर्चा की जाएगी। इन परीक्षणों की विस्तृत चर्चा इकाई 4 और 5 में की जाएगी। इन परीक्षणों से प्राप्त परिणामों से अज्ञात यौगिक को ऐल्केन, ऐलिडहाइड, कीटोन अथवा एस्टर आदि किसी संरचनात्मक वर्ग में निर्धारित किया जा सकता है।

सारणी 3.4: सामान्य अभिलक्षकीय समूह

उदासीन यौगिक	अम्लीय यौगिक	क्षारीय यौगिक
C, H, O यौगिक	C, H, O यौगिक	C, H, N यौगिक
ऐलिडहाइड	कार्बोक्सिलिक	ऐमीन
कीटोन	अम्ल	
एस्टर	फीनॉल अम्लीय	
ऐल्कोहॉल	C, H, O, हैलोजन यौगिक	
ईथर	ऐसिल हैलाइड	
C, H यौगिक		
ऐल्कीन		
ऐल्काइन		
ऐरीन		
C, H, हैलोजन यौगिक		
हैलाइड		
C, H, N, O यौगिक		
नाइट्रो यौगिक		
ऐमाइड		

तात्विक विश्लेषण और विलेयता-परीक्षणों से प्राप्त परिणामों का उपयोग इस बात को निश्चित करने में किया जाता है कि आरंभ में कौन-सा अभिलक्षकीय समूह परीक्षण किया जाय और किसे छोड़ दिया जाय। निम्नलिखित उदाहरणों से इन निर्णयों को लेने में प्रारंभिक कार्य की उपयोगिता का स्पष्ट पता लगता है:

- यदि किसी यौगिक में नाइट्रोजन पाया जाय और वह तनु HCl में विलेय हो तो पहले ऐमीन का वर्गीकरण परीक्षण करना चाहिए।
- यदि कोई अज्ञात यौगिक तनु सोडियम हाइड्राक्साइड में विलेय किन्तु तनु सोडियम वाइकार्बोनेट में अविलेय हो तो फीनॉल के लिए परीक्षण करना चाहिए।
- यदि तात्विक विश्लेषण से हैलोजन की अनुपस्थिति का पता लगे तो ऐल्किल तथा ऐरिल हैलाइडों के परीक्षण की आवश्यकता नहीं है।
- नाइट्रोजन की अनुपस्थिति का अर्थ है कि ऐमीनों, ऐमाइडों नाइट्राइलों और नाइट्रो यौगिकों के परीक्षण की आवश्यकता नहीं है।

### 3.8 व्युत्पन्नो का विरचन

अज्ञात नमूने में अभिलक्षकीय समूह की उपस्थिति की पुष्टि हो जाने के बाद वास्तविक पदार्थ की पहचान करने के लिए क्रिस्टलीय व्युत्पन्न बनाए जाते हैं जिनके गलनांक, ज्ञात गलनांकों के तुल्य हों। आदर्श व्युत्पन्न वह है जो उच्च लब्धि उत्पादक और सुस्पष्ट अभिक्रिया द्वारा सरलता और शीघ्रतापूर्व तैयार होना चाहिए और साथ ही उसका शोधन और पहचान भी आसान होना चाहिए। उनके गलनांक भी निश्चित और स्पष्ट तथा अधिमानतः 50°C और 250°C के बीच होने चाहिए। आपको सलाह दी जाती है कि जल्दी में यौगिक की पहचान के बारे में किसी नतीजे पर न पहुंचें। एक व्युत्पन्न बनाकर भली-भांति जाँच कर लें कि उसके गुणधर्म आशा के अनुरूप हैं। उसके बाद दूसरे पुष्टिकारक व्युत्पन्न को बनाएं। विभिन्न अभिलक्षकीय समूहों के लिए व्युत्पन्नो को बनाने की विस्तृत चर्चा इकाई 4 और 5 की की जाएगी।

इस इकाई में अभी तक हमने उन विभिन्न पदों के बारे में पढ़ा जिनका उपयोग अज्ञात यौगिक की पहचान करने के लिए किया जाता है। आगामी भाग में हम पढ़ेंगे कि चिरप्रतिष्ठित गुणात्मक विश्लेषण की प्रयोगशाला नोटबुक कैसे तैयार की जाती है।

### 3.9 गुणात्मक प्रयोग और प्रयोगशाला नोटबुक

खंड I की इकाई I के भाग 1.7 में हमने पढ़ा कि कार्बनिक प्रयोगों के लिए प्रयोगशाला नोटबुक तैयार करते समय किन-किन महत्वपूर्ण बातों का ध्यान रखना होता है। यहां गुणात्मक प्रयोगों के लिए संभावित प्रारूप की चर्चा की जाएगी।

प्रत्येक प्रयोग को नये पृष्ठ से आरंभ करना चाहिए जिसमें सबसे ऊपर प्रयोग संख्या और शीर्षक होना चाहिए।

गुणात्मक प्रयोग का नमूना नोटबुक फार्मेट नीचे दिया गया है। 2-नैफथॉल ( $\beta$ -नैफथॉल) को पहचान को उदाहरण के रूप में लिया जाता है।

#### प्रयोग सं० "क"

अज्ञात कार्बनिक यौगिक की पहचान करना

मौलिक परीक्षा

(क) भौतिक अवस्था	ठोस
(ख) रंग	सफेद
(ग) गंध	मौथ बॉल के समान
(घ) ज्वलन परीक्षण	दीप्त कज्जली ज्वाला कोई अवशेष नहीं।

टिप्पणी: इससे संकेत मिलता है कि अज्ञात "क" ऐरोमैटिक यौगिक है।

#### 2. तात्विक विश्लेषण

N, S, Cl, Br, I कोई नहीं

#### 3. i) विलेयता परीक्षण

H <sub>2</sub> O	जलीय	जलीय	सान्द्र	अनुमानित
	NaOH	NaHCO <sub>3</sub>	HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
	विलेय	विलेय	-	-
				अम्लीय फीनॉल कार्बोक्सिलिक अम्ल

ii) कागज के साथ अभिक्रिया

उदासीन

4. भौतिक स्थिरांक

प्रक्षिप्त गलनांक

122 — 124°C

5. वर्ग-निर्धारण

- i) जलीय FeCl<sub>3</sub> के साथ  
ii) ऐल्कोहॉली FeCl<sub>3</sub> के साथ

कोई रंग नहीं  
हरा विलयन

टिप्पणी: इन परीक्षणों से फीनॉली यौगिक की पुष्टि होती है।

6. रसायन साहित्य की जाँच

संभावित यौगिक	गलनांक	व्युत्पन्न	1-नैफ्थल
		वेन्जोएट	यूरिथेन
2-नैफ्थॉल	123°C	107°C	157°C

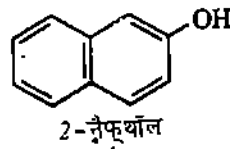
टिप्पणियाँ

पिक्रिक अम्ल का गलनांक भी 122°C है। तात्विक विश्लेषण से नाइट्रोजन तत्व के लिए नकारात्मक परीक्षण प्राप्त होता है। यही कारण है कि उसका चयन नहीं किया जाता है।

7. व्युत्पन्नों का चिह्न

(क) चुना गया व्युत्पन्न	वेन्जोएट
प्रक्षिप्त गलनांक	106 — 107°C
साहित्य में दिया गया गलनांक	107°C
(ख) चुना गया व्युत्पन्न	1 — नैफ्थल यूरिथेन
प्रक्षिप्त गलनांक	156 — 158°C
साहित्य में दिया गया गलनांक	157°C

8. अज्ञात यौगिक 2-नैफ्थॉल ( $\beta$ -नैफ्थाल) है। इस यौगिक की संरचना है:



## इकाई 4 गुणात्मक वर्गीकरण परीक्षण और व्युत्पन्नो का विरचन-I

### इकाई की रूपरेखा

- 4.1 प्रस्तावना  
उद्देश्य
- 4.2 अभिलक्षकीय समूह की पहचान
- 4.3 ऐलिडहाइड और कीटोन  
अभिलक्षकीय समूह परीक्षण  
अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न
- 4.4 ऐल्कोहॉल  
अभिलक्षकीय समूह परीक्षण  
अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न
- 4.5 फीनॉल  
अभिलक्षकीय समूह परीक्षण  
अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न
- 4.6 कार्बोक्सिलिक अम्ल  
अभिलक्षकीय समूह परीक्षण  
अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न
- 4.7 एस्टर  
अभिलक्षकीय समूह परीक्षण  
अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न
- 4.8 बंध प्रश्नों के उत्तर

### 4.1 प्रस्तावना

पिछली इकाई में आपने भौतिक परीक्षा, तात्विक विश्लेषण, विलेयता परीक्षण, भौतिक स्थिरांकों का निर्धारण आदि कार्बनिक यौगिकों के प्रारंभिक विश्लेषण की विधियों के बारे में पढ़ा था। इस इकाई में आप पहले उन यौगिकों की पहचान करना सीखेंगे जिनमें कार्बन, हाइड्रोजन और ऑक्सीजन तत्व होते हैं, जैसे-ऐलिडहाइड, कीटोन, ऐल्कोहॉल, फीनॉल कार्बोक्सिलिक अम्ल और एस्टर। उसके बाद इन यौगिकों के व्युत्पन्नो को बनाने की विधियों का अध्ययन किया जाएगा।

#### उद्देश्य

इस इकाई के अध्ययन के बाद आप निम्नलिखित यौगिकों का परीक्षण कर सकेंगे और उनके व्युत्पन्न बना सकेंगे।

- ऐलिडहाइड और कीटोन
- ऐल्कोहॉल
- फीनॉल
- कार्बोक्सिलिक अम्ल
- एस्टर।

### 4.2 अभिलक्षकीय समूह की पहचान

कार्बनिक यौगिकों को उनमें उपस्थित अभिलक्षकीय समूहों के आधार पर विभिन्न वर्गों में विभाजित किया जा सकता है। शिक्षण-प्रयोगशाला के अलावा ऐसा बहुत कम होता है जब अज्ञात यौगिक में केवल एक ही अभिलक्षकीय समूह हो और आपको इस संभावना से परिचित होना चाहिए कि उसमें एक से अधिक अभिलक्षकीय समूह उपस्थित हो सकते हैं। किन्तु यहां पर केवल एक-अभिलक्षकीय समूह वाले यौगिकों का अध्ययन किया जाएगा।

आपने सिद्धांत पाठ्यक्रम (theory course) में पढ़ा था कि अभिलक्षकीय समूह रासायनिक अभिक्रिया के स्थल होते हैं। अभिलक्षकीय समूहों का निर्धारण उनकी संरचना और अभिक्रियाशीलता के विशिष्ट लक्षणों पर निर्भर करता है। अभिलक्षकीय समूहों की पहचान मुख्यतः तत्वों के सही निर्धारण पर निर्भर करती है। साधारण एक-अभिलक्षकीय समूह वाले कार्बनिक यौगिकों की सूची सारणी 4.1 में दी गई है। सुविधा के लिए इस इकाई में कार्बनिक यौगिकों को अज्ञात यौगिकों में विद्यमान तत्वों के आधार पर व्यवस्थित किया गया है।

अब तक किए गए तात्त्विक विश्लेषण, गलनांक, क्वथनांक, विलेयता परीक्षण आदि प्रायोगिक परिणामों से आपको अज्ञात यौगिक में विद्यमान अभिलक्षकीय समूहों की किस्म के बारे में कुछ अंदाजा लग गया होगा। पहले, चिर प्रतिष्ठित (classical) विधियों द्वारा इन अनुमानित अभिलक्षकीय समूहों की उपस्थिति की पुष्टि करना आवश्यक है। दूसरे चरण में वास्तविक यौगिक की पहचान करने के लिए कम से कम एक क्रिस्टलीय व्युत्पन्न बनाकर उसके गलनांक की साहित्य में दिए गए मान से तुलना की जाएगी। कार्बनिक यौगिकों और उनके व्युत्पन्नों के गलनांक और क्वथनांक इस पुस्तक के अंत में दिए गए हैं (देखिए परिशिष्ट)।

जैसा कि पहले बताया जा चुका है, दूसरे यौगिक से बनाए गए ठोस पदार्थ को व्युत्पन्न कहते हैं। साधारण तौर पर आरंभिक पदार्थ की मूल संरचना, व्युत्पन्न में भी बनी रहती है। व्युत्पन्न बनाने का चयन मुख्यतः अभिलक्षकीय समूह पर निर्भर करता है। एक आदर्श व्युत्पन्न वह है जिसे सरलता और शीघ्रतापूर्वक उच्च मात्रा में बनाया जा सके और जिसका आसानी के साथ शोधन किया जा सके। विरचित व्युत्पन्न का तीक्ष्ण और निश्चित गलनांक होना चाहिए। चयन किए गए व्युत्पन्न का गलनांक, विशिष्ट कार्बनिक वर्ग के दूसरे यौगिक के व्युत्पन्न से पर्याप्त भिन्न होना चाहिए। आइए, अब प्रत्येक अभिलक्षकीय समूह के परीक्षण की अलग-अलग चर्चा करें।

सारणी 4.1: सामान्य एक-अभिलक्षकीय कार्बनिक यौगिक

अभिलक्षकीय समूह	वर्ग	स्वभाव
(क) यदि C, H और O उपस्थित हों		
1. $\begin{array}{c} \text{H} \\   \\ -\text{C}=\text{O} \end{array}$	ऐल्डहाइड	उदासीन
2. $\begin{array}{c}   \\ -\text{C}=\text{O} \\   \\ \text{R}-\text{OH} \end{array}$	कीटोन ऐल्कोहॉल	उदासीन उदासीन
3. Ar-OH	फीनॉल	हल्का अम्लीय
4. $\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ -\text{C}-\text{OH} \end{array}$	कार्बोक्सिलिक	अम्लीय
5. $\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ -\text{C}-\text{O}- \end{array}$	अम्ल एस्टर	उदासीन
(ख) यदि C और H उपस्थित हों		
6. $-\text{C}=\text{C}-$	ऐल्कीन	उदासीन
7. $-\text{C}\equiv\text{C}-$	ऐल्काइन	उदासीन
8. Ar-R	ऐरीन	उदासीन
(ग) यदि C, H और X उपस्थित हों		
9. R-X, Ar-X	हालाइड	उदासीन
(घ) यदि C, H और N उपस्थित हों		
10. $\begin{array}{c} > \\ > \\ > \end{array} \text{N}$	ऐमीन	क्षारकीय
(ङ) यदि C, H, N और O उपस्थित हों		
11. $-\text{NO}_2$	नाइट्रो	उदासीन
12. $-\text{CONH}_2$	ऐमाइड	उदासीन

## 4.3 ऐल्डहाइड ( $\text{RCH}=\text{O}$ ) और कीटोन ( $\text{RCR}'=\text{O}$ )

ऐल्डहाइड और कीटानों दोनों में कार्बोनिल समूह ( $\text{>C}=\text{O}$ ) होता है। कार्बनिक रसायन पाठ्यक्रम (सी.एच.ई. -05) में आपने कार्बोनिल समूह की अभिक्रियाओं का अध्ययन किया था। इस इकाई में आपको ऐल्डहाइडों और कीटानों की पहचान करने के लिए प्रयुक्त परीक्षणों के बारे में बताया जाएगा।

### 4.3.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

#### क. ब्रैडी परीक्षण:

कार्बोनिल यौगिकों (ऐल्डहाइड और कीटोन) की 2,4- डाइनाइट्रोफेनिल हाइड्रोजीन (डी.एन.पी.) के साथ अभिक्रिया से क्रिस्टलीय उत्पाद 2, 4-डाइनाइट्रोफेनिल हाइड्रोजीन बनते हैं, जिसका नारंगी/पीला/लाल रंग होता है परीक्षण इस प्रकार किया जा सकता है:

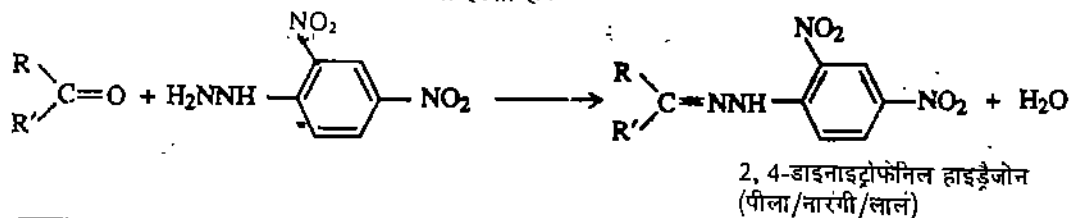
#### प्रक्रिया

0.5 g अज्ञात पदार्थ को एक परख नली में लेकर उसे जल अथवा एथेनॉल की कुछ बूंदों में घोल लें। 1 cm<sup>3</sup> ब्रैडी अभिकर्मक मिलाएं। अभिक्रिया मिश्रण को जल-अवगाह में कुछ मिनट तक गरम करने के बाद बर्फ में ठंडा कर लें। पीले/नारंगी/लाल रंग के क्रिस्टलीय अवक्षेप का बनना, ऐल्डहाइड अथवा कीटोन की उपस्थिति बतलाता है।

अवक्षेप के रंग से संकेत मिलता है कि किस प्रकार का कार्बोनिल यौगिक विद्यमान है।

अवक्षेप का रंग	यौगिक
पीला	संतृप्त कार्बोनिल
नारंगी	$\alpha, \beta$ -असंतृप्त कार्बोनिल
लाल	ऐरोमैटिक कीटोन और ऐल्डहाइड

ब्रैडी परीक्षण में इस प्रकार की अभिक्रिया होती है:

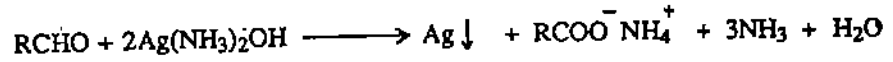


**ब्रैडी अभिकर्मक:** 1 g डी.एन.पी. को 5 cm<sup>3</sup> सान्द्र सल्फ्यूरिक अम्ल में घोलें। इस विलयन को धीरे-धीरे हिलाते हुए 7 cm<sup>3</sup> जल और 25 cm<sup>3</sup> एथेनॉल के मिश्रण में मिलाएं। बीच-बीच में ठंडा भी करते रहें। छानकर निलंबित ठोस को पृथक कर लें और निस्पंद का संभार विलयन के रूप में संग्रह कर लें।

#### ख. टॉलेन परीक्षण

यदि ब्रैडी परीक्षण सकारात्मक हो, तो ऐल्डहाइडों और कीटानों में टॉलेन परीक्षण द्वारा भेद किया जाता है। सकारात्मक टॉलेन परीक्षण ऐल्डहाइड की उपस्थिति बतलाता है। सामान्यतया कीटोन टॉलेन परीक्षण नहीं देते हैं किन्तु कुछ अपवाद भी हैं। उदाहरण के लिए ऐसीटोफीनोन और साइक्लोहेक्सानोन टॉलेन परीक्षण देते हैं। कुछ आसानी से ऑक्सीकृत होने वाले यौगिक (उदाहरणार्थ, कुछ फीनॉल, 2- नैफथेनॉल और ऐमीन) भी सकारात्मक टॉलेन परीक्षण देते हैं किन्तु ये डी.एन.पी. के साथ सकारात्मक परीक्षण नहीं देते।

टॉलेन अभिकर्मक में सिल्वर अमोनियम आयन  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$  रहता है। इस परीक्षण में ऐल्डहाइड का कार्बोडिसलिक अम्ल में ऑक्सीकरण और रजत आयन का मुक्त रजत में अपचयन हो जाता है। अभिक्रिया इस प्रकार होती है:



टॉलेन अभिकर्मक  
(रंगहीन)

रजत दर्पण  
अथवा  
काला अवक्षेप

### प्रक्रिया

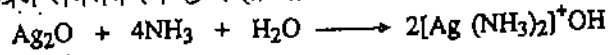
अज्ञात यौगिक की कुछ मात्रा (द्रव हो तो 2 बूंदें अथवा ठोस हो तो 0.05g) और ताज़ा बनाए गए टॉलेन अभिकर्मक का 1 cm<sup>3</sup> को एक स्वच्छ परख नली में लें। परख नली को हिलाकर 10 मिनट तक स्टैंड में रखें। यदि काला अवक्षेप अथवा परख नली की दीवारों पर रजत दर्पण उत्पन्न न हो, तो कुछ मिनट तक परख नली को जल-अवगाह में गरम करें। काले अवक्षेप अथवा रजत दर्पण का बनना ऐल्डिहाइड समूह की उपस्थिति बतलाता है।

### टॉलेन अभिकर्मक:

विलयन क: 2.5g सिल्वर नाइट्रेट को 40cm<sup>3</sup> आसुत जल में घोलें।

विलयन ख: 3g पोटैशियम हाइड्रॉक्साइड को 40 cm<sup>3</sup> आसुत जल में घोलें।

विलयन क और ख के समान आयतनों को मिलाएं। सफेद अवक्षेप (Ag<sub>2</sub>O) प्राप्त होता है। इसमें 30% सान्द्र अमोनिया विलयन को बूंद-बूंद करके तब तक मिलाएं, जब तक मिश्रण लगभग स्वच्छ न हो जाय।



टॉलेन अभिकर्मक को प्रयोग से ठीक पहले बनाना चाहिए क्योंकि काफी समय तक रखे रहने पर उसका अपघटन हो जाता है और सिल्वर नाइट्राइड (Ag<sub>3</sub>N) प्राप्त हो जाता है जो एक विस्फोटक ठोस है।

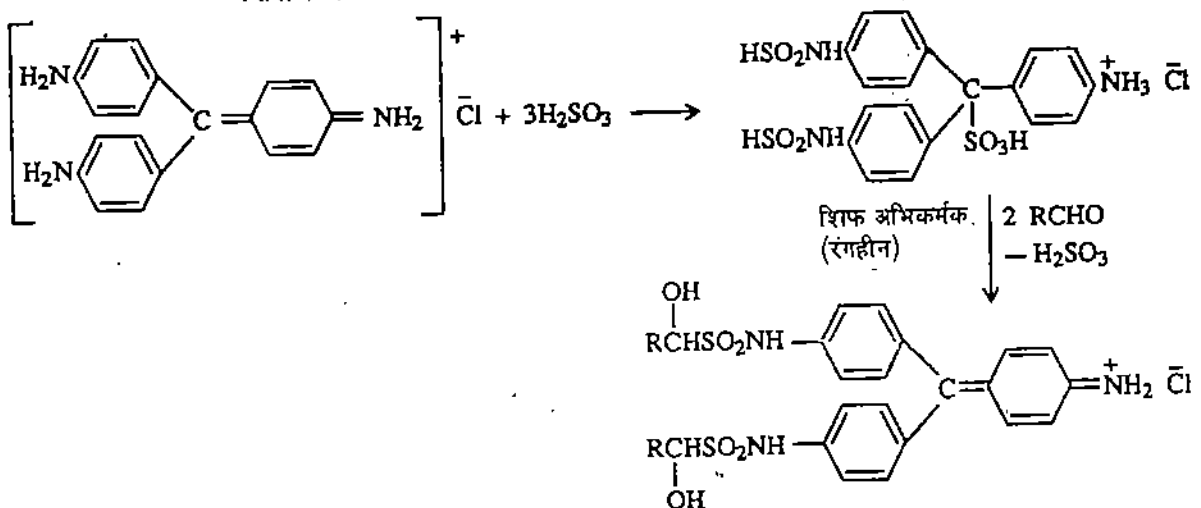
### ग. शिफ परीक्षण

ऐल्डिहाइड और कीटोन में भेद करने की अन्य विधि शिफ परीक्षण है। ऐल्डिहाइड सकारात्मक शिफ परीक्षण देते हैं जबकि कीटोन कोई अभिक्रिया नहीं करते। ऐल्डिहाइड, शिफ अभिकर्मक के साथ अभिलाक्षणिक मैजेंटा रंग उत्पन्न करते हैं। कुछ ऐरोमैटिक ऐल्डिहाइड (उदाहरणार्थ वैनिलिन) शिफ अभिकर्मक के साथ ऋणात्मक परीक्षण देते हैं। मेथिल कीटोन (CH<sub>3</sub>CO-) शिफ अभिकर्मक के रंग को बहुत धीरे-धीरे उत्पन्न करते हैं। आपकी परख नली क्षार और दुर्बल अम्लों के लवणों से मुक्त होनी चाहिए क्योंकि ऐल्डिहाइड की भांति ये भी शिफ अभिकर्मक के साथ लाल रंग उत्पन्न करते हैं। इस परीक्षण को नीचे दी गई विधि से कीजिए:

### प्रक्रिया

अज्ञात पदार्थ के 2 cm<sup>3</sup> अथवा उसके जलीय या ऐन्कोहॉली विलयन को एक परखनली में लें। इसमें 2 cm<sup>3</sup> शिफ अभिकर्मक मिलाकर 2 मिनट तक हिलाएं। शिफ अभिकर्मक को गरम ना करें क्योंकि गरम करने से ऐल्डिहाइड की अनुपस्थिति में भी गुलाबी रंग उत्पन्न हो जाता है। मदिरा-लाल अथवा बैंगनी रंग का प्रकट होना ऐल्डिहाइड समूह की उपस्थिति बतलाता है।

परीक्षण में अभिक्रिया-क्रम इस प्रकार होता है





### शिफ अभिकर्मक:

0.2 g *p*-रोजैनीलीन हाइड्रोक्लोराइड को पानी में सल्फर डाइऑक्साइड के संतृप्त विलयन के 20 cm<sup>3</sup> में घोलें। हिलाने के बाद कुछ घंटों तक स्थिर रहने दें, जब तक वह रंगहीन अथवा हल्का पीला न हो जाय। 200 cm<sup>3</sup> पानी मिलाकर तनु बना लें और छानकर स्वच्छ विलयन को पृथक करें लें।

गुणात्मक वर्गीकरण परीक्षण और व्युत्पन्नो का विवरण-

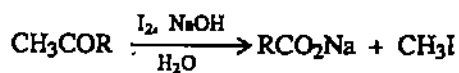
शिफ अभिकर्मक रखे रहने पर रंगीन हो जाता है। इसलिए यह आवश्यक है कि केवल रंगहीन शिफ अभिकर्मक का ही उपयोग किया जाय। शिफ अभिकर्मक को भली प्रकार डाट लगी बोतल में अंधेरे में रखें।

### घ. आयडोफॉर्म परीक्षण

आयडोफॉर्म परीक्षण मेथिल कीटोनो (CH<sub>3</sub>COR) और द्वितीयक मेथिल कार्बिनॉलो [CH<sub>3</sub>CH(OH)R] की पहचान करने के लिए उपयोगी है। यह परीक्षण, CH<sub>3</sub>CH(OH) समूह के लिए सकारात्मक है अतः कार्बिनॉल समूह की उपस्थिति की पुष्टि होने के बाद ही आयडोफॉर्म परीक्षण करना चाहिए। ऐथेनॉल, ऐसीटैल्डहाइड (ऐथेनॉल) CH<sub>2</sub>ICO और CH<sub>2</sub>CO-भी सकारात्मक आयडोफॉर्म परीक्षण देते हैं। यह परीक्षण ऐसीटिक अम्ल और कुछ अन्य समान यौगिकों के लिए नकारात्मक होता है। परीक्षण इस प्रकार करें:

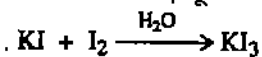
#### प्रक्रिया

0.5 cm<sup>3</sup> अज्ञात द्रव अथवा 3 cm<sup>3</sup> जल में 0.2 g ठोस को जलीय डाइऑक्सेन (2 cm<sup>3</sup> जल + 2 cm<sup>3</sup> डाइऑक्सेन) के साथ एक चौड़े मुँह की परख नली में धो लें। इसमें 1 cm<sup>3</sup> आयोडीन, पोटैशियम आयोडाइड विलयन और 3M सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन की कुछ बूंदें मिलाकर तब तक हिलाते रहें जब तक भूरा रंग लुप्त न हो जाय। बिना गरम किए शीघ्र आयडोमेथेन (आयडोफॉर्म, गलनांक 119°C) के हल्के पीले रंग के अवक्षेप का बनना सकारात्मक परीक्षण को निर्दिष्ट करता है। परीक्षण में निहित अभिक्रिया इस प्रकार होती है:



हल्का पीला अवक्षेप

**आयोडीन-पोटैशियम आयोडाइड अभिकर्मक:** इसे बनाने के लिए 50g पोटैशियम आयोडाइड और 25g आयोडीन को 200cm<sup>3</sup> आसुत जल में मिलाया जाता है। विलोडन के बाद स्वच्छ विलयन प्राप्त होता है। विलयन का गहरा भूरा रंग ट्राइआयोडाइड ऋणायन (I<sub>3</sub>) के बनने से उत्पन्न होता है।



### 4.3.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

व्युत्पन्नो को बनाने के लिए ऐल्डहाइडो और कीटोनो के कार्बिनॉल समूह को >C=NNHR, ऑक्सिम आदि दूसरे समूहों में परिवर्तित किया जाता है। कुछ सामान्य व्युत्पन्नो को बनाने की विधियां इस भाग में दी गई हैं।

#### प्रक्रिया

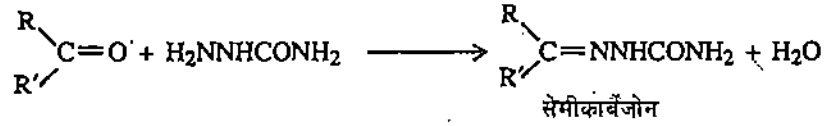
#### 1. 2,4-डाइनाइट्रोफेनिस हाइड्रैजोन

0.5 g अज्ञात कार्बिनॉल यौगिक को ऐथेनॉल की अल्प मात्रा के साथ मिलाकर उसमें 2, 4-डाइनाइट्रोहाइड्रैजोन अभिकर्मक के 2-3 cm<sup>3</sup> मिलाएं। मिश्रण को जल-अवसाह में 15-20 मिनट तक गरम करें। यदि तुरंत कोई अवक्षेप न बने तो उसे ठंडा करें। यदि अब भी कोई अवक्षेप न बने तो तब तक बूंद-बूंद जल मिलाएं जब तक अवक्षेप न बन जाय। प्राप्त ठोस को छान लें और जलीय मेथेनॉल (H<sub>2</sub>O और CH<sub>3</sub>OH के बराबर आयतन) से धो लें। ठोस को ऐथेनॉल अथवा एथिल ऐसीटेट से पुनःक्रिस्टलित करें। गलनांक नोट कर लें।

#### 2. ऐमीकाबैजोन

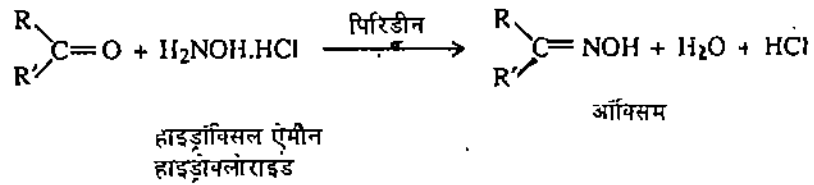
एक परख नली में 0.5 g सेमी कार्बेजाइड हाइड्रोक्लोराइड और 0.8 g सोडियम ऐसीटेट लेकर 5 cm<sup>3</sup> जल में घोलें। प्राप्त विलयन में 0.5 g अज्ञात यौगिक मिलाएं। यदि विलयन

स्वच्छ न हो, तो बूंद-बूंद करके एथेनॉल की न्यूनतम मात्रा मिलाएँ ताकि स्वच्छ विलयन प्राप्त हो जाय। मिश्रण को उबलते जल-अवगाह में 10-20 मिनट तक गरम करें और फिर बर्फ में ठंडा करके छान लें। उत्पाद को एथेनॉल, जलीय एथेनॉल, 'जल' अथवा बेन्ज़ीन से पुनःक्रिस्टलित करें।



### 3. ऑक्सिम: उच्च अणुभार वाले ऐलिडहाइडों और कीटोनों के व्युत्पन्न

एक छोटे गोल पेंदे के फ्लास्क में 0.5 g कार्बोनिल यौगिक, 0.5 g हाइड्रॉक्सिल ऐमीन हाइड्रोक्लोराइड, 3 cm<sup>3</sup> पिरिडीन और 3 cm<sup>3</sup> परिशुद्ध ऐल्कोहॉल मिलाएं। गोल पेंदे के फ्लास्क में पश्चवाही संघनित्र लगाकर मिश्रण का जल अवगाह में 2 घंटे तक पश्चवाहन करें। विलायक को उद्वाष्पित कर अवशेष को एथेनॉल अथवा जलीय एथेनॉल पुनःक्रिस्टलित करें



#### बोध प्रश्न 1

नीचे दिए गए यौगिकों में कौन से यौगिक सकारात्मक हैलोफॉर्म परीक्षण देंगे?

