अध्याय – 11

क्षारीय मूलकों के परीक्षण

(TEST FOR BASIC REDIALS)

लवण में धनायन की पहचान करने के लिए निम्न दो प्रकार के परीक्षण किये जाते है –

(1) शुष्क परीक्षण (Dry Tests)

(2) आर्द्र परीक्षण (Wet Tests)

धनायन के गुणात्मक विश्लेषण में शुष्क परीक्षण बहुत महत्वपूर्ण होते हैं क्योंकि इसके द्वारा किसी लवण में उपस्थित धनायन का अनुमान लगाया जा सकता है। कुछ शुष्क परीक्षण तो इतने स्पष्ट होते है कि उनके द्वारा किसी धनायन का सही–सही अनुमान लगाया जा सकता है। शुष्क परीक्षण से प्राप्त जानकारी के आधार पर आर्द्र परीक्षण द्वारा धनायनों का निश्चयात्मक परीक्षण सरलता से किया जा सकता है। अतः धनायन का शुष्क परीक्षण आर्द्र परीक्षण से पहले करना चाहिए।

शुष्क परीक्षण कई प्रकार के होते है। इनमें निम्नलिखित परीक्षण प्रमुख एवं महत्वपूर्ण है –

(1) भौतिक गुण (Physical Properties)

(2) ऊष्मा का प्रभाव (Effect of Heat)

(3) ज्वाला परीक्षण (Flame Test)

(4) सुहागा मनका परीक्षण (Borax Bead Test)

(5) चारकोल गुहा परीक्षण (Charcoal Cavity Test)

(6) कोबाल्ट नाइट्रेट परीक्षण (Cobalt Nitrate Test)

(7) गलन मिश्रण परीक्षण (Fusion Mixture Test)

(1) भौतिक गुण (Physical Properties) लवण में उपस्थित धनायन का अनुमान लवण के कुछ भौतिक गुणों जैसे रंग घनत्व विलयन का रंग आदि के आधार पर लगाया जा सकता है।

(i) रंग (Colour) - अकार्बनिक लवण का रंग उसमें उपस्थित धनायन के कारण होता है। अतः लवण के रंग के आधार पर उसमें उपस्थित धनायन का अनुमान लगाया जा सकता है। कुछ लवणें के रंग तथा अनुमानित धनायन को सारणी 13.1 में दिया गया है।

सारणी 11.1 – रंगीन यौगिक

रंग	अनुमानित धनायन
नीला	Cu, Co
हल्का हरा	Fe^{2+}
पीला–भूरा	Fe^{3+}
पीला	Cd^{+2}, As^{3+}
नारंगी	Sb^{3+}
हरा	Ni^{2+}
हल्का गुलाबी	Mn^{2+}
गहरा गुलाबी	Co^{2+}
पीला हरा या बैंगनी	Cr^{3+}
काला	Mn^{2+}, Pb^{2+}, Cu^{2+}, Ag^{+}, Ni^{2+}, Co^{3+}

(ii) विलयन का रंग कुछ धातुओं के लवण जल अथवा तनु अम्ल में घोले जाने पर रंगीन विलयन बनाते है। अतः विलयन के रंग के आधार पर लवण में धनायन का अनुमान लगाया जा सकता है। सारण 11.2 में कुछ विलयनों के रंग तथा अनुमानित धनायन को दिया गया है।

सारणी 11.2 – लवण के विलयन के रंग

विलयन का रंग	अनुमानित धनायन
नीला	Cu^{2+}
हरा	$Cr,^{3+}$ Ni^{2+}
हल्का हरा	Fe^{2+}
हल्का पीला	Fe^{3+}
हल्का गुलाबी	Mn^{2+}
गुलाबी	Co^{2+}

नोट :– धनायनों का अनुमान लगाने में निम्नलिखित प्रेक्षण भी सहायक होते हैं –

(1) यदि लवण श्वेत (रंगहीन) है तो उसमें Cu^{2+}, Ni^{2+}, Co^{2+}, Fe^{2+}, Mn^{2+} तथा Cr^{3+} अनुपस्थित होंगे।

(2) यदि लवण को सूघने पर अमोनिया की गंध आती है तो उसमें NH_4^+ संभावित है।

(3) यदि लवण भारी हों तो उसमें Pb^{2+}, Hg^{2+}, Ba^{2+} हो सकता है।

(2) ऊष्मा का प्रभाव (Effect of Heat) कुछ पदार्थों को गर्म करने पर उनका उर्ध्वपातन, फूलना, रंगीन गैस निकलना या रंग परिवर्तन होता है। पदार्थ के इस व्यवहार के आधार पर उनमें उपस्थित धनायन का अनुमान लगाया जा सकता है।

इस परीक्षण को करने के लिए एक शुष्क परखनली में लवण की लगभग 0.5 ग्राम लेकर उसे क्षैतिज अवस्था में रखकर गर्म करो तथा होने वाले परिवर्तन को ध्यान पूर्वक देखो। सारणी 11.3 की सहायता से सम्भावित धनायन का अनुमान लगाओ।

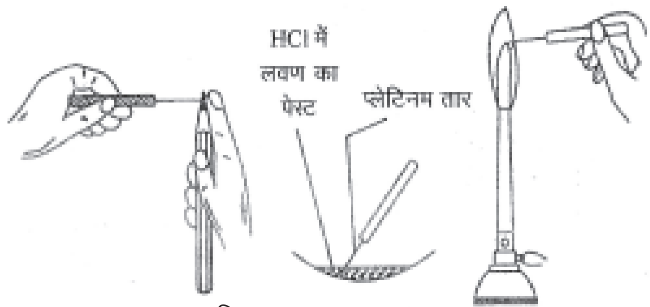
सारणी 11.3 – ऊष्मा का प्रभाव

प्रेक्षण		अनुमान
लवण का ऊर्ध्वपातन (Sublimation)		
सफेद (श्वेत) ऊर्ध्वपातज		NH_4^+
स्लेटी ऊर्ध्वपातज		As^{3+}
पीला या काला ऊर्ध्वपातज		As^{3+}, Sb^{3+}
पदार्थ का रंग परिवर्तन		
गर्म करने से पूर्व	गर्म करने के बाद	
लाल	काला	Hg^{2+} , Pb^{2+}
लाल–भूरा	काला	Fe^{3+}
भूरा	भूरा	Cd^{2+}
पीला	नारगी	Bi^{3+}
हल्का पीला	पीला–भूरा	Sn^{4+}
श्वेत	पीला	Cu^{2+}
नीला	श्वेत	Cu^{2+}
नीला	काला	Cu^{2+}
नीला	भूरा	Cu^{2+}
पीला	भूरा	Pb^{2+}
हल्का भूरा	काला	Mn^{2+}

(3) ज्वाला परीक्षण (Flame Test) कुछ धातुओं के क्लोराइड वाष्पशील होते हैं तथा बुन्शन बर्नर की ज्वाला के ताप पर वाष्पित हो जाते हैं। और ज्योतिहीन ज्वाला को विशिष्ट रंग प्रदान करते है। इस प्रकार इन विशिष्ट ज्वाला के रंगों द्वारा लवण में उपस्थित धनायन की पहचान की जा सकती है।

ज्वाला परीक्षण की विधि – ज्वाला परीक्षण के लिए प्लेटिनम के तार का उपयोग करते हैं। प्लेटिनम का तार एक कांच की छड़ के सिरे पर लगा रहता है। ज्वाला परीक्षण करने के लिए सबसे पहले प्लेटिनम तार को एक पेन्सिल की नोंक पर लपेट कर छल्ला बनाओ। फिर इसे स्वच्छ करो। इसके लिए वाच ग्लास में थोड़ा सान्द्र HCl लेकर Pt के तार के सिरे को HCl में डुबो कर बुन्सन बर्नर की ज योतिहीन ज्वाला (ऊपरी रंगहीन ज्वाला) को गर्म करो। इस प्रक्रिया को तब तक दोहराओ जब तक कि Pt तार ज्वाला में गर्म करने पर कोई रंग नहीं दे।