- क) C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COCH<sub>3</sub>, ख) CH<sub>3</sub>COOH, ग) CH<sub>3</sub>CHO  
घ) CH<sub>2</sub>ICOR, च) CH<sub>3</sub>COCH<sub>2</sub>COOR

## 4.4 ऐल्कोहॉल (R-OH)

आपने सिद्धांत पाठ्यक्रम में ऐल्कोहॉलों की अनेक अभिक्रियाओं का अध्ययन किया होगा। पिछले भाग में हमने देखा कि CH<sub>3</sub>CH(OH)- समूह वाले ऐल्कोहॉल सकारात्मक आयडोफॉर्म परीक्षण देते हैं। इस भाग में ऐल्कोहॉलों के परीक्षणों का अध्ययन किया जाएगा।

### 4.4.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

#### क. सेरिक अमोनियम नाइट्रेट परीक्षण

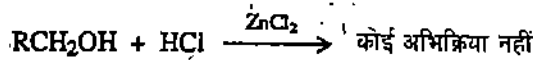
यह अभिकर्मक उन प्राथमिक, द्वितीयक और तृतीयक ऐल्कोहॉलों के लिए सकारात्मक परीक्षण देता है जिनमें कार्बन परमाणुओं की संख्या दस तक होती है। परीक्षण को सामान्य ताप पर करना चाहिए क्योंकि अभिकर्मक का गरम विलयन अनेक कार्बनिक यौगिकों को ऑक्सीकृत कर देता है।

#### प्रक्रिया

अज्ञात यौगिक के 0.2 g छेस अथवा 1 cm<sup>3</sup> द्रव को 1-2cm<sup>3</sup> जल में घोलकर विलयन बना लें और उसमें सेरिक अमोनियम नाइट्रेट की कुछ बूंदें मिलाएं। यदि अज्ञात यौगिक जल में अविलेय हो तो लगभग 1 cm<sup>3</sup> ऐसीटोन अथवा डाइऑक्सेन मिलाएं। लाल रंग प्राप्त होगा। यह प्राथमिक, द्वितीयक और तृतीयक ऐल्कोहॉलों की उपस्थिति बतलाता है।



iii) यदि धुंधलापन उत्पन्न न हो तो, प्राथमिक ऐल्कोहॉल उपस्थित है।



**ल्यूकैस-अभिकर्मक:**

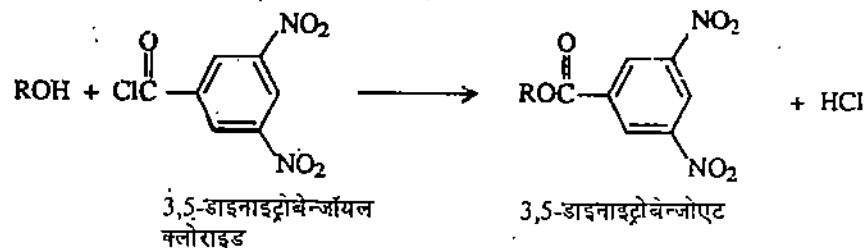
35 g निर्जल जिंक क्लोराइड को 25 cm<sup>3</sup> सान्द्र हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घोलें। हाइड्रोजन क्लोराइड की हानि से बचने के लिए बीच-बीच में ठंडा करते रहें।

**4.4.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न**

ऐल्कोहॉलों के कुछ महत्वपूर्ण व्युत्पन्नो को बनाने की विधियां नीचे दी गई हैं:

**1. 3, 5-डाइनाइट्रोबेन्जोएट व्युत्पन्न**

3,5-डाइनाइट्रोबेन्जॉयल क्लोराइड और ऐल्कोहॉल की परस्पर अभिक्रिया से संगत एस्टर (3, 5-डाइनाइट्रोबेन्जोएट) प्राप्त होता है। 3, 5-डाइनाइट्रोबेन्जोएट एस्टर, ऐल्कोहॉलों और फीनॉलों दोनों के उपयुक्त व्युत्पन्न हैं। इसमें होने वाली अभिक्रिया इस प्रकार है:

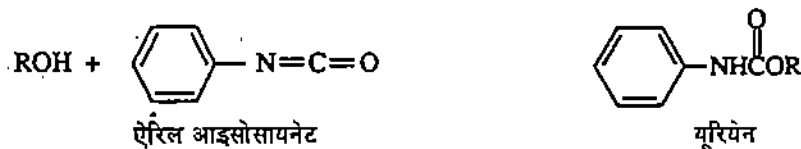


**प्रक्रिया**

0.5 g अज्ञात यौगिक को 5 cm<sup>3</sup> शुष्कपिरिडीन में घोलें और उसमें 3,5-डाइनाइट्रोबेन्जॉयल क्लोराइड के 1.2g मिलाएं। अभिक्रिया मिश्रण को लगभग 30 मिनट तक गरम करने के बाद 40 cm<sup>3</sup> हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में डाल दें। ठोस अथवा तैल-उत्पाद को पृथक कर लें और 15 cm<sup>3</sup> सोडियम कार्बोनेट विलयन (1M) के साथ विलोडित करें ताकि यदि 3,5-डाइनाइट्रोबेन्जोइक अम्ल बना हो तो, पृथक हो जाय। ठोस को छानकर पेट्रोलियम (60-80°C) एथेनॉल अथवा जलीय एथेनॉल के साथ पुनःक्रिस्टलित करें।

**2. 1-नैफथल यूरिथेन व्युत्पन्न**

इस व्युत्पन्न का उपयोग ऐल्कोहॉलों और फीनॉल के लिए किया जाता है। जब ऐरिल प्रतिस्थापित आइसोसायनेट, Ar N=C=O की ऐल्कोहॉल के साथ अभिक्रिया होती है, तो यूरिथेन प्राप्त होता है।



इसमें जल की आइसोसायनेट के साथ पार्श्व-अभिक्रिया होती है। पार्श्व अभिक्रिया से बचने के लिए, इस बात की सावधानी रखें कि ऐल्कोहॉल, निर्जल हो।

**प्रक्रिया**

0.5 g ऐल्कोहॉल, 1 cm<sup>3</sup> शुष्क पिरिडीन और 0.5 cm<sup>3</sup> नैफथलयूरिया को सूखी परख नली में लेकर मिश्रण को कुछ मिनट तक हिलाएं। यदि कोई अवक्षेप न बने तो 5 मिनट तक जल-अवगाह में धीरे-धीरे गरम करके मिश्रण को बर्फ में ठंडा करें। ठोस उत्पाद को छान लें। अपरिष्कृत व्युत्पन्न को पेट्रोलियम ईथर (40-60) से पुनःक्रिस्टलित करें (1-नैफथलयूरिया को छानकर पृथक कर लें जो पेट्रोलियम में अविलेय होता है।)

**बोध प्रश्न 2**

निम्नलिखित कथनों के सामने सही हो तो "स" और गलत हो तो "अ" लिखें।

- (ज.) द्वितीयक ऐल्कोहॉल के लिए सेरिक अमोनियम नाइट्रेट परीक्षण करने से लाल रंग प्राप्त होता है।
- (ख) ऐसीटिल क्लोराइड के साथ ऐल्कोहॉल की अभिक्रिया से एस्टर और हाइड्रोजन क्लोराइड प्राप्त होते हैं।
- (ग) ऐसीटिल क्लोराइड परीक्षण प्राथमिक, द्वितीयक और तृतीयक ऐल्कोहॉलों में भेद करने के लिए उपयोगी है।
- (घ) प्रतिस्थापित ऐल्कोहॉल और आइसोसायनेट की परस्पर अभिक्रिया से संगत एस्टर प्राप्त होता है।

गुणात्मक बर्गीकरण परीक्षण  
और व्युत्पत्तियों का विवरण-I

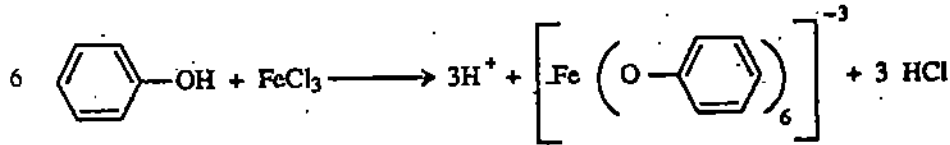
## 4.5 फीनॉल (ArOH)

जिन ऐरोमैटिक यौगिकों में हाइड्रॉक्सिल समूह (OH) सीधे बेन्ज़ीन वलय के साथ संलग्न रहता है, वे फीनॉल कहलाते हैं। इस भाग में फीनॉलों के अभिलक्षकीय समूह परीक्षण और उनके अभिलाक्षणिक व्युत्पत्तियों के विवरण का अध्ययन किया जाएगा।

### 4.5.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

क. फेरिक क्लोराइड परीक्षण: अधिकांश फीनॉलों की फेरिक क्लोराइड के साथ अभिक्रिया से रंग उत्पन्न होता है। जो फीनॉल जलीय और ऐल्कोहॉली विलयन में रंग उत्पन्न नहीं करते, वे एक बूंद पिरिडीन मिलाने के बाद क्लोरोफॉर्म के साथ रंग उत्पन्न करते हैं। कुछ फीनॉल रंग उत्पन्न करते ही नहीं। इसलिए नकारात्मक परीक्षण को सच नहीं मान लेना चाहिए जब तक अन्य समर्थक सूचना उपलब्ध न हो।

इस परीक्षण में होने वाली अभिक्रिया नीचे दी गई है:



#### प्रक्रिया

0.5 g अज्ञात यौगिक को 1-2 cm<sup>3</sup> जल में घोलें (अथवा यदि यौगिक जल में विलेय न हो, तो जल और 95% एथेनॉल के मिश्रण में घोलें) तथा उसमें उदासीन और अत्यंत तनु (1%) फेरिक क्लोराइड विलयन की कुछ बूंदें मिलाएं। नीचे दिए गए विभिन्न प्रकार के रंग, फीनॉलिक -OH की उपस्थिति बतलाते हैं।

#### यौगिक

फीनॉल, *o*-क्रीसॉल  
*p*-क्रीसॉल, क्विनॉल  
*m*-क्रीसॉल,  $\alpha$ -नैफ्थॉल (ऐल्कोहॉली)  
रिसर्सिनॉल  
2-नैफ्थॉल (जलीय)  
2-नैफ्थॉल (ऐल्कोहॉली)

रंग  
बैंगनी  
नीला  
नीला-बैंगनी  
-  
-  
हरा

OH  
|  
इनॉल (R'C=CHR') भी  
FeCl<sub>3</sub> के साथ विभिन्न प्रकार के  
रंग उत्पन्न करते हैं।

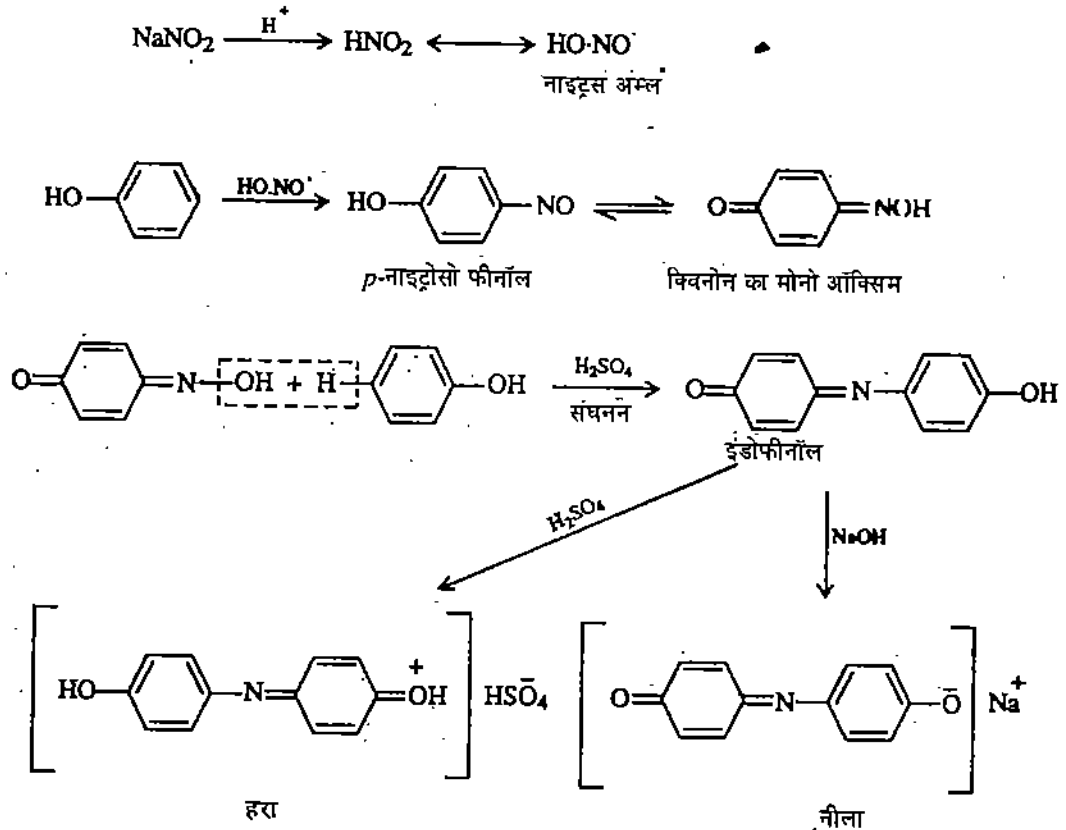
फीनॉल संकुल संभवतः  
अपसहसंयोजी यौगिक होते हैं  
जिनमें लोह घट्ट संयोजक होता है।

निम्नलिखित यौगिक फेरिक क्लोराइड के साथ कोई अभिक्रिया नहीं करते हैं:

- (i) पिक्रिक अम्ल

**ख. लीबेरमान परीक्षण**

सोडियम नाइट्राइट के कुछ क्रिस्टल और 0.5 g फीनॉल को एक सूखी परख नली में लें। मिश्रण को 30 सेकेंड तक धीरे-धीरे गरम करने के बाद ठंडा कर लें। और फिर 0.5 cm<sup>3</sup> सान्द्र सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाएं। हिलाने पर गाढ़ा हरा अथवा नीला रंग उत्पन्न होता है। मिश्रण में पानी मिलाकर तनु कर लें, रंग बदलकर लाल हो जाता है। अब पर्याप्त मात्रा में तनु सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन मिलाएं। हरा अथवा नीला रंग फिर से प्राप्त हो जाता है। इंडोफीनॉल के लवण से बनने से रंग उत्पन्न होता है। परीक्षण में इस प्रकार की अभिक्रियाएं होती हैं:



ग. सेरिक अमोनियम नाइट्रेट: सेरिक अमोनियम नाइट्रेट का भी फीनॉलों के गुणात्मक परीक्षण के लिए उपयोग हो सकता है। इस परीक्षण की प्रायोगिक प्रक्रिया वही है जो 4.4.1 क में ऐल्कोहॉलों के लिए बताई गई है।

**4.5.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न**

ऐल्कोहॉलों के लक्षण-वर्णन के लिए प्रयुक्त अनेक व्युत्पन्नो का फीनॉलों के लिए भी सफलतापूर्वक उपयोग हो सकता है। फीनॉलों को बनाने की सामान्य विधियां इस प्रकार हैं:

**1. 3, 5-डाइनाइट्रोबेन्जोएट व्युत्पन्न**

4.3.2 (1) के अंतर्गत वर्णित विधि से बनाइए।

**2. 1-नैफ्थल यूरियेन व्युत्पन्न**

4.3.2 (2) के अंतर्गत वर्णित विधि से बनाइए।

**बोध प्रश्न 3**

(क) नीचे दिए गए यौगिकों में कौन-सा यौगिक  $\text{FeCl}_3$  के साथ रंग उत्पन्न करेगा:

- i *p*-क्रीसॉल
- ii फीनॉल
- iii रिसॉर्सिनॉल

- iv 2-नैफ्थॉल (ऐल्कोहॉली)
- (ख) नीचे दिए गए यौगिकों में से कौन सा यौगिक  $\text{FeCl}_3$  के साथ क्रिया नहीं करेगा:
- पिक्रिक अम्ल
  - o-क्रीसॉल
  - क्विनॉल
  - $\alpha$ -नैफ्थॉल (ऐल्कोहॉली)

## 4.6 कार्बोक्सिलिक अम्ल $\text{RCOOH}$

कार्बोक्सिलिक अम्लों को  $\text{RCOOH}$  सामान्य सूत्र द्वारा निरूपित किया जा सकता है।  $-\text{COOH}$  समूह को कार्बोक्सिलिक अम्ल समूह कहते हैं। यौगिक में कार्बोक्सिलिक अम्ल की उपस्थिति निम्नलिखित परीक्षणों द्वारा सुनिश्चित की जाती है:

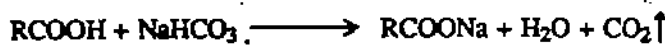
### 4.6.1 अभिलक्षणीय समूह परीक्षण

#### (क) सोडियम बाइकार्बोनेट परीक्षण

कार्बोक्सिलिक अम्ल समूह एक सर्वोत्तम परीक्षण क्षारकीय विलयन में विलयता है। कार्बोक्सिलिक अम्लों की सोडियम बाइकार्बोनेट के साथ अभिक्रिया से कार्बन डाइऑक्साइड मुक्त होती है।

#### प्रक्रिया

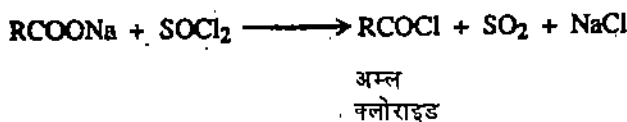
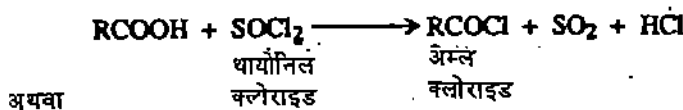
0.2 g अज्ञात यौगिक को परख नली में लेकर उसमें 5% जलीय सोडियम बाइकार्बोनेट का  $1\text{cm}^3$  मिलाएं। बुदबुद के साथ तेजी से कार्बन डाइऑक्साइड का उत्पन्न होना, कार्बोक्सिलिक अम्ल की उपस्थिति बतलाता है।



### 4.6.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

अम्लों के सामान्य व्युत्पन्न इस प्रकार हैं: ऐमाइड, ऐनिलाइड, p-टॉलूडाइड, फीनेसिल, एस्टर और S-बेन्जिल आइसोथायोरिनियम लवण। नीचे ऐमाइडों, ऐनिलाइडों और p-टॉलूडाइडों का प्रायोगिक विवरण दिया गया है।

ऐमाइडों, ऐनिलाइडों और p-टॉलूडाइडों को बनाने के लिए उनके संगत अम्ल क्लोराइडों की क्रमशः अमोनिया, ऐनिलीन अथवा p-टॉलूडीन के साथ अभिक्रिया की जाती है। ऐमाइडों की अपेक्षा ऐनिलाइडों और p-टॉलूडाइडों को बनाना अधिक लाभदायक होता है, क्योंकि ऐमाइड जल में अधिक विलय होते हैं इसलिए उन्हें पृथक करना कठिन होता है। अम्ल क्लोराइडों को अम्ल अथवा उसके लवण और थायोनिल क्लोराइड से बनाया जाता है।



अम्ल क्लोराइड से ऐमाइड, ऐनिलाइड अथवा p-टॉलूडाइड बनाए जाते हैं। अतः आइए, पहले अम्ल-क्लोराइड के विरचन के बारे में पढ़ें।

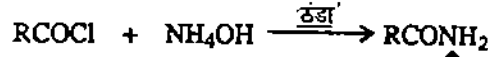
#### अम्ल क्लोराइड का विरचन

एक छोटे ग्लेस गैरे के फ्लास्क में 1 g अम्ल,  $2\text{cm}^3$  थायोनिल क्लोराइड और

डाइमेथिलफॉर्ममाइड की 5 वृंदे मिलाएं। एक पश्चवाही संघनित्र जोड़कर 30 मिनट तक गरम करें। फ्लास्क की तली में अम्ल-क्लोराइड का अवक्षेप प्राप्त होगा। अम्ल क्लोराइड युक्त इस मिश्रण का उपयोग ऐमाइड, ऐनिलाइड अथवा *p*-टॉलूडाइड बनाने के लिए किया जाता है जैसाकि नीचे बताया गया है:

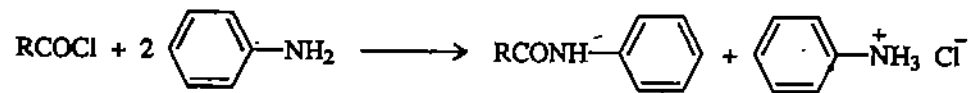
सान्द्र NH<sub>4</sub>OH को अत्यंत सावधानी के साथ मिलाएं क्योंकि तीव्र अभिक्रिया होती है।

1. ऐमाइड व्युत्पन्न को बनाना  
अम्ल क्लोराइड वाले उपर्युक्त मिश्रण के 2 g में 15 cm<sup>3</sup> हिमशीतित सान्द्र NH<sub>4</sub>OH मिलाएं। तीव्र अभिक्रिया होती है। ठोस को छानकर जल अथवा जलीय एथेनॉल से पुनःक्रिस्टलित कर लें।



2. *p*-टॉलूडाइड और ऐनिलाइड व्युत्पन्न

एक 100 cm<sup>3</sup> आयतन वाले शंक्वाकार फ्लास्क में 2 g अपरिष्कृत अम्ल क्लोराइड लेकर उसे 5 cm<sup>3</sup> ऐसीटोन में घोलें। इसमें (ऐसीटोन में घुला) 1 g *p*-टॉलूडीन मिलाएं। मिश्रण को कुछ मिनटों तक हिलाकर 50 cm<sup>3</sup> NaOH मिलाएं। ठोस *p*-टॉलूडाइड को छान लें। *p*-टॉलूडाइड को जल से धोकर, एथेनॉल से पुनःक्रिस्टलित कर लें।



यदि ऐनिलाइड बनाना हो, तो *p*-टॉलूडाइन के स्थान पर ऐनिलीन का उपयोग करें।

बोध प्रश्न 4

रिक्त स्थान भरिए:

- (क) कार्बोक्सिलिक अम्ल की सोडियम वाइकार्बोनेट के साथ अभिक्रिया में ..... मुक्त होता है।  
 (ख) अम्ल क्लोराइड की अमोनिया के साथ अभिक्रिया से ..... प्राप्त होता है।  
 (ग) कार्बोक्सिलिक अम्ल की ..... के साथ अभिक्रिया से ऐनिलाइड प्राप्त होते हैं।

## 4.7 एस्टर (RCOR)

कार्बनिक अम्ल एल्कोहॉल के परस्पर अभिक्रिया से प्राप्त उत्पाद को एस्टर कहते हैं। अनेक एस्टरों की अभिलाक्षणिक गंध होती है। फलों और फूलों की आकर्षक गंध का कारण भी उनमें एस्टरों की उपस्थिति है। प्रकृति में पाए जाने वाले कुछ एस्टर और उनकी गंध नीचे दी गई है:

कुछ एस्टर और उनकी गंध

नाम	पेन्टिल ऐसीटेट	ऑक्टिल ऐसीटेट	मेथिल व्यूटिरेट	एथिल ट्राइटिरेट
गंध	केले के समान	संतरे के समान	सेब के समान	अनन्नास के समान

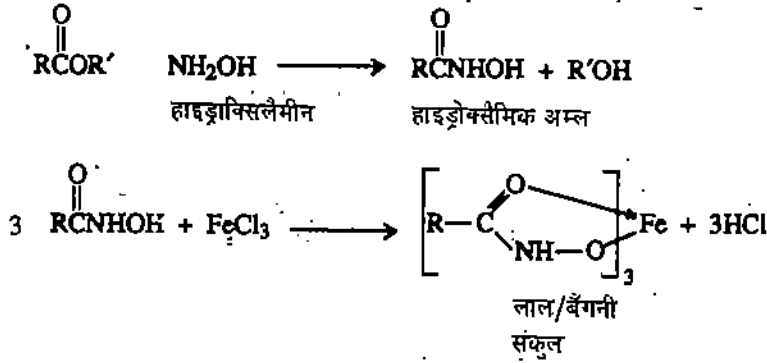


## 4.7.1 अभिलक्षणीय समूह परीक्षण

### क. हाइड्रोक्सैमिक अम्ल परीक्षण

यदि कोई उदासीन यौगिक (जिसमें C, H, O हों) ऐल्डिहाइडों और कीटोनों का DNP परीक्षण न दे तो वह एस्टर अथवा अम्ल ऐनहाइड्राइड हो सकता है।

एस्टरों की हाइड्रोक्सैमिक अम्ल के साथ अभिक्रिया से हाइड्रोक्सैमिक अम्ल बनते हैं जो Fe(III) फेरिक क्लोराइड के साथ संकुल बनाकर बैंगनी अथवा गहरा लाल रंग उत्पन्न करते हैं। कार्बोक्सिलिक अम्ल, ऐनहाइड्राइड, ऐसिल हैलाइड और फीनॉली अथवा ईनाली यौगिक इस परीक्षण के साथ बाधा उत्पन्न कर सकते हैं। किन्तु जलीय सोडियम हाइड्रोक्साइड में विलेयता के कारण इन यौगिकों को वर्जित किया जा सकता है।



अज्ञात यौगिक की 2-3 बूँदें अथवा 0.2 g एक क्वथन-नली में लेकर उसमें 0.2 g ठोस हाइड्रोक्सैमिक अम्ल हाइड्रोक्लोराइड और 10% NaOH विलयन के 5 cm<sup>3</sup> मिलाएं। मिश्रण के बाद तनु हाइड्रोक्लोरिक अम्ल कर लें और 5% जलीय क्लोराइड की 2-3 बूँद मिलाएं। हाइड्रोक्सैमिक अम्ल के फेरिक संकुल बनने से बैंगनी अथवा गहरा लाल रंग उत्पन्न होता है जो एस्टर की उपस्थिति बतलाता है।

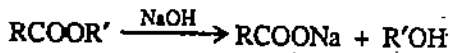
### ख. जल-अपघटन परीक्षण:

अधिकांश एस्टरों का धीरे-धीरे जल-अपघटन होता है। ऐनहाइड्राइडों का जल-अपघटन शीघ्र होता है।

एक परख नली में 0.5 g एस्टर का 2 cm<sup>3</sup> एथेनॉल में घोलकर उसमें 2-3 बूँदें तनु मेथेनॉलिक पोटैशियम हाइड्रोक्साइड और 2 बूँद फीनॉल्फुथैलीन मिलाएं। दूसरी परख नली में इसी प्रकार का मिश्रण तैयार करें किन्तु एस्टर न मिलाएं। दोनों परख नलियों में गुलाबी रंग प्राप्त होता है।

अब दोनों परख नलियों को 5 मिनट तक उबलते जल में डालें। पहले परीक्षण विलयन का गुलाबी रंग लुप्त हो जाता है जबकि दूसरे में बना रहता है। इससे दिए गए नमूने में एस्टर समूह की उपस्थिति का संकेत मिलता है।

जब एस्टर के जल-अपघटन में क्षार का उपयोग हो जाता है, तो गुलाबी रंग लुप्त हो जाता है। फीनॉल्फुथैलीन, अम्लीय माध्यम में रंगहीन और क्षारकीय माध्यम में गुलाबी रंग देता है।

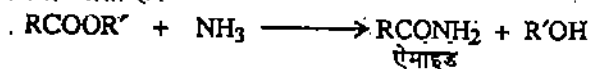


## 4.7.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

एस्टरों की पहचान उनके ऐमाइड व्युत्पन्न और प्रायः उनके जल-अपघटन उत्पादों (ऐल्कोहॉली और अम्लीय भागों) द्वारा की जाती है।

### 1. ऐमाइड व्युत्पन्न

परख नली में लगभग 0.5 g एस्टर, 10-15 cm<sup>3</sup> जल और 4-5 cm<sup>3</sup> सान्द्र अमोनिया लेकर भली-भांति हिलाएं। ऐमाइड का अवक्षेप प्राप्त होता है जिसे छानने के बाद जल से धोकर सुखा लिया जाता है।



## 2. एस्टरों का जल-अपघटन और घटकों का पृथक्करण

एस्टरों के जल-अपघटन से जनक अम्ल और ऐल्कोहॉल अथवा फीनॉल उत्पन्न होते हैं। उन्हें पृथक् कर लिया जाता है। वे व्युत्पन्नों का काम करते हैं अथवा उनके और व्युत्पन्न बनाए जाते हैं।

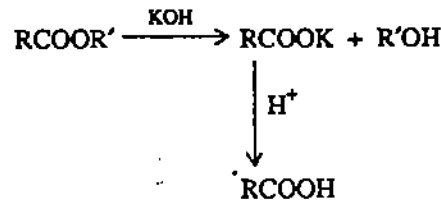
एक गोल पेंदे के फ्लास्क में 20% मेथेनोलिक पोटैशियम हाइड्रॉक्साइड के 4 g और 30 cm<sup>3</sup> पोटैशियम हाइड्रॉक्साइड लें और जल-अपघटन पूरा होने तक वाहन (refluxing) करें। अभिक्रिया-मिश्रण की प्रतीति में परिवर्तन अथवा उसकी गंध से अभिक्रिया के पूरा होने का संकेत मिलता है। फ्लास्क को ठंडा होने दें और उसके बाद नीचे दी गई विधि के अनुसार आगे बढ़ें:

(क) यदि ठोस अवक्षेपित हो तो:

- उसे छान लें और मेथेनॉल से धो लें तथा अम्ल अथवा फीनॉल के लिए पहचान करें (उपयुक्त व्युत्पन्न बनाएं)।  
निस्यंद से मेथेनॉल को पृथक् कर लें तथा द्रव ऐल्कोहॉल अथवा फीनॉल के लिए पहचान करें (व्युत्पन्न बनाएं)।

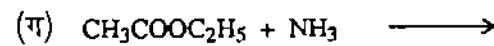
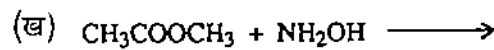
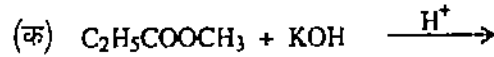
(ख) यदि समांगी विलयन बने तो

मेथेनॉल को जल-अवगाह में आसवित करें। ठंडा करने के बाद अवशेष को डाइएथिल ईथर के साथ निष्कर्षित करें। ईथर निष्कर्ष को निर्जल सोडियम सल्फेट के ऊपर सूखाएं। ईथर को उद्वाष्पित करने के बाद अवशेष की ऐल्कोहॉलों के लिए पहचान करें। ईथर अविलेय अवशेष की कार्बोक्सिलिक अम्लों के लिए पहचान करें। एस्टर का जल अपघटन इस प्रकार होता है,



### बोध प्रश्न 5

निम्नलिखित अभिक्रियाओं को पूरा करें:



## 4.8 बोध प्रश्नों के उत्तर

- क, ग और घ
- (क) स; (ख) स; (ग) ग; (घ) ग;
- (क) चारों  
(ख) i
- (क) कार्बन डाइऑक्साइड  
(ख) ऐमाइड  
(ग) ऐनिलीन
- (क)  $\text{C}_2\text{H}_5\text{COOH} + \text{CH}_3\text{OH}$   
(ख)  $\text{CH}_3\text{CONHOH} + \text{CH}_3\text{OH}$   
(ग)  $\text{CH}_3\text{CONH}_2 + \text{C}_2\text{H}_5\text{O}^-\text{H}$

## इकाई 5 गुणात्मक वर्गीकरण परीक्षण और व्युत्पन्नों का विरचन-II

### इकाई की रूपरेखा

- 5.1 प्रस्तावना  
उद्देश्य
- 5.2 ऐल्कीन और ऐल्काइन  
अभिलक्षकीय समूह परीक्षण
- 5.3 ऐल्किल हैलाइड  
अभिलक्षकीय समूह परीक्षण  
अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न
- 5.4 ऐरोमैटिक हाइड्रोकार्बन और हैलाइड  
अभिलक्षकीय समूह परीक्षण  
अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न
- 5.5 ऐमीन  
अभिलक्षकीय समूह परीक्षण  
अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न
- 5.6 नाइट्रो यौगिक  
अभिलक्षकीय समूह परीक्षण  
अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न
- 5.7 ऐमाइड  
अभिलक्षकीय समूह परीक्षण  
अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न
- 5.8 प्रतिदर्श प्रयोग  
2-नैफथॉल की पहचान  
०-ऐनिसिडीन की पहचान
- 5.9 उत्तर
- 5.10 परिशिष्ट

### 5.1 प्रस्तावना

इकाई 4 में उन कार्बनिक यौगिकों के गुणात्मक विश्लेषण की चर्चा की गई थी जिनमें कार्बन, हाइड्रोजन और ऑक्सीजन तत्व होते हैं। इस इकाई में ऐसे यौगिकों के अभिलक्षकीय समूहों का परीक्षण किया जाएगा जिनमें,

1. कार्बन और हाइड्रोजन के अतिरिक्त कुछ में हैलोजन भी होते हैं, जैसे—ऐल्कीन, ऐल्काइन, ऐल्किल हैलाइड, ऐरोमैटिक हाइड्रोकार्बन, हैलो ऐरीन,
2. कार्बन, हाइड्रोजन और नाइट्रोजन होते हैं, जैसे-ऐरीन,
3. कार्बन, हाइड्रोजन, नाइट्रोजन और ऑक्सीजन होते हैं, जैसे—नाइट्रो-यौगिक और ऐमाइड।

### उद्देश्य

इस इकाई के अध्ययन के बाद आप निम्नलिखित यौगिकों का परीक्षण कर सकेंगे और उनके व्युत्पन्न प्राप्त कर सकेंगे:

- ऐल्कीन और ऐल्काइन
- हैलोऐल्केन
- ऐरोमैटिक हाइड्रोकार्बन और हैलोऐरीन

- ऐमीन
- नाइट्रो-यौगिक, और
- ऐमाइड।

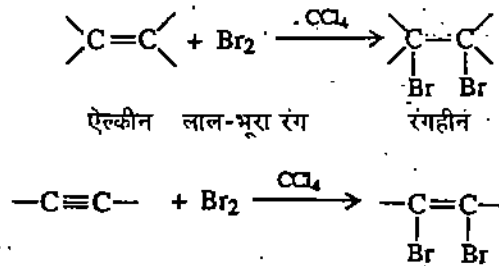
## 5.2 ऐल्कीन ( $>C = C<$ ) और ऐल्काइन ( $-C \equiv C-$ )

### 5.2.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

ऐल्कीन और ऐल्काइन दो सामान्य प्रकार के असंतृप्त यौगिक हैं जिनमें अभिलक्षकीय समूह के रूप में क्रमशः कार्बन-कार्बन द्विआबंध और त्रिआबंध होते हैं। हाइड्रोजनकार्बनों के ठोस व्युत्पन्न बनाने की कोई सरल विधियां नहीं हैं। उनके गुणात्मक परीक्षण उनके द्वारा इलेक्ट्रॉनस्नेही संयोजन अभिक्रियाएं करने की क्षमता पर आधारित हैं, जो इस प्रकार हैं:

#### क. ब्रोमीन विलयन का विरंजीकरण

ब्रोमीन, असंतृप्त यौगिक के साथ संयुक्त होकर रंगहीन संयोजन उत्पाद बनाता है। इस अभिक्रिया में ब्रोमीन का अभिलाक्षणिक गहरा लाल भूरा रंग लुप्त हो जाता है बशर्ते ब्रोमीन को पर्याप्त मात्रा में न मिलाया जाय।

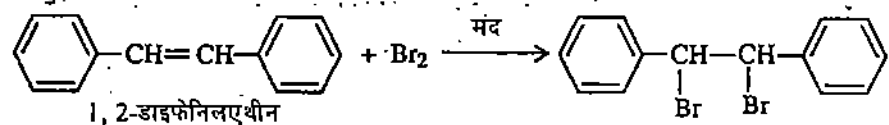


#### प्रक्रिया

1 cm<sup>3</sup> कार्बन टेट्राक्लोराइड के साथ अज्ञात यौगिक के 0.05 g अथवा 2-3 बूंदें मिलाकर एक परख नली में लें। 5 प्रतिशत ब्रोमीन की 2 बूंदें कार्बन टेट्राक्लोराइड में मिलाकर इसमें डालें। हाइड्रोजन ब्रोमाइड के उत्पन्न हुए बिना ब्रोमीन का लाल-भूरा रंग लुप्त हो जाता है। इससे ऐल्कीन अथवा ऐल्काइन की उपस्थिति का संकेत मिलता है।

किन्तु ब्रोमीन परीक्षण से ऐल्कीन अथवा ऐल्काइन की उपस्थिति की पुष्टि नहीं होती है। ब्रोमीन विलयन के साथ बेयर परीक्षण करना अनिवार्य है, क्योंकि

- अभिक्रियाशील ऐरोमैटिक बलय, इनाॅल आदि यौगिक भी संदिग्ध ब्रोमीन परीक्षण देते हैं जिनका ब्रोमीन द्वारा तीव्र प्रतिस्थापन होता है और फलस्वरूप हाइड्रोजन ब्रोमाइड उत्पन्न होता है।
- सभी ओलिफिनी यौगिक, ब्रोमीन के साथ अभिक्रिया नहीं करते और कुछ ऐल्कीन बहुत धीरे-धीरे अभिक्रिया करते हैं। उदाहरण के लिए