अब लवण को सान्द्र में मिलाकर पेस्ट (लेई) बनाओ। इससे लवण में उपस्थित धनायन क्लोराइड बना लेते है। अब उपरोक्त तार को इस पेस्ट में डुबोकर बर्नर की ज्योतिहीन ज्वाला में तेजी से गर्म करो। इस प्रक्रिया को चित्र 11.1 में दर्शाया गया है।



चित्र 11.1 ज्वाला परीक्षण

ज्वाला के रंग को सीधे आंख से अथवा नीले कांच द्वारा देखकर सारणी 13.4 की सहायता से सम्भावित आयन का अनुमान लगाओ।

सारणी 11.4 – ज्वाला के रंग

आंख द्वारा देखने पर	नीले कांच द्वारा देखने पर	सम्भावित आयन
गहरा हरा	नीला – हरा	Cu^{2+}
ईट जैसा लाल	हल्का–हरा	Ca^{2+}
गहरा लाल	बैंगनी	Sr^{2+}
सेव जैसा हरा	नीला हरा	Ba^{2+}
स्लेटी या हल्का नीला या श्वेत	श्वेत	As^{3+}, Pb^{2+}, Sn^{2+}

नोट :–
(1) यदि लवण में Pb^{2+}, Hg^{2+}, Sn^{2+}, Sb^{3+}, Bi^{3+} तथा As^{3+} आदि धनायन हो तो ज्वाला परीक्षण नहीं करना चाहिए क्योंकि ये Pt से संयोग कर मिश्रधातु बनाते हैं।
(2) जवाला परीक्षण के बाद Pt तार को साफ करके रखना चाहिए।
(3) कुछ लवण जल्दी रंग नहीं देते ऐसे में Pt तार को लवण के पेस्ट में बार–बार डुबोकर ज्वाला परीक्षण करना चाहिए।

ज्वाला के रंगीन होने का कारण – बुन्सन ज्वाला में गर्म करने पर लवण ताप अपघटित होकर आयनों में विभाजित हो जाता है। धनायन में उपस्थित इलेक्ट्रॉन ऊर्जा का अवशोषण करके उच्च ऊर्जा स्तर में उत्तेजित करते हैं। यह उत्सर्जित ऊर्जा दृश्य क्षेत्र में होती है। भिन्न–भिन्न धनायनों से उत्सर्जित ऊर्जा की तरंग दैर्ध्य भिन्न–भिन्न होती है इसलिए इनके रंग भी भिन्न–भिन्न होते हैं।

(4) सुहागा (बोरेक्स) मनका परीक्षण (Borax Bead Test) – यह परीक्षण रंगीन लवण में धनायन की पहचान करने के लिए किया जाता है। इस परीक्षण का सिद्धान्त यह है कि जब बोरेक्स को गर्म किया जाता है तो इसमें से क्रिस्टलन जल निकल जाता है और यह फूल जाता है। अधिक गर्म करने पर यह सोडियम मेटाबोरेट तथा बोरिक ऐनहाइड्राइड में बदल जाता है और स्वच्छ, पारदर्शक कांच के समान मनका (गोले जैसा) बन जाता है।

$$\underset{\text{सुहागा (बोरेक्स)}}{Na_2B_4O_7 . 10H_2O} \xrightarrow{\Delta} Na_2B_4O_7 + 10H_2O$$

$$Na_2B_4O_7 \xrightarrow{\Delta} \underset{\text{सोडियम मेटाबोरेट}}{2NaBO_2} + \underset{\text{बोरिक एनहाइड्राइड}}{B_2O_3}$$

सुहागा मनका में उपस्थित कम वाष्पशील बोरिक एनहाइड्राइड रंगीन लवण के साथ क्रिया करके धात्विक मेटाबोरेट बनाता है, जो मनका को रंग प्रदान करता है। प्रत्येक धातु के मेटाबोस्ट का विशिष्ट रंग होता है। अतः इन विशिष्ट रंगों के कारण उन्हें आसानी से पहचाना जा सकता है।

कुछ धातुओं के मेटाबोरेट अपचायक ज्वाला (जिसमें कार्बन रहता है) में गर्म करने पर अपचयित हो जाते हैं। इसलिए उनके मनका का ऑक्सीकारक तथा अपचायक ज्वाला में भिन्न–भिन्न रंग होता है। सारणी 13.5 में इस प्रकार से प्राप्त मनका के रंग दिये गये है।

सारणी 11.5 बोरेक्स मनका का रंग

ऑक्सीकारक ज्वाला में	अपचायक ज्वाला में	अनुमान (सम्भावित धातु)
गहरा नीला	गहरा नीला	कोबाल्ट
हरा	हरा	क्रोमियम
नीला–हरा	लाल अपारदर्शी	कॉपर
बैंगनी	रंग हीन	मैंगनीज
हल्का पीला	हरा	आयरन

धातुओं के मेटाबोरेट बनने की अभिक्रियाएं –

(1) कॉपर (Cu)

ऑक्सीकारक ज्वाला में $\underset{\text{लवण}}{CuSO_4} + B_2O_3 \rightarrow \underset{\text{नीला–हरा}}{Cu(BO_2)_2} + SO_3\uparrow$

अपचाक ज्वाला में $Cu(BO_2)_2 + C \rightarrow \underset{\text{लाल अपारदर्शी}}{Cu} + B_2O_3 + CO\uparrow$

(2) क्रोमियम (Cr)

ऑक्सीकारक ज्वाला में $\underset{\text{लवण}}{Cr_2(SO_4)_3} + 3B_2O_3 \rightarrow \underset{\text{हरा}}{2Cr(BO_2)_3} + 3SO_3\uparrow$

अपचाक ज्वाला में $\rightarrow$ कोई परिवर्तन नहीं होता

(3) आयरन (Fe)

(i) ऑक्सीकारक ज्वाला में $\underset{\text{लवण}}{Fe_2(SO_4)_3} + 3B_2O_3 \rightarrow \underset{\text{पीला}}{2Fe(BO_2)_3} + 3SO_3\uparrow$

(ii) $\underset{\text{लवण}}{FeSO_4} + B_2O_3 \rightarrow \underset{\text{हरा}}{Fe(BO_2)_2} + SO_3\uparrow$

अपचाक ज्वाला में $2Fe(BO_2)_3 + C \rightarrow 2Fe(BO_2)_2 + CO\uparrow + B_2O_3$
हरा

(4) निकिल (Ni)

ऑक्सीकारक ज्वाला में $NiSO_4 + B_2O_3 \rightarrow Ni(BO_2)_2 + SO_3\uparrow$
लवण भूरा

अपचाक ज्वाला में $Ni(BO_2)_2 + C \rightarrow Ni + B_2O_3 + CO\uparrow$
काला–स्लेटी

(5) कोबाल्ट (Co)

ऑक्सीकारक ज्वाला में

$$2Co(NO_3)_2 + 2B_2O_3 \rightarrow 2Co(BO_2)_2 + 4NO_2 + O_2\uparrow$$
लवण गहरा नीला

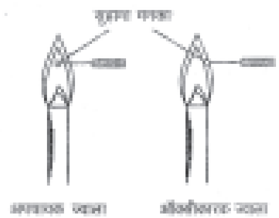
अपचाक ज्वाला में $\rightarrow$ कोई परिवर्तन नहीं होता है।

(6) मैंगनीज (Mn)

ऑक्सीकारक ज्वाला में $Mn_2O_3 + 3B_2O_3 \rightarrow 2Mn(BO_2)_3$
बैंगनी

अपचाक ज्वाला में $2Mn(BO_2)_3 + C \rightarrow 2Mn(BO_2)_2 + B_2O_3 + CO\uparrow$
रंगहीन

विधि – प्लेटिनम तार के सिरे को पेन्सिल की नोंक पर लपेट कर एक छोटा सा लूप (छल्ला) नाकर इसे बुन्सन ज्वाला में गर्म करो। अब इसे चूर्ण किये बोरेक्स में डुबोकर फिर तेजी से गर्म करो। इससे बोरेक्स फूल जाता है और अन्त में पिघलकर रंगहीन पारदर्शक मनका बनता है। इस स्वच्छ गर्म मनका को लवण से छुआ कर पहले ऑक्सीकारक ज्वाला में गर्म करो तथा मनका का रंग देखो। इसके बाद इसे अपचायक ज वाला में गर्म करो। (चित्र 13.2) तथा मनका का रंग देखो। मनका के रंग को देखकर सारणी 13.5 के अनुसार धनायन का अनुमान लगाओ।