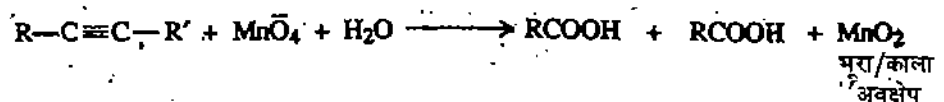
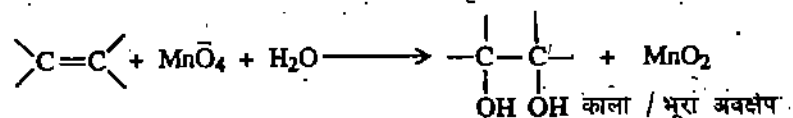


- ऐसीटोन (प्रोपेनोन) भी ब्रोमीन विलयन को आसानी से विरंजित कर देता है।

#### ख. बेयर परीक्षण

$-HC = O$ , फीनॉल आदि आसानी से ऑक्सीकृत होने वाले समूह भी बेयर-परीक्षण देते हैं।

इस परीक्षण में जलीय पोटैशियम परमैंगनेट, ऐल्कीनों को 1, 2-डाइऑलॉ (ग्लाइकॉल) में और ऐल्काइनों को कार्बोक्सिलिक अम्लों में ऑक्सीकृत कर देता है।



अभिक्रिया के दौरान परमैंगनेट नष्ट हो जाता है और भूरा अवक्षेप ( $MnO_2$ ) प्राप्त होता है। परमैंगनेट आयन के अभिलाक्षणिक रंग का लुप्त हो जाना, असंतृप्त हाइड्रोकार्बन का सकारात्मक परीक्षण होता है।

गुणात्मक वर्गीकरण परीक्षण  
और व्युत्पन्नों का विवरण-II

### प्रक्रिया

यौगिक की 2, 3 बूँदें अथवा 0.05 g को 3 cm<sup>3</sup> जल में घोलकर उसमें जलीय पोटैशियम परमैंगनेट (0.1M) की कुछ बूँदें मिलाएं। ठंडे में बैंगनी रंग आसानी से लुप्त हो जाता है और मैंगनीज डाइऑक्साइड का भूरा/काला अवक्षेप उत्पन्न होता है।

### बोध प्रश्न 1

रिक्त स्थानों में उपयुक्त शब्द लिखिए

- अम्लीय पोटैशियम परमैंगनेट के साथ व्यूटाइन के ऑक्सीकरण से ..... प्राप्त होता है।
- घोषीन के साथ एथीन की अभिक्रिया से ..... प्राप्त होता है।
- घोषीन के साथ ..... की बहुत धीरे-धीरे अभिक्रिया होती है।

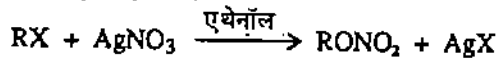
## 5.3 ऐल्किल हैलाइड (RX)

### 5.3.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

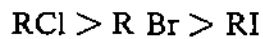
ऐल्किल हैलाइड तीन प्रकार के होते हैं: प्राथमिक ( $RCH_2Cl$ ), द्वितीयक ( $R_2CHCl$ ) और तृतीयक ( $RC_3Cl$ )। यदि अज्ञात यौगिक, हैलोजन के लिए सकारात्मक परीक्षण दे (संगलन परीक्षण से) तो हैलोजन के स्वभाव को अभिलक्षकीय समूह परीक्षण द्वारा निर्धारित किया जा सकता है जिसमें हैलोजनों का विस्थापन होता है। हैलोजनों के विस्थापन के भिन्न-भिन्न परीक्षण हैं, जैसे-सिल्वर नाइट्रेट के साथ अभिक्रिया, एथेनॉली पोटैशियम हाइड्रॉक्साइड के साथ अभिक्रिया, हैलोजन विनिमय अभिक्रिया ( $NaI +$  प्रोपेनोन)। यह सिल्वर नाइट्रेट परीक्षण का विस्तृत उल्लेख किया जाएगा।

### ऐल्कोहॉली सिल्वर नाइट्रेट परीक्षण

ऐल्कोहॉली सिल्वर नाइट्रेट के साथ ऐल्किल हैलाइड की अभिक्रिया से ऐल्किल नाइट्रेट और सिल्वर हैलाइड प्राप्त होते हैं। यह प्रतिस्थापन अभिक्रिया का उदाहरण है।



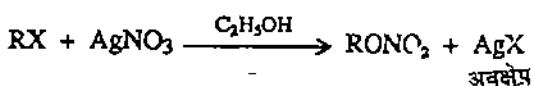
ऐसी अभिक्रिया  $S_N1$  प्रकार की होती है और विभिन्न हैलाइडों का अभिक्रियाशीलता क्रम इस प्रकार है:



किसी दिए गए हैलोजन परमाणु के लिए  $AgNO_3/C_2H_5OH$  की अभिक्रियाशीलता इस क्रम में घटती जाती है: तृतीयक हैलाइड > द्वितीयक हैलाइड > प्राथमिक हैलाइड। साधारण रूप से एथेनॉली सिल्वर नाइट्रेट के ऐरोमैटिक हैलाइड गरम करने पर अभिक्रिया नहीं करते हैं।

### प्रक्रिया

2 प्रतिशत एथेनॉली सिल्वर नाइट्रेट विलयन के 2 cm<sup>3</sup> एक परख नली में लें। इस विलयन में अज्ञात यौगिक की 1-2 बूँदें मिलाएं और मिश्रण को सामान्य ताप पर 2-3 मिनट तक स्थिर रहने दें। अवक्षेप का बनना, ऐल्किल हैलाइड का सकारात्मक परीक्षण होता है। यदि कोई अवक्षेप न बने तो अभिक्रिया मिश्रण को जल-अवगाह में कुछ मिनटों तक गरम करें। यदि अवक्षेप बने तो उसका रंग नोट करें। सिल्वर क्लोराइड का सफेद, सिल्वर ब्रोमाइड का हल्का पीला और सिल्वर आयोडाइड का पीला रंग होता है।



X = Cl सफेद  
= Br हल्का पीला  
= I पीला

कुछ कार्बनिक अम्ल भी अविलय सिल्वर लवण बनाते हैं। किन्तु वे 5 प्रतिशत नाइट्रिक अम्ल में विलय होते हैं जबकि सिल्वर हैलाइड तनु नाइट्रिक अम्ल में अविलय होते हैं। ऐल्किल हैलाइड की उपस्थिति की पुष्टि के लिए उपर्युक्त परख लनी में 5 प्रतिशत नाइट्रिक अम्ल की 2 बूंद मिलाएं। यदि अवक्षेप अविलय हो, तो ऐल्किल हैलाइड की उपस्थिति व्यक्त होती है।

### 5.3.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

#### S-ऐल्किल आइसोथायोयूरोनियम पिक्नेट

0.5 g पोटेशियम आयोडाइड मिलान से ऐल्किल क्लोराइड बहुधा अधिक शीघ्रतापूर्वक अभिक्रिया करते हैं (50-60 मिनट)

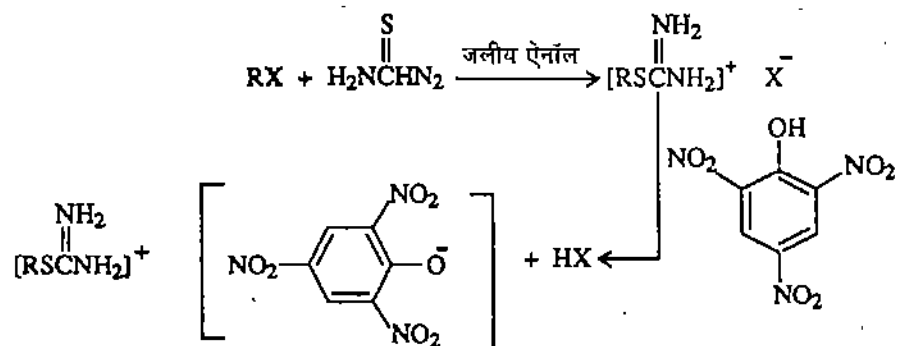
व्युत्पन्न बनाने की दृष्टि से यह माना जाता है कि ऐल्किल हैलाइड अपेक्षाकृत अक्रिय यौगिक होते हैं। प्राथमिक और द्वितीय हैलाइड (ऐल्किल ब्रोमाइड और आयोडाइड) की थायोयूरिया के साथ अभिक्रिया से क्रिस्टलीय ऐल्किल आइसोथायोयूरोनियम लवण बनाते हैं जिनके तीक्ष्ण गलनांक होते हैं। ऐल्किल क्लोराइड बहुत धीरे-धीरे अभिक्रिया करते हैं और व्युत्पन्न की लब्धि बहुत कम होती है। तृतीयक हैलाइडों का 'विलोपन' (elimination) हो जाता है अतः तृतीयक हैलाइडों के ऐसे व्युत्पन्न नहीं बनाए जा सकते हैं।

S-ऐल्किलआइसोथायोयूरोनियम पिक्नेट को बनाने की विधि का वर्णन नीचे किया गया है।

#### प्रक्रिया

1.5 g थायोयूरिया को एक परख नली में लेकर उसे 4 cm<sup>3</sup> जल में घोलें। इस विलयन में 1 g ऐल्किल हैलाइड और 4 cm<sup>3</sup> एथेनॉल मिलाएं। ऐल्किल क्लोराइड के मामले में 1 g पोटेशियम आयोडाइड भी मिलाएं। समान्गी विलयन बनाने के लिए मिश्रण को भाप-अवगाह में उपयुक्त अवधि तक गरम करें। यह अवधि हैलाइड के स्वभाव पर निर्भर करती है जो प्राथमिक ऐल्किल ब्रोमाइडों और आयोडाइडों के लिए 10-20 मिनट तथा द्वितीयक ऐल्किल ब्रोमाइडों और आयोडाइडों के लिए 2-3 घंटे है। उसके बाद 0.5 g पिक्निक अम्ल मिलाने के बाद तब तक उबालें जब तक स्वच्छ विलयन प्राप्त न हो जाय और ठंडा करें।

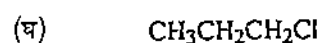
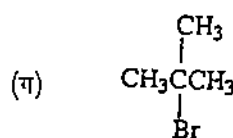
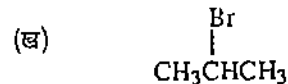
प्राप्त अवक्षेप को छान लें और जलीय एथेनॉल से पुनः क्रिस्टलित करें। यदि क्रिस्टलीकरण न हो तो जल की कुछ बूंदें मिलाएं।



#### S-ऐल्किलआइसोथायोयूरोनियम पिक्नेट

#### बोध प्रश्न 2

निम्नलिखित यौगिकों को उनकी एथेनॉली सिल्वर नाइट्रेट के साथ घटती सक्रियता के क्रम में व्यवस्थित कीजिए :



## 5.4 ऐरोमैटिक हाइड्रोकार्बन (Ar-H) और ऐरिल हैलाइड (Ar-X)

### 5.4.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

ऐरोमैटिक हाइड्रोकार्बन, सान्द्र सल्फ्यूरिक अम्ल में अविलय होते हैं। अधिकांश ऐरीन, कार्बन टेट्राक्लोराइड में ब्रोमीन का विरंजन नहीं करते हैं और ठंडे पोटैशियम परमैंगनेट विलयन का विरंजन भी नहीं करते। ऐरोमैटिक हाइड्रोकार्बनों और ऐरिल हैलाइडों की पहचान भौतिक स्थिरांकों और रासायनिक परीक्षणों पर आधारित है। कुछ महत्वपूर्ण अभिलक्षकीय समूह परीक्षण नीचे दिए गए हैं।

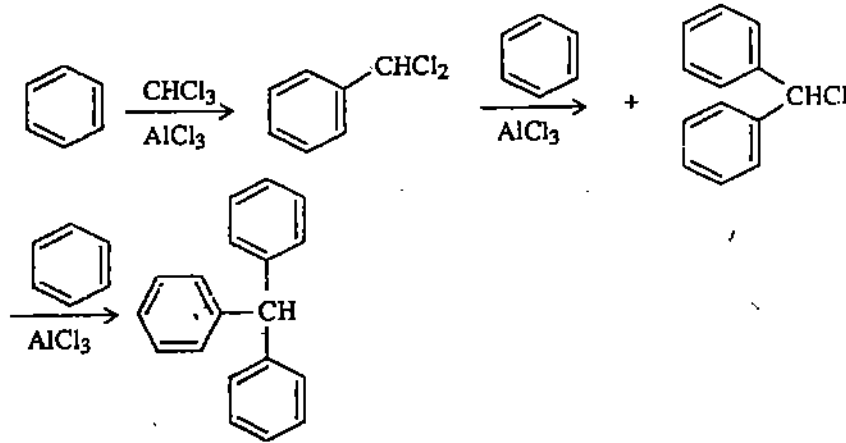
#### क. ऐलुमिनियम क्लोराइड परीक्षण

ऐरोमैटिक वलय की उपस्थिति के लिए किए जाने वाले इस परीक्षण को केवल उन यौगिकों के लिए करना चाहिए जो सान्द्र सल्फ्यूरिक अम्ल में अविलय हों। ऐरोमैटिक यौगिक, क्लोरोफॉर्म और निर्जल ऐलुमिनियम क्लोराइड के साथ अभिलाक्षणिक रंग-उत्पन्न करते हैं। इस परीक्षण में रंग उत्पन्न होने का कारण ट्राइऐरिलमैथिल घनायन ( $Ar_3C^+$ ) का बनना है। फ्रीडेल-क्राफ्ट्स ऐलिकलीकरण और उसके बाद हाइड्राइड आयन के स्थानांतरण से ट्राइऐरिलमैथिल घनायन उत्पन्न होता है (चरण 1 से 3)।

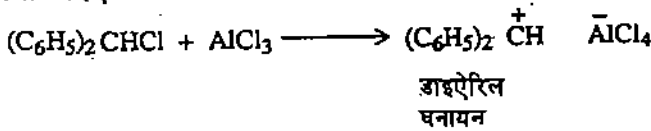
क्लोरोफॉर्म के स्थान पर कार्बोनटेट्राक्लोराइड का भी प्रयोग किया जा सकता है।

ऐलिफैटिक यौगिक इस परीक्षण के साथ बहुत कम या सही रंग देते हैं।

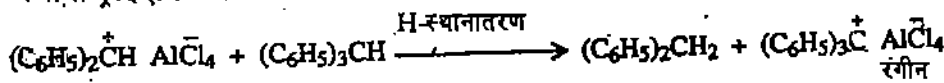
#### 1. फ्रीडेल-क्राफ्ट्स ऐलिकलीकरण



#### 2. ऐलुमिनियम क्लोराइड के साथ मोनो अथवा डाइऐरिल मेथेन की अभिक्रिया से मोनो अथवा डाइऐरिल घनायन बनते हैं।



#### 3. मोनो अथवा डाइऐरिल घनायन द्वारा ट्राइऐरिल मेथेन से हाइड्रोजन के स्थानांतरण से स्थायी ट्राइऐरिल घनायन बनता है।



इसमें सकारात्मक परीक्षण ऐरोमैटिक यौगिक की उपस्थिति बतलाता है किन्तु नकारात्मक परीक्षण से ऐरोमैटिक यौगिक की अनुपस्थिति की पुष्टि नहीं होती है। कुछ ऐरोमैटिक यौगिक इस परीक्षण के लिए कोई प्रतिक्रिया नहीं दिखाते हैं।

#### प्रक्रिया

एक स्वच्छ, शाष्क परख नली में अज्ञात यौगिक के  $1 \text{ cm}^3$  अथवा  $0.1 \text{ g}$  लें। उसमें  $4 \text{ cm}^3$  क्लोरोफॉर्म और अंत में  $0.2-0.3 \text{ g}$  चर्णित निर्जल ऐलुमिनियम क्लोराइड मिलाएं यदि लाल से नीला चटकीला रंग उत्पन्न हो, तो उससे ऐरोमैटिक वलय की उपस्थिति का संकेत मिलता है। कुछ उदाहरण नीचे दिए गए हैं:

यौगिक का नाम	रंग
1. बेन्जीन, ऐल्किल बेन्जीन, ऐरिल हैलाइड	नारंगी से लाल
2. नैफथेलीन	नीला
3. फीनेन्थ्रीन	बैंगनी
4. ऐन्थ्रासीन	हरा
5. बाइफेनिल	बैंगनी

### ख. ऐल्कोहॉली सिल्वर नाइट्रेट परीक्षण

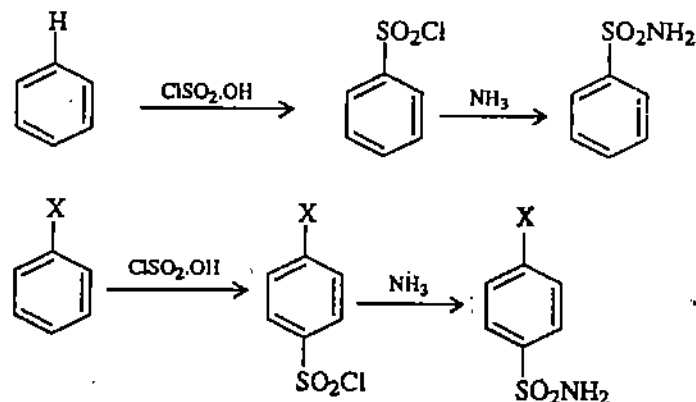
5.3.1 में वर्णित विधि से परीक्षण करें। अधिकांश ऐरिल हैलाइडों के लिए यह नकारात्मक परीक्षण होता है। जिन ऐरोमैटिक यौगिकों में हैलोजन सीधे ऐरोमैटिक वलय के साथ संलग्न रहता है तथा नाइट्रो यौगिक ऑर्थो अथवा पैरा स्थिति में उपस्थित रहते हैं, वे गरम करने पर अभिकर्मक के साथ क्रिया करते हैं। उदाहरण के लिए 2, 4-डाइनाइट्रोक्लोरोबेन्जीन को अभिकर्मक के साथ गरम करने पर आसानी से अवक्षेप प्राप्त होता है।