चित्र 11.2

(5) चारकोल गुहा (केविटी) परीक्षण (Charcoal Cavity Test) कुछ धातुओं के लवण को जब अकेले या गलन मिश्रण 1 : 1 (ठोस $KNO_3 + Na_2CO_3$) के साथ चारकोल ब्लॉक या गड्ढे में अपचायक ज्वाला में गर्म किया जाता है तो वे ऑक्साइड या धातु में अपचयित हो जाते हैं। ये धातु अथवा ऑक्साइड चारकोल पर एक परत अथवा पपड़ी के रूप में जमा हो जाते हैं, जिन्हें इनके विशिष्ट रंग के आधार पर आसानी से पहचाना जा सकता है। कभी–कभी पपड़ी का रंग ठण्डा होने पर बदल भी जाता है।

इस परीक्षण में धातु लवण को गलन मिश्रण के साथ गर्म करने पर पहले धातु कार्बोनेट प्राप्त होता है। जिसका बाद में अपचयन होता है। कुछ लवण के परीक्षण में होने वाले अभिक्रिया निम्न हैं –

(1) $$ZnSO_4 + Na_2CO_3 \xrightarrow{KNO_3/\Delta} ZnCO_3 + Na_2SO_4$$

$$ZaCO_3 \xrightarrow{\Delta} ZnO + CO_2\uparrow$$
गर्म में पीला, ठण्डे में सफेद

(2) $CdCl_2 + Na_2CO_3 \xrightarrow{KNO_3\ /\Delta} CdCO_3 + 2NaCl$

लवण

$CdCO_3 \xrightarrow{\Delta} CdO + CO_2 \uparrow$

लाल–भूरा

(3) $CuSO_4 + Na_2CO_3 \xrightarrow{KNO_3\ /\Delta} CuCO_3 + Na_2SO_4$

लवण

$CuCO_3 \xrightarrow{\Delta} CuO + CO_2$

$CuO + C \xrightarrow{\Delta} Cu + CO \uparrow$

(4) $Pb(NO_3)_2 + Na_2CO_3 \xrightarrow{KNO_3\ /\Delta} PbCO_3 + 2NaNO_3$

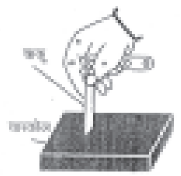
लवण

$PbCO_3 \xrightarrow{\Delta} PbO + CO_2 \uparrow$

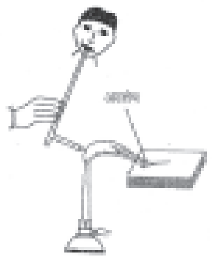
$PbO + C \xrightarrow{\Delta} Pb + CO \uparrow$

गर्म में भूरा, ठण्डे में पीला

विधि – एक स्वच्छ चारकोल के आयताकार टुकड़े को लेकर उसमें चाकू की सहायता से छोटा सा गड्ढ़ा बनाकर (चित्र 11.3) इसमें लवण तथा लगभग दुगुनी मात्रा में अनाद्र Na_2CO_3 या गलन मिश्रण ($Na_2CO_3 + KNO_3$) भरो। इस मिश्रण को 1–2 बूंद पानी डालकर नम करो। अब चारकोल को बर्नर के निकट लाकर फूँकनी (Blow pipe) की सहायता से बर्नर की अपचायक ज्वाला पर इस प्रकार से फूँक मारो कि वह गड्ढे में रखे मिश्रण को गर्म कर सके (चित्र 11.4)। इस प्रकार गर्म करने से होने वाले परिवर्तन जैसे मनका बनना, परत बनना, अवशेष बचना आदिको देखकर सारणी 11.6 के अनुसार धनायन का अनुमान लगाओ।