### 5.4.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

ऐरोमैटिक यौगिकों के व्युत्पन्न ऐरीन नाभिक के इलेक्ट्रॉनस्नेही प्रतिस्थापन द्वारा बनाए जाते हैं। यदि ऐल्किल समूह विद्यमान हो, तो वह संगत कार्बोक्सिलिक अम्ल में ऑक्सीकृत हो जाता है। कुछ व्युत्पन्नों को बनाने के प्रायोगिक विस्तार नीचे दिए गए हैं:

#### 1. सल्फोनैमाइड व्युत्पन्न

इस विधि का उपयोग ऐरोमैटिक हाइड्रोकार्बनों और ऐरिल हैलाइडों के व्युत्पन्न बनाने के लिए किया जाता है। ऐरोमैटिक हाइड्रोकार्बन की क्लोरोसल्फोनिक अम्ल के साथ अभिक्रिया से संगत सल्फोनिल क्लोराइड प्राप्त होते हैं। सल्फोनिल क्लोराइड का क्रिस्टलीकरण आसानी से नहीं होता है इसलिए सान्द्र अमोनिया के साथ अभिक्रिया द्वारा उसे सल्फोनैमाइड में परिवर्तित किया जाता है।



1.0 g अज्ञात यौगिक का 6 cm<sup>3</sup> क्लोरोफॉर्म में विलयन बनाएं और उसमें बूद-बूद करके 3 cm<sup>3</sup> क्लोरोसल्फोनिक अम्ल मिलाएं और हिम-अवगाह में ठंडा करते रहें। जब हाइड्रोक्लोराइड धूम का निकलना कम हो जाय तो मिश्रण को गरम करें और सामान्य ताप पर 30 मिनट तक स्थिर रहने दें। उत्पाद को संदलित बर्फ में उड़ें। निचली क्लोरोफॉर्म परत को पृथक करके निर्जल सोडियम अथवा मैग्नेशियम सल्फेट के ऊपर सुखा लें। क्लोरोफॉर्म परत को हटा लें। अवशिष्ट में 33 प्रतिशत अमोनिया विलयन के 10 cm<sup>3</sup> मिलाकर 10 मिनट तक उबालें। ठंडा करके 15 cm<sup>3</sup> जल मिलाएं। ठोस उत्पाद (सल्फोनैमाइड) को छान लें और जलीय एथेनॉल से पुनःक्रिस्टलित करें।

#### 2. पार्श्व शृंखलाओं का ऑक्सीकरण

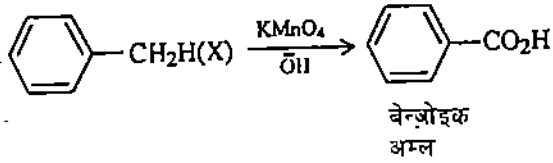
जिन ऐरोमैटिक हाइड्रोकार्बनों में पार्श्व शृंखला होती है वे संगत अम्लों में ऑक्सीकृत हो जाते हैं। इस विधि का उपयोग उन ऐल्किल ऐरीन और बेन्जिल हैलाइडों ऑक्सीकरण के



लिए किया जाता है, जिनमें कम से कम एक बेन्ज़िलिक हाइड्रोजन (बलय की  $\alpha$  स्थिति वाला हाइड्रोजन) होता है। एक अथवा दो पार्श्व शृंखलाओं वाले यौगिकों के लिए प्रायः उत्तम ऑक्सीकरण परिणाम प्राप्त होते हैं। पार्श्व शृंखला के ऑक्सीकरण की दो विधियाँ हैं:

### i) परमैंगनेट विधि

एक गोल पेंदे के फ्लास्क में 1.0 g अज्ञात यौगिक, 4 g पोटेशियम परमैंगनेट, 1.0g सोडियम कार्बोनेट और 100-cm<sup>3</sup> जल लें। मिश्रण का तब तक पश्चवाहन करें जब तक परमैंगनेट का रंग लुप्त न हो जाय। सान्द्र हाइड्रोक्लोरिक अम्ल मिलाकर आम्ल कर लें। उसके बाद फ्लास्क को हिलाते हुए 25 प्रतिशत सोडियम सल्फाइड विलयन मिलाएं, जब तक मैगनीज डाइऑक्साइड का भूरा अवक्षेप घूल न जाय। ठंडा करने पर ठोस उत्पाद पृथक हो जाता है जिसे पानी अथवा एथेनॉल से पुनःक्रिस्टलित कर लिया जाता है।

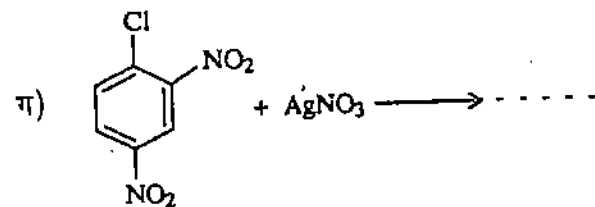
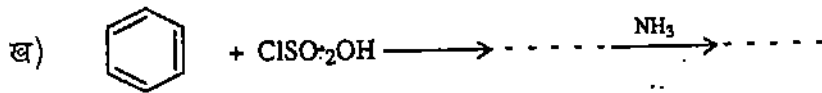
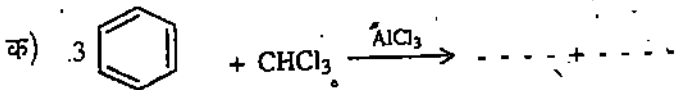


### ii) क्रोमिक अम्ल विधि

एक गोल पेंदे के फ्लास्क में 3 g सोडियम डाइक्रोमेट को 8 cm<sup>3</sup> जल में घोलकर 5 cm<sup>3</sup> सान्द्र सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाएं। उसके बाद मिश्रण में लगभग 1 g अज्ञात यौगिक मिलाएं। अभिक्रिया-मिश्रण को 30 मिनट तक गरम करें। मिश्रण को ठंडा कर लगभग 6 cm<sup>3</sup> जल मिलाएं और ठोस कार्बोक्सिलिक अम्ल को छान लें। ठोस को जल से घोलकर ऐल्कोहॉल से पुनःक्रिस्टलित कर लें।

### बोध प्रश्न 3

निम्नलिखित अभिक्रियाओं को पूरा कीजिए:



## 5.5 ऐमीन (RNH<sub>2</sub>, R<sub>2</sub>NH, R<sub>3</sub>N, Ar-NH<sub>2</sub>)

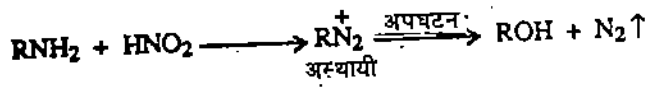
### 5.5.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

ऐमीन, कार्बनिक क्षारक होते हैं। उन्हें प्राथमिक ( $-\text{NH}_2$ ), द्वितीयक ( $>\text{NH}$ ) और तृतीयक ( $>\text{N}$ ) ऐमीनों में वर्गीकृत किया जाता है। यदि हैलोजन विद्यमान हो, तो चतुष्क अमोनियम हैलाइड बनने की संभावना रहनी है और जल में घुलने पर क्षारीय विलयन प्राप्त होता है। इस भाग में ऐलिकेटिक और ऐरोमैटिक ऐमीनों के लक्षणों का अध्ययन किया जाएगा।

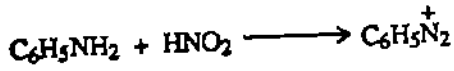
#### क. हिन्सबर्ग परीक्षण

हिन्सबर्ग परीक्षण द्वारा प्राथमिक, द्वितीयक और तृतीयक ऐमीनों में भेद किया जा सकता है। प्राथमिक अथवा द्वितीयक ऐमीनों और बेन्ज़ीन सल्फोनिल क्लोराइड की परस्पर

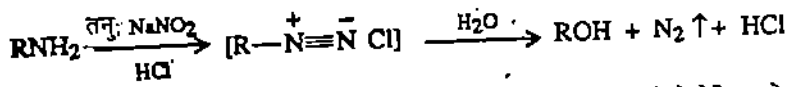




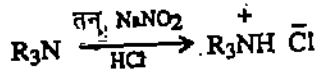
गुणात्मक बर्गीकरण परीक्षण:  
और व्युत्पन्नों का विवरण-II



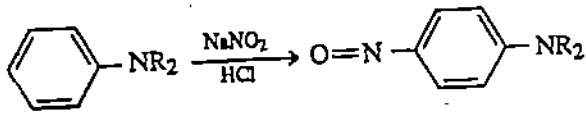
- i) यदि बुदबुदन (effervescence) हो (नाइट्रोजन गैस उत्पन्न होती है) और स्वच्छ विलयन प्राप्त हो जाय तो प्राथमिक ऐलिफैटिक ऐमीन अथवा ऐमाइड ( $\text{RCONH}_2$ ) की उपस्थिति का संकेत मिलता है। अभिक्रिया इस प्रकार होती है:



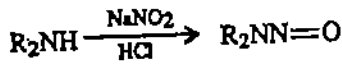
- ii) यदि बुदबुदन न हो और स्वच्छ विलयन न बने तो प्राथमिक ऐरोमैटिक ऐमीन अथवा तृतीयक ऐमीन की उपस्थिति का संकेत मिलता है।



- iii) यदि गहरे भूरे रंग का विलयन बने तो तृतीयक ऐरोमैटिक ऐमीन की उपस्थिति का संकेत मिलता है।



- iv) यदि कोई बुदबुदन न हो किन्तु धुंधला विलयन अथवा पायस (पीले रंग का) बने तो द्वितीयक ऐमीन की उपस्थिति का संकेत मिलता है।



### ग. डाइऐजोटीकरण और युग्मन

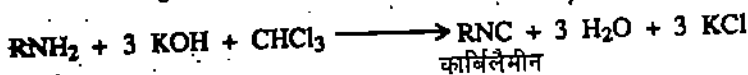
#### प्रक्रिया

यदि परीक्षण ख में स्वच्छ विलयन प्राप्त हो, तो उसमें 2M सोडियम हाइड्रॉक्साइड में घुले 5 प्रतिशत 2-नैफ्थॉल विलयन मिलाएँ। (i) यदि चटकीले लाल से गहरे भूरे रंग का अवक्षेप बने तो प्राथमिक ऐरोमैटिक ऐमीन की उपस्थिति का संकेत मिलता है। (ii) यदि कोई रंग न बने (सफेद से पीले रंग के अवक्षेप पर ध्यान न दें) और परीक्षण ख (i) सकारात्मक हो तो प्राथमिक ऐमीन की पुष्टि के लिए कार्बिलैमीन परीक्षण करें।

### घ. कार्बिलैमीन परीक्षण: प्राथमिक ऐमीनों के लिए सकारात्मक प्रक्रिया

#### प्रक्रिया

एक परख नली में कार्बिनिक यौगिक की अल्प मात्रा, 1 cm<sup>3</sup> ऐल्कोहॉली कास्टिक पोटाश विलयन और क्लोरोफॉर्म की कुछ बूंदें लें। परख नली को हिलाएँ और हल्का गरम करें। आइसोसायनाइड की दुर्गन्ध से प्राथमिक ऐमीन की उपस्थिति की पुष्टि होती है।



### 5.5.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

(आइसोसायनाइड)

प्राथमिक और द्वितीयक ऐमीनों के सामान्य व्युत्पन्न बेंजोएट और टॉलुईन-3-सल्फोनेट हैं। ऐमीनों का ऐसीटिल व्युत्पन्न भी आम रूप में पाया जाता है। किन्तु तृतीयक ऐमीन यह अभिक्रिया नहीं करते हैं। तृतीयक ऐमीनों के लक्षण-वर्णन के लिए उपयुक्त ठोस व्युत्पन्न, पिक्नेट और मेथ-आयोडाइड हैं। व्युत्पन्न बनाने की प्रायोगिक प्रक्रिया नीचे दी गई है:

#### 1. बेंजोएट और टॉलुईन-4-सल्फोनेट

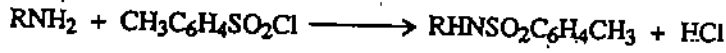
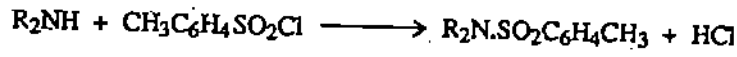
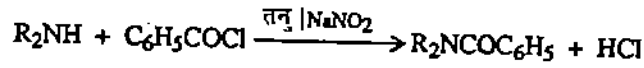
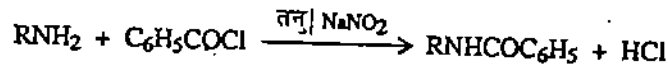
0.5 g यौगिक, 2M सोडियम हाइड्रॉक्साइड (10 cm<sup>3</sup>) और बेन्जॉयल क्लोराइड (1 cm<sup>3</sup>) एक परख नली में लें। यदि मिश्रण संभारी न हो तो पर्याप्त मात्रा में ऐसिटोन मिलाएँ। परख नली को तब तक तीव्रता से हिलाएँ जब तक ठोस न प्राप्त हो जाए। अवक्षेप

पर्याप्त हाइड्रोजन क्लोरीक अम्ल मिलाकर आइसोसायनाइड को नष्ट कर दें और फेंक दें।

ऐनिलाइड ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHCOR}$ ) भी सकारात्मक कार्बिलैमीन परीक्षण देते हैं।

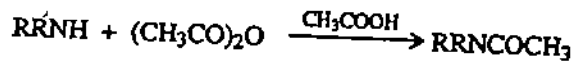
प्राप्त करने के लिए कभी-कभी जल की कुछ बूँदें मिलाते हैं। अवक्षेप को छान लें, ठंडे जल से धोकर ऐल्कोहॉल से पुनः क्रिस्टलित कर लें।

अगर आप टॉलुईन-4-सल्फोनेट बनाना चाहते हैं तो बेन्जॉयल क्लोराइड के स्थान पर टॉलुईन-4-सल्फोनॉयल क्लोराइड का प्रयोग करें।



### 2. ऐसीटिल व्युत्पन्न

प्राथमिक और द्वितीयक ऐमीनों का ऐसीटिलीकरण ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड के साथ किया जाता है।



R = ऐल्किल, ऐरिल अथवा H ऐसीटिल व्युत्पन्न

#### प्रक्रिया

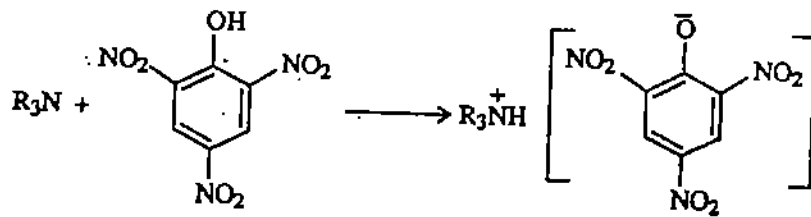
एक ऐलेंमeyer फ्लास्क में 0.5 g ऐमीन, 1 cm<sup>3</sup> ऐसीटिल अम्ल और 1 cm<sup>3</sup> ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड लें। अभिक्रिया-मिश्रण को लगभग 20 मिनट तक गरम करने के बाद ठंडा कर लें और मिश्रण को बर्फ के जल में डालें। ठोस को छानकर जल अथवा जलीय एथेनॉल से क्रिस्टलित कर लें।

त्रिविम विन्यासी बाधा के कारण ऐरोमैटिक ऐमीनों के कुछ आँशों विस्थापित व्युत्पन्न को बनाना कठिन होता है। उन्हें बनाने के लिए सान्द्र सल्फ्यूरिक अम्ल की कुछ बूँदें मिलाई जाती हैं, जो उत्प्रेरक का काम करती हैं, तथा ऐसीटिक ऐनहाइड्राइड की पर्याप्त मात्रा का उपयोग किया जाता है।

### 3. पिक्रेट

#### प्रक्रिया

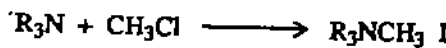
0.5 g ऐमीन को 10 cm<sup>3</sup> एथेनॉल में घोलें और उसमें 5 cm<sup>3</sup> प्रिक्रिक अम्ल का संतृप्त एथेनॉलिक विलयन मिलाएं। अभिक्रिया मिश्रण को 3 मिनट तक जल-अवगाह में गरम करने के बाद ठंडा होने दें। ठोस उत्पाद को छान लें और एथेनॉल से पुनः क्रिस्टलित करें।



### 4. मेथ-आयोडाइड

#### प्रक्रिया

0.5 g ऐमीन को 0.5 cm<sup>3</sup> मेथिल आयोडाइड के साथ जल-अवगाह में धीरे-धीरे कई मिनटों तक गरम करें। बर्फ में ठंडा करने के बाद उत्पाद को एथेनॉल अथवा मेथेनॉल अथवा एथिल ऐसीटेट से पुनः क्रिस्टलित करें।



क) कार्बिलैमीन परीक्षण देता है,

- i)  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{NH}_2$
- ii)  $\text{CH}_3\text{NHC}_2\text{H}_5$
- iii)  $(\text{CH}_3)_3\text{N}$
- iv)  $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$