चित्र 11.3



चित्र 11.4

सारणी 11.6 चारकोल केविटी परीक्षण

प्रेक्षण			अनुमान
अवशेष का रंग		मनका	
गर्म में	ठण्डे में		
पीला	श्वेत	–	Zn^{2+}
भूरा	पीला	भूरा जो कागज पर निशान छोड़ता है।	Pb^{2+}
–	–	लाल	Cu^{2+}
श्वेत जो चमकता है	–	–	Ba^{2+}, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Al^{3+}
–	–	भूरा चूर्ण	Fe^{3+}, Mn^{2+} Co^{2+}

(6) कोबाल्ट नाइट्रेट परीक्षण (Cobalt Nitrate Test) – यह परीक्षण उन यौगिकों (लवणों) के लिए किया जाता है जो चारकोल कैविटी परीक्षण में श्वेत अवशेष बनाते हैं। इस परीक्षण का सिद्धान्त यह है कि कोबाल्ट नाइट्रेट को गर्म करने पर यह अपघटित होकर कोबाल्ट ऑक्साइड देता है जो कुछ धातु ऑक्साइडों (चारकोल कैबिटी में बने श्वेत अवशेष वाले धातु ऑक्साइडों) के साथ क्रिया करके विभिन्न रंगों के द्विक ऑक्साइड बनाता है। जिन्हें विशिष्ट रंगों के आधार पर पहचान करके धनायन का अनुमान लगाया जा सकता है। जैसे –

$$2Co(NO_3)_2 \xrightarrow{\Delta} 2CoO + 4NO_2 + O_2$$

$$CoO + MgO \xrightarrow{\Delta} CoO.MgO$$

गुलाबी

$$CoO + Al_2O_3 \xrightarrow{\Delta} CoO.Al_2O_3$$

नीला

$$CoO + ZnO \xrightarrow{\Delta} CoO.ZnO$$

हरा

विधि – कोबाल्ट नाइट्रेट परीक्षण निम्न विधियों द्वारा किया जा सकता है –

1. चारकोल की सहायता से – चारकोल के टुकड़े में एक छोटा सा गड्ढा बनाओ। इसमें थोड़ा लवण रख कर एक दो बूंद पानी डालो तथा फूँकनी की सहायता से बुन्सन बर्नर की ऑक्सीकारक ज्वाला से गर्म करो। प्राप्त अवशेष में 1–2 बूंद कोबाल्ट नाइट्रेट विलयनकी डाल कर पुनः गर्म करो तथा अवशेष का रंग देखकर सारणी 13.7 के अनुसार धनायन का अनुमान लगाओ।

सारणी 11.7 – कोबाल्ट नाइट्रेट परीक्षण

अवशेष का रंग	अनुमान
नीला	Al
हरा	Zn
हल्का गुलाबी	Mg
गंदला नीला	Sn

2. फिल्टर पत्र की सहायता से – फिल्टर पत्र के टुकड़े पर थोड़ा लवण लेकर उस पर 2–3 बूंदे कोबाल्ट नाइट्रेट विलयन की डालकर इसे चिमटी की सहायता से बर्नर के ऑक्सीकारक ज्वाला में धीरे– धीरे सुखाओं और फिर जलाकर राख को एकत्रित करो। राख का रंग देखकर सारणी 13.7 के अनुसार धनायन का अनुमान लगाओ।

नोट – 1. इस परीक्षण में कोबाल्ट नाइट्रेट $Co(NO_3)_2$ को गर्म करके कोबाल्ट ऑक्साइड में बदलना होता है। अतः कोबाल्ट नाइट्रेट का विलयन डालने के बाद अधिक गर्म करना चाहिए।

2. कोबाल्ट नाइट्रेट की थोड़ी मात्रा ही प्रयोग करनी चाहिए अन्यथा कोबाल्ट ऑक्साइड का काला रंग अवशेष के रंग को दबा देता है जिससे अवशेष के रंग को पहचानने में कठिनाई होती है।