ख) नाइट्रोसोऐमीन बनाता है

- i) प्राथमिक ऐमीन
- ii) द्वितीयक ऐमीन
- iii) तृतीयक ऐमीन
- iv) इनमें कोई नहीं।

## 5.6 नाइट्रो यौगिक ( $\text{RNO}_2/\text{ArNO}_2$ )

### 5.6.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

जिन कार्बनिक यौगिकों में  $-\text{NO}_2$  अभिलक्षकीय समूह होता है, उन्हें नाइट्रो यौगिक कहते हैं। वे ऐलिफैटिक नाइट्रो ( $\text{R-NO}_2$ ) यौगिक अथवा ऐरोमैटिक नाइट्रो ( $\text{ArNO}_2$ ) यौगिक होते हैं। ऐलिफैटिक नाइट्रो यौगिक और ऐरोमैटिक नाइट्रो यौगिक दोनों ऑक्सीकारक होते हैं। फेरस हाइड्रॉक्साइड परीक्षण, नाइट्रो यौगिकों का प्रमुख अभिलक्षकीय समूह परीक्षण है।

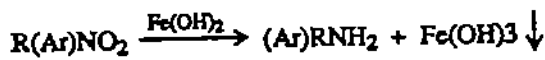
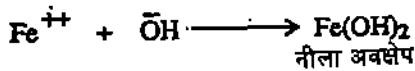
क. फेरस हाइड्रॉक्साइड परीक्षण

जो कार्बनिक यौगिक ऑक्सीकारक होते हैं, वे फेरस हाइड्रॉक्साइड (नीला) को फेरिक हाइड्रॉक्साइड (भूरा) में ऑक्सीकृत कर देते हैं। सबसे अधिक प्रयुक्त ऑक्सीकारक, नाइट्रो यौगिक होते हैं। लगभग सभी नाइट्रो यौगिक इस परीक्षण को एक मिनट के अंदर दे देते हैं।

प्रक्रिया

5 प्रतिशत जलीय फेरस अमोनिया सल्फेट के ताजे बने विलयन के  $2 \text{ cm}^3$  में  $1M$  सल्फ्यूरिक अम्ल की 2 बूंदें,  $2M$  एथेनॉली सोडियम पोटैशियम हाइड्रॉक्साइड का  $1 \text{ cm}^3$  और अज्ञात यौगिक की 2 बूंदें (यदि द्रव हो) अथवा  $0.5 \text{ g}$  (यदि ठोस हो) मिलाएं। इस मिश्रण को जल-अवगाह में 1 मिनट तक हल्का गरम करें और लगातार हिलाते रहें। नीले अवक्षेप का बनना सकारात्मक परीक्षण का सूचक है। एक मिनट में अवक्षेप का रंग बदलकर जंग के समान भूरा हो जाता है। अज्ञात यौगिक के बिना इसी प्रकार का मिश्रण बनाएं (रिक्त परीक्षण)। आरंभ में बने अवक्षेप के रंग में कोई परिवर्तन नहीं होगा। अभिक्रिया के दौरान नाइट्रो यौगिक की उपस्थिति में  $\text{Fe(II)}$  का  $\text{Fe(III)}$  में ऑक्सीकरण हो जाता है।

नीले अवक्षेप का रंग कुछ गहरा अथवा हरा हो जाय तो उसे सकारात्मक परीक्षण नहीं मान लेना चाहिए।



नाइट्रो  
यौगिक

फेरिक हाइड्रॉक्साइड  
(भूरा अवक्षेप)

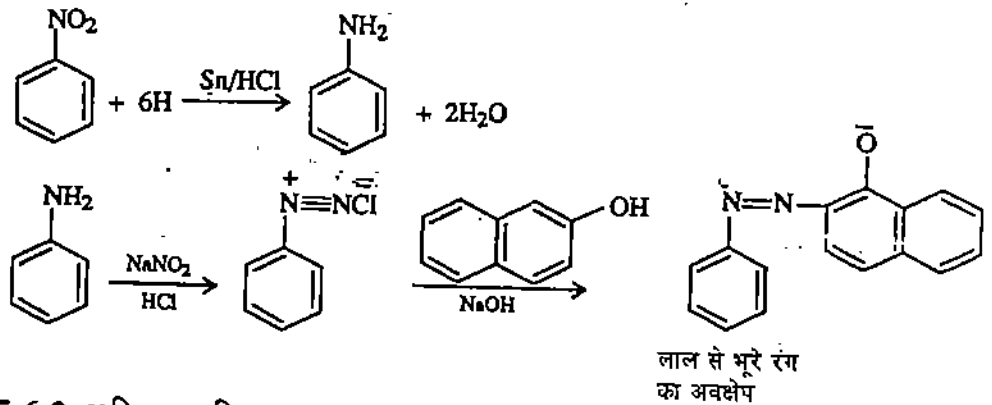
ख. ऐमीनों में अपचयन और रंजन परीक्षण

प्रक्रिया

क्वथन परख नली में लगभग  $0.5 \text{ g}$  नाइट्रो यौगिक और  $7M$  हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के

3 cm<sup>3</sup> लें। उसमें 1 g स्टेनस क्लोराइड मिलाकर लगातार हिलाते हुए 15 मिनट तक गरम करें। मिश्रण को छानकर बर्फ में (5°C) ठंडा करें और 5 प्रतिशत जलीय सोडियम नाइट्राइट की 5-6 बूंदें मिलाएं। इसमें 2M सोडियम हाइड्रॉक्साइड में बने 2-नैफ्थॉल के 5 प्रतिशत विलयन के 2-cm<sup>3</sup> मिलाएं और निम्नलिखित परिणामों को नोट करें:

- लाल से भूरे रंग का अवक्षेप ऐरोमैटिक नाइट्रो यौगिक की उपस्थिति बतलाता है।
- यदि कोई रंगीन अवक्षेप प्राप्त न हो तो ऐलिफैटिक नाइट्रो यौगिक उपस्थित है। (यदि सफेद से पीले रंग का अवक्षेप बने तो ध्यान न दें।)



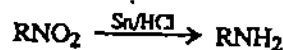
### 5.6.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

नाइट्रो यौगिकों के व्युत्पन्नों को बनाना, ज्ञात किए गए नाइट्रो यौगिक की किस्म पर निर्भर करता है। नाइट्रो यौगिकों को ऐमीनों में अपचित किया जाता है और उनके व्युत्पन्न प्राथमिक ऐमीनों की भांति बनाए जाते हैं जैसाकि 5.2.2 में दिया गया है। इस विधि का उपयोग ऐलिफैटिक और ऐरोमैटिक नाइट्रो यौगिक दोनों के लिए हो सकता है।

नाइट्रो यौगिकों का प्राथमिक ऐमीनों में अपचयन

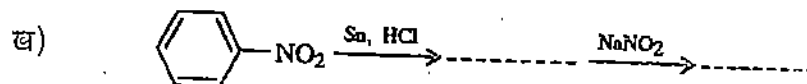
प्रक्रिया

1 g नाइट्रो यौगिक और 10 cm<sup>3</sup> सान्द्र हाइड्रोक्लोरिक अम्ल को एक छोटे गोल पेंदे के फ्लास्क में डालें। उसमें 2 cm<sup>3</sup> एथेनॉल और 3 g टिन मिलाएं। अभिक्रिया मिश्रण को तब तक ठंडा करें जब तक आरंभिक अभिक्रिया शान्त न हो जाय। उसके बाद पश्चवाही संघनित्र के नीचे 25 मिनट तक गरम करें। अधिप्लवी द्रव को निथारकर उसे ठंडा करें। 40 प्रतिशत सोडियम हाइड्रॉक्साइड मिलाकर क्षारकीय बना लें और बीच-बीच में विलोडित करते रहें तथा बर्फ में ठंडा करते रहें (निर्मित टिन (II) हाइड्रॉक्साइड को घोलने के लिए 40 प्रतिशत NaOH की पर्याप्त मात्रा मिलाएं)। क्षारीय मिश्रण को डाइएथिल ईथर के साथ निष्कर्षित करें तथा निर्जल सोडियम सल्फेट के ऊपर सुखाकर छान लें तथा ईथर को वाष्पित कर लें। तत्पश्चात् 5.2.2 में वर्णित विधि के अनुसार क्रिस्टलीय व्युत्पन्नों में परिवर्तित कर दें।



बोध प्रश्न 5

रिक्त स्थानों की पूर्ति करें:



## 5.7 ऐमाइड (RCONH<sub>2</sub>)

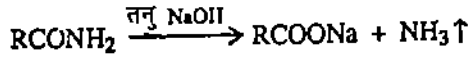
### 5.7.1 अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

ऐमाइडों का सामान्य सूत्र RCONH<sub>2</sub> है। साधारण तौर पर अमोनिया उत्सर्जन परीक्षण

और हाइड्रॉक्सैमिक अम्ल परीक्षण का उपयोग ऐमाइडों के गुणात्मक परीक्षण के लिए किया जाता है।

### क. अमोनिया उत्सर्जन परीक्षण

ऐमाइडों का जलीय सोडियम हाइड्रॉक्साइड द्वारा जल-अपघटन से कार्बोक्सिलिक अम्ल लवण और अमोनिया प्राप्त होते हैं। अमोनिया का उत्सर्जन, ऐमाइड की उपस्थिति का सूचक होता है।

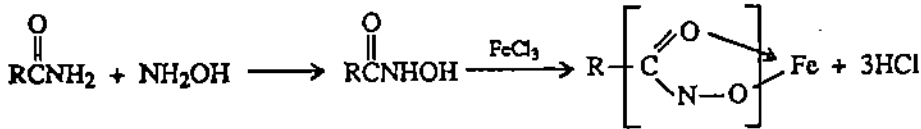


#### प्रक्रिया

लगभग 0.2 g यौगिक को 2M जलीय सोडियम हाइड्रॉक्साइड के 2 cm<sup>3</sup> के साथ गरम करें। अमोनिया का उत्सर्जन ऐमाइड समूह की उपस्थिति बतलाता है। अमोनिया की पहचान उसकी गंध और/अथवा नम लाल लिटमस कागज पर उसकी क्रिया द्वारा (लाल - नीला) किया जा सकता है।

### ख. हाइड्रॉक्सैमिक अम्ल परीक्षण

ऐमाइडों के लिए प्रयुक्त गुणात्मक परीक्षण वैसा ही है जैसाकि एस्टरों के लिए। हाइड्रॉक्सिल ऐमीन और फेरिक क्लोराइड के साथ ऐमाइडों के उपचार से रंगीन विलयन प्राप्त होता है। इसकी प्रायोगिक प्रक्रिया इकाई 4 के भाग 4.7.1 में दी गई है।



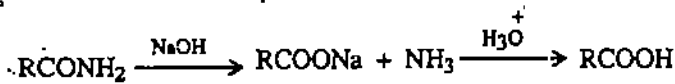
## 5.7.2 अभिलाक्षणिक व्युत्पन्न

प्राथमिक ऐमाइड (RCONH<sub>2</sub>) के जल-अपघटन से कार्बोक्सिलिक अम्ल प्राप्त होते हैं। ऐमाइड के लक्षण-वर्णन के लिए कार्बोक्सिलिक अम्ल की पहचान की जाती है।

### 1. ऐमाइड का जल-अपघटन-अम्ल का पृथक्करण

#### प्रक्रिया

0.5 g अज्ञात यौगिक और 2M जलीय सोडियम हाइड्रॉक्साइड के 10 cm<sup>3</sup>, एक शंक्वाकार फ्लास्क में लेकर अभिक्रिया-मिश्रण को लगभग 30 मिनट तक जल-अवगाह के ऊपर गरम करें। उसके बाद अभिक्रिया-मिश्रण को ठंडा करके तनु सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाकर अम्लीय कर लें। अवक्षेपित अम्ल को छानकर जल से धो लें तथा जल अथवा एथेनॉल से पुनः क्रिस्टलित करें। यदि अम्लीकरण से कोई अवक्षेप न बने तो उसका उपयोग अम्ल-व्युत्पन्न को बनाने के लिए करें।



### 2. पिक्नेट व्युत्पन्न

कुछ ऐमाइड पिक्नेट बनाते हैं। भाग 5.5.2 (3) में वर्णित विधि द्वारा पिक्नेट व्युत्पन्न बनाएं।

#### बोध प्रश्न 6

रिक्त स्थानों की पूर्ति कीजिए:

- क) वेन्जैमाइड का क्षारक के साथ जल-अपघटन और उसके बाद अम्लीकरण से ..... और ..... प्राप्त होता है।  
ख) एथेनॉइक अम्ल की अमोनिया के साथ अभिक्रिया से ..... प्राप्त होता है।

## 5.8 प्रतिदर्श प्रयोग

गुणात्मक परीक्षण द्वारा अज्ञात कार्बनिक यौगिक की पहचान निम्नलिखित चरणों में की जाती है:

1. भौतिक परीक्षा
  - क) भौतिक अवस्था
  - ख) रंग
  - ग) गंध
  - घ) ज्वलन परीक्षण
2. भौतिक स्थिरांक
  - क) गलनांक
  - ख) क्वथनांक
3. तत्व पहचान  
(N, S, हैलोजन)
4. विलेयता परीक्षण
5. अभिलक्षकीय समूह परीक्षण
6. साहित्य की जांच  
अब तक (1-5) प्राप्त सूचना की तुलना साहित्य रिपोर्ट से कीजिए।
7. व्युत्पन्नो का विरचन  
प्रस्तावित यौगिक के उपयुक्त व्युत्पन्न बनाएं और उनके गलनांकों की साहित्य में दिए गए गलनांकों के साथ तुलना करें।
8. यौगिक का सही नाम और संरचना लिखें  
यौगिक की पहचान करने के लिए विभिन्न प्रायोगिक चरणों को व्यवस्थित ढंग से दर्ज कर लें। 2-नैफ्थॉल और ०-ऐनिसिडीन के उदाहरण द्वारा इसे स्पष्ट किया गया है।

### 5.8.1 2-नैफ्थॉल की पहचान

1. भौतिक परीक्षा
  - क) भौतिक अवस्था ठोस
  - ख) रंग ..... सफेद
  - ग) गंध ..... नैफ्थलीन की गोलियों के समान
  - घ) ज्वलन परीक्षण ..... दीप्त, कज्जली ज्वाला, कोई अवशिष्ट नहीं।

टिप्पणी: इससे संकेत मिलता है कि अज्ञात यौगिक "क" ऐरोमैटिक यौगिक है।

2. भौतिक स्थिरांक  
प्रेक्षित गलनांक ..... 122 - 124° C
3. तत्व विश्लेषण ..... N, S, Cl, Br, I कोई नहीं

#### 4. i) विलेयता परीक्षण

H <sub>2</sub> O	जलीय	जलीय	HCl	सान्द्र	अनुमानित वर्ग
	NaOH	NaHCO <sub>3</sub>		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
—	विलय	विलय	—	—	अम्लीय फीनॉल कार्बोक्सिलिक अम्ल



- ii) लिटमस के साथ अभिक्रिया .....  
फीनॉल्फथैलीन के साथ अभिक्रिया .....
5. अभिलक्षकीय समूह परीक्षण
- i) जलीय  $FeCl_3$  के साथ ..... कोई रंग नहीं
- ii) ऐल्कोहॉली  $FeCl_3$  के साथ ..... हरा विलयन

टिप्पणी: इन परीक्षणों से फीनॉली यौगिक की उपस्थिति का संकेत मिलता है।

6. साहित्य की जांच

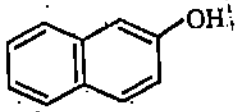
संभावित यौगिक	गलनांक	व्युत्पन्न	व्युत्पन्न
2-नैफथॉल	123°C	3, 5-डाइनाइट्रोबेन्जोएट	1-नैफथल
			यूरिथेन
		210°C	157°C

टिप्पणी: पिक्निक अम्ल का गलनांक भी 122°C है। तत्व-विश्लेषण से नाइट्रोजन के लिए नकारात्मक परीक्षण आता है। इसलिए उसका चयन नहीं किया गया है।

7. व्युत्पन्नो का विरचन

- क) चयन किया गया व्युत्पन्न ..... 3, 5-डाइनाइट्रोबेन्जोएट
- प्रेक्षित गलनांक ..... 208-210°C
- साहित्य में गलनांक ..... 210°C
- ख) चयन किया गया व्युत्पन्न ..... 1-नैफथल यूरिथेन
- प्रेक्षित गलनांक ..... 156-158°C
- साहित्य में गलनांक ..... 157°C

8. अज्ञात यौगिक 2-नैफथॉल है जिसकी संरचना इस प्रकार है:



5.8.2 o-ऐनिसिडीन की पहचान

1. भौतिक परीक्षा

- क) भौतिक अवस्था ..... द्रव्य
- ख) रंग ..... चॉकलेट
- ग) गंध ..... -
- घ) ज्वलन परीक्षण ..... कज्जली ज्वाला

टिप्पणी: इससे संकेत मिलता है कि अज्ञात यौगिक, ऐरोमैटिक यौगिक है।

2. भौतिक स्थिरांक

क्वथनांक: ..... 225-228°C

3. तत्व-विश्लेषण ..... N-उपस्थित

4. i) विलेयता परीक्षण

$H_2O$	जलीय	जलीय	HCl	सान्द्र	अनुमानित वर्ग
	NaOH	NaHCO <sub>3</sub>		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
—	विलय	विलय	—	—	ऐरोमैटिक ऐमीन

- ii) लिटमस के साथ अभिक्रिया ..... दृश्य नहीं
- फीनॉल्फथैलीन के साथ अभिक्रिया ..... क्षारीय

5. अभिलक्षकीय समूह परीक्षण

- i)  $KMnO_4$  के साथ ..... विरजित कर देता है  
 ii) 2-नैफ्थॉल से भरे  $HNO_2$  के साथ ..... लाल ऐजो रंजक

टिप्पणी: उपर्युक्त परीक्षणों से प्राथमिक ऐमीन की उपस्थिति का संकेत मिलता है।

6. साहित्य की जांच

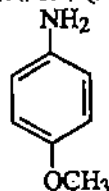
संभावित यौगिक	क्वथनांक °C	व्युत्पन्न	
		बेन्जोएट गलनांक °C	टॉलूईन <i>p</i> -सल्फोनिल गलनांक °C
1. <i>o</i> -ऐनिसिडीन	225	60	127
2. <i>o</i> -फेनेटिडीन	229	104	164

7. व्युत्पन्नो का विरचन

- क) चयन किया गया व्युत्पन्न ..... बेन्जोएट  
 प्रेक्षित गलनांक ..... 58-60  
 साहित्य में दिया गया गलनांक ..... 60 सही
- ख) चयन किया गया व्युत्पन्न ..... टॉलूईन-सल्फोनिल  
 प्रेक्षित गलनांक ..... 125-126  
 साहित्य में दिया गया गलनांक ..... 127 सही

टिप्पणी: उपर्युक्त आंकड़े *o*-ऐनिसिडीन के अनुरूप है।

8. अज्ञात यौगिक *o*-ऐनिसिडीन है जिसकी संरचना नीचे दी गई है:

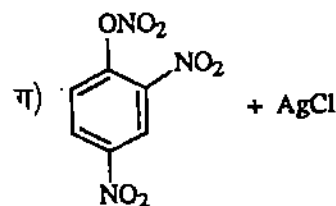
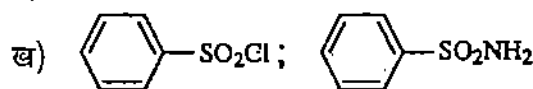
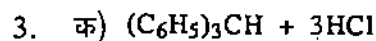


5.9 उत्तर

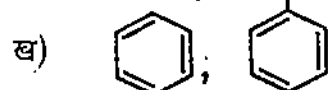
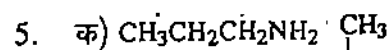
बोध प्रश्नों के उत्तर

1. i) व्यूटेनाइक अम्ल  
 ii) 1, 2-डाइब्रोमोएथेन  
 iii) स्टिलबीन

2. ग > ख > घ



4. क) i) ख) ii)

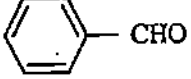
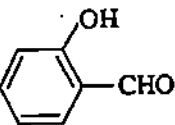


6. क) बेन्जोइक अम्ल; अमोनिया  
 ख) एथेनैमाइड

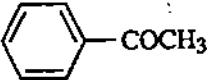
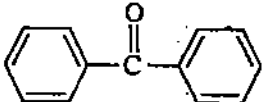
## 5.10 परिशिष्ट

कार्बनिक यौगिकों और उनके व्युत्पन्नों के गलनांक/क्वथनांक की सारणियां  
ऐल्डहाइड और उनके व्युत्पन्न

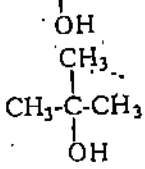
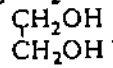
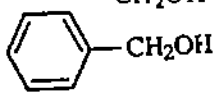
गुणात्मक वर्गीकरण परीक्षण  
और व्युत्पन्नों का विवरण-1

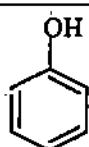
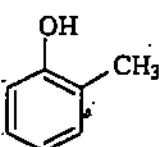
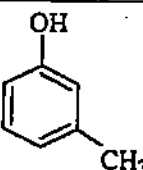

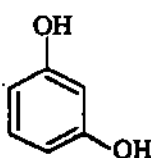
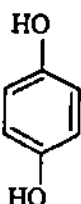
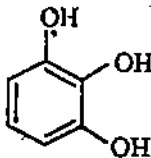
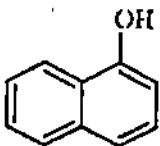
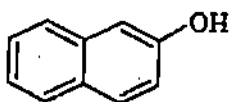
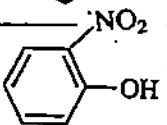
यौगिक	सूत्र	गलनांक/ क्वथनांक* (°C)	व्युत्पन्नों का गलनांक (°C)		
			2, 4-डाइनाइट्रो फेनिल हाइड्रोजोन	सेमीकार्बेजोन	अक्सिम
1. फॉर्मिलिहाइड	HCHO	-21	166	169 (अपघटन)	
2. ऐसीटिलिहाइड	CH <sub>3</sub> CHO	20	168	169	47
3. प्रोपिलिहाइड	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CHO	49	150	89	40
4. बेन्जिलिहाइड		179*	236	222	35
5. सैलिसिलिहाइड		196*	252 (अपघटन)	31	63

### कीटोन और उनके व्युत्पन्न

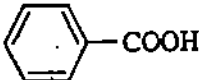
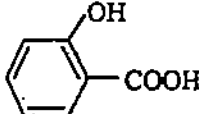
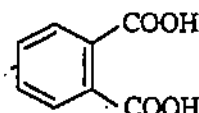
यौगिक	सूत्र	गलनांक/ क्वथनांक* (°C)	व्युत्पन्नों का गलनांक (°C)		
			2, 4-डाइनाइट्रोफेनिल हाइड्रोजोन	सेमीकार्बेजोन	अक्सिम
1. ऐसीटोन	CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub>	56	128	190	59
2. एथिल मेथिल कीटोन	CH <sub>3</sub> COC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	80	115	145	
3. ऐसीटोफीनोन		202	240	199	60
4. बेन्जोफीनोन		48*	239	165	143

### ऐल्कोहॉल और उनके व्युत्पन्न (°C)

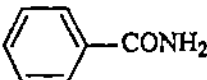
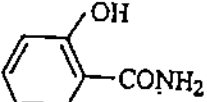
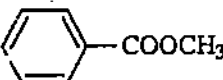
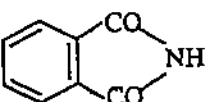
ऐल्कोहॉल	सूत्र	क्वथनांक (°C)	व्युत्पन्नों का गलनांक (°C)		
			3, 5-डाइनाइट्रो बेन्जोएट	1-मैथिलपूरिसेन	
1. मेथेनॉल	CH <sub>3</sub> OH	65	109	124	
2. एथेनॉल	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH	78	94	79	
3. 2-प्रोपेनॉल	CH <sub>3</sub> CHCH <sub>3</sub>	82	122	106	
4. 2-मेथिल प्रोपेनॉल		83	142	101	
5. 1-प्रोपेनॉल	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	97	75	80	
6. 1-पेन्टेनॉल	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH	138	46	68	
7. 1, 2-एथेन डाइऑल (एथिलीन ग्लाइकोल)		198	169	176	
8. बेन्जिल ऐल्कोहॉल		205	113	134	

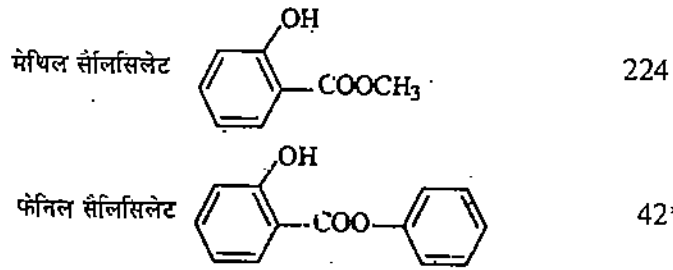
योगिक	सूत्र	व्युत्पन्नो का गलनांक (°C)		
		गलनांक/ घययनांक* (°C)	3, 5 डाइनाइट्रो बेन्जोएट	1-नैफिथल यूरिधेन
फीनॉल		182	146	133
<i>o</i> -क्रीसॉल		191	138	142
<i>m</i> -क्रीसॉल		202	165	128
<i>p</i> -क्रीसॉल		201	189	146
रिसॉर्सिनॉल		118*	201	206
हाइड्रोक्विनोन अथवा क्विनॉल		171*	317	247
पायरोगेरॉल		132*	205	
1-नैफ्थॉल		95*	217	152
2-नैफ्थॉल		123*	210	157
<i>o</i> -नाइट्रोफीनॉल		45*	155	113

कार्बोक्सिलिक अम्ल और उनके व्युत्पन्न

p-कार्बोक्सिलिक अम्ल	सूत्र	गलनांक/ स्वथनांक* (°C)	व्युत्पन्नो के गलनांक (°C)		
			ऐमाइड	ऐनलीन	टॉल्डीन
फॉर्मिक अम्ल	HCOOH	101	—	50	53
ऐसीटिक अम्ल	CH <sub>3</sub> COOH	118	82	114	147
प्रोपेनॉइक अम्ल	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> COOH	140	85	105	141
अनडेकेनॉइक अम्ल	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>9</sub> COOH	26*	123	99	125
ऑक्सैलिक अम्ल (डाइहाइड्रेट)	COOH 2H <sub>2</sub> O COOH	101*	419	254	268
सिट्रिक अम्ल (जलयोजित)	CH <sub>2</sub> -COOH C(OH)COOH CH <sub>2</sub> COOH	100*	210	192	189
टार्टरिक अम्ल	CH(OH)COOH CH(OH)COOH CH <sub>2</sub> COOH	169*	196	264	
सक्सिनिक अम्ल	CH <sub>2</sub> COOH CH <sub>2</sub> COOH	189*	260	230	255
बेन्जोइक अम्ल		121*	130	160	158
सैलिसिलिक अम्ल		158*	139	135	
थैलिक अम्ल		210*	200	253	201

एस्टर और ऐमाइड

एस्टर	सूत्र	गलनांक/ स्वथनांक* (°C)	ऐमाइड	सूत्र	गलनांक (°C)
मेथिल ऐसीटेट	CH <sub>3</sub> COOCH <sub>3</sub>	57	ऐसीटेमाइड यूरिया	CH <sub>3</sub> CONH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub> CONH <sub>2</sub>	82 132
एथिल ऐसीटेट	CH <sub>3</sub> COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	77	N-मेथिल यूरिया N, N-डाइमेथिल	CH <sub>3</sub> NHCONH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> NHCONHCH <sub>3</sub>	102 182
डाइएथिल ऑक्सैलेट	COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	186	यूरिया बेन्जैमाइड		29
मेथिल ऑक्सैलेट	COOCH <sub>3</sub> COOCH <sub>3</sub>	54*	सैलिसिलैमाइड		139
मेथिल बेन्जोएट		199	थैलिमाइड		235


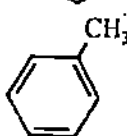
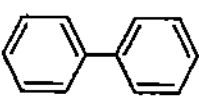
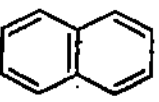
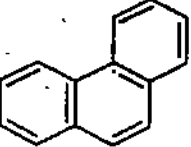
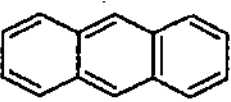
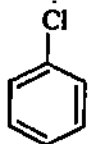


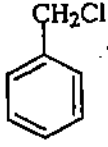
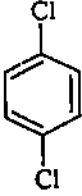
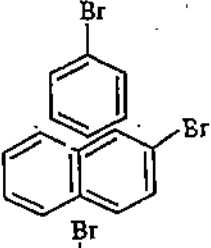
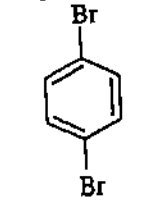
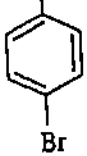
ऐल्किल हैलाइड और उनके व्युत्पन्न

योगिक	सूत्र	व्यथनांक/ गलनांक* (°C)	व्युत्पन्नो का गलनांक (°C) ऐल्किल थायोयूरोनियम पिक्रेट
1-क्लोरोप्रोपेन	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Cl	46	177
1-ब्रोमोप्रोपेन	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Br	71	177
क्लोरोफॉर्म	CHCl <sub>3</sub>	61	—
कार्बन टेट्राक्लोराइड	CCl <sub>4</sub>	77	—
आयडोफॉर्म	CHI <sub>3</sub>	199*	—

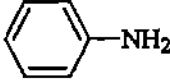
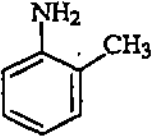
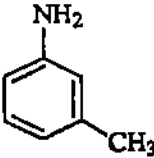
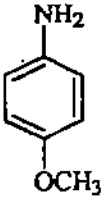
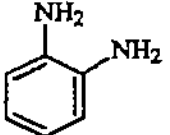
ऐरोमेटिक हाइड्रोकार्बन और उनके व्युत्पन्न

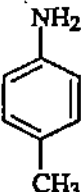
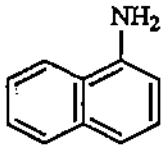
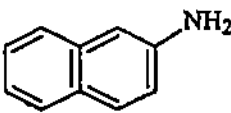
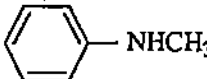
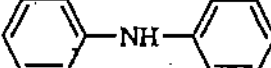
योगिक	सूत्र	व्यथनांक/ गलनांक* °C	व्युत्पन्नो का गलनांक (°C) सल्फोनैमाइड
-------	-------	----------------------------	---

बेन्जीन		80	153
टॉलुईन		111	137 (p-व्युत्पन्न)
बाइफेनिल		70*	—
नेफ्थेलीन		80*	150 (β-व्युत्पन्न)
फिनैन्थ्रीन		100*	—
ऐन्त्रासीन		216*	—
क्लोरोबेन्जीन		132	—

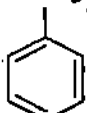
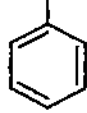
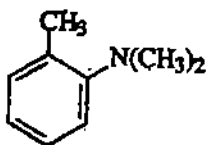
वैन्जिलक्लोराइड		179	175
p-डाइक्लोरोबेन्ज़ीन		53	
त्रोमोबेन्ज़ीन		156	170
2-डोमोनैफ्येलीन		59	
p-डाइब्रोमोबेन्ज़ीन		89	

प्राथमिक और द्वितीयक ऐमीन तथा उनके व्युत्पन्न

योगिक	सूत्र	बुबुधनांक/ गलनांक* (°C)	व्युत्पन्नो का गलनांक (°C)			
			बेन्ज़ोएट	पिक्लेट	टॉलुईन -4-सल्फोनेट	एसीटे माइड
प्राथमिक ऐमीन						
1-ऐमीनोप्रोपेन	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$	49	84	135	52	—
ऐनिलीन		183	163	—	103	114
o-टॉलुडीन		200	144	213	110	112
m-टॉलुडीन		203	125	200	114	66
o-ऐनिसिडीन		225	60	200	127	88
o-फेनेटिडीन		229	104	—	164	79

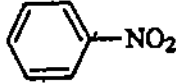
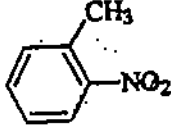

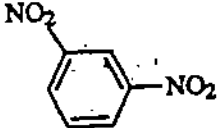
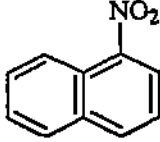
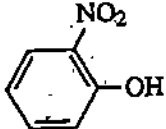
<i>p</i> -टॉलूडीन		45*	158	181	118	154
1-ऐमीनोनैफथेलीन		50*	161	163	157	160
2-ऐमीनोनैफथेलीन		113*	162	195	133	134
द्वितीयक ऐमीन डाइएथिल ऐमीन	$(C_2H_5)_2NH$	56	42	155	60	
N-मेथिल ऐनिलीन		193	63	145	95	
डाइफेनिऐमीन		54*	180	182	142	

तृतीयक ऐमीन और उनके व्युत्पन्न

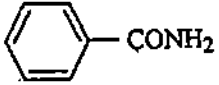
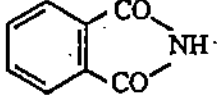
योगिक	सूत्र	बवधनांक/ गलनांक* (°C)	व्युत्पन्नों का गलनांक (°C)	
			पिक्रेट	मेयापोडाइड
ट्राइमेथिलऐमीन	$(CH_3)_3N$	33	216	230
ट्राइएथिलऐमीन	$(C_2H_5)_3N$	89	173	—
N, N-डाइमेथिलवैन्नीन ऐमीन	$CH_2N(CH_3)_2$ 	184	93	179
N, N-डाइमेथिलऐनिलीन	$N(CH_3)_2$ 	193	164	228
N, N-डाइमेथिल- <i>o</i> -टॉलूईन	$CH_3$ $N(CH_3)_2$ 	185	122	210



नाइट्रो-यौगिक और उनके व्युत्पन्न

यौगिक	सूत्र	व्यथनांक (°C)
1-नाइट्रोप्रोपेन	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NO}_2$	131
नाइट्रोबेन्जीन		211
o-नाइट्रोटॉलूईन		222
p-नाइट्रोटॉलूईन		54
m-डाइनाइट्रोबेन्जीन		90
नाइट्रोनेफ्थेलीन		61
o-नाइट्रोफीनॉल		45*

ऐमाइड

यौगिक	सूत्र	व्यथनांक (°C)
ऐसीटैमाइड	$\text{CH}_3\text{CONH}_2$	82
पामिटेमाइड	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CONH}_2$	106
बेन्जैमाइड		129
N-मेथिल यूरिया	$\text{CH}_3\text{NHCONH}_2$	102
बैलिमाइड		235

1. *Voget's Elementary Practical Organic Chemistry*, 3rd ed. Vol. 1; B.V. Smith and N.M. Waldron, editors. Longman, London, 1980.
2. *Vogets Textbook of Practical Organic Chemistry*, 4th ed., B.S. Furniss et al., editors. Longman, London, 1978.
3. *Advanced Practical Organic Chemistry*; J.L. Norula. Sultan Chand and Sons, N. Delhi.
4. *Advanced Practical Organic Chemistry*; N.K. Vishnoi. Vikas Publication House Pvt. Ltd., N. Delhi, 1992.
5. *Laboratory Manual in Organic Chemistry*; Raj K. Bansal. Wiley Eastern Limited, N. Delhi.

NOTES