7. गलन मिश्रण परीक्षण (Fusion Mixture Test) – यह परीक्षण केवल रंगीन लवण विशेष्ज्ञ रूप से क्रोमियम तथा मैंगनीज की पहचान करने में सहायक है। ये दोनों धातु गलन मिश्रण (ठोस KNO_3 + ठोस Na_2CO_3 या ठोस NaOH) के साथ क्रिया करके रंगीन क्रोमेट तथा मैंगनेट बनाते हैं। जैसे –

$$Cr_2O_3 + (3KNO_3 + 4NaOH) \xrightarrow{\Delta} 2Na_2CrO_4 + 3KNO_2 + 2H_2O$$

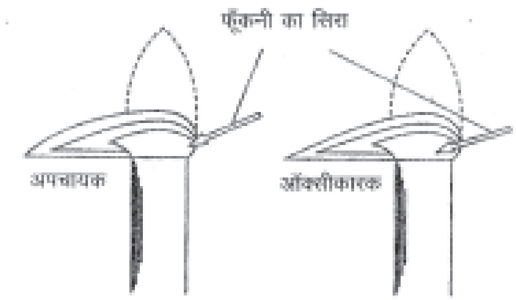
$$MnCl_2 + (2KNO_3 + 4NaOH) \xrightarrow{\Delta} Na_2MnO_4 + 2KNO_2 + 2NaCl + 2H_2O$$

विधि – एक पोर्सिलेन की प्याली में लगभग 0.5 ग्राम लवण, 0.5 ग्राम पोटैशियम नाइट्रेट तथा 0.5 ग्राम सोडियम कार्बोनेट (या सोडियम हाइड्रॉक्साइड) लो तथा तेजी से गर्म करो। प्राप्त अवशेष के रंग को देखकर सारणी 13.8 के अनुसार धनायन का अनुमान लगाओ।

सारणी 11.8 – गलन मिश्रण परीक्षण

अवशेष का रंग	अनुमान
पीला	क्रोमियम
हरा या नीला	मैंगनीज

नोट – बुन्सन बर्नर से अपचायक ज्वाला लाने के लिए इसके हवा छिद्र बन्द रखकर बर्नर को जलाओ। फिर फूँकनी के किनारे को ज्वाला की निचली सतह पर रखकर फूंक मारो। अपचायक ज्वाला एक तरफ हो जायेगी। इसी प्रकार ऑक्सीकारक (ज्योतिहीन) ज्वाला लाने के लिए हवा छिद्र खोल दो तथा फूंकनी के सिरे को ज्वाला में रखकर फूंक मारो जैसा चित्र 11.5 में दर्शाया गया है।



चित्र 11.5

(ब) आर्द्र परीक्षण
Wet Test

क्षारीय मूलकों का वर्गीकरण – शुष्क परीक्षणों जैसे ऊष्मा का प्रभाव, ज्वाला परीक्षण, चारकोल कैविटी परीक्षण, कोबाल्ट नाइट्रेट परीक्षण, आदि से लवण में उपस्थित धनायन का अनुमान लगाया जा सकता है। क्षारीय मूलकों का निश्चयात्मक परीक्षण क्रमबद्ध रूप से आर्द्र परीक्षण द्वारा ही किया जाता है।

क्षारीय मूलकों का सही एवं क्रमबद्ध आर्द्र परीक्षण करने के लिए उन्हें सात समूहों में बांटा गया है। प्रत्येक समूह के लिए एक विशिष्ट अभिकर्मक का प्रयोग करते हैं जिसे समूह अभिकर्मक कहते हैं। क्षारीय मूलकों का यह वर्गीकरण इस सिद्धान्त पर आधारित है कि किसी विशेष समूह में सम्मिलित धनायन ही उस समूह के समूह अभिकर्मक से क्रिया करके अघुलनशील पदार्थ (अवक्षेप) बनाते है अन्य समूहों के धनायन इस परिस्थिति में घुलित पदार्थ (अवक्षेप) बनाते है अन्य समूहों के धनायन इस परिस्थिति में घुलित अवस्था में ही रहते हैं। जैसे प्रथम समूह में सम्मिलित धनायनों के क्लोराइड जल में अविलेय (अघुलनशील) होते है जबकि

अन्य समूहों के धनायनों के क्लोराइड जल में विलेय होते हैं। अतः जब लवण के मिश्रण के विलयन में तनु HCl मिलाते हैं तो केवल प्रथम समूह के धनायनों के क्लोराइड अवक्षेपित हो जाते है शेष समूहों के धनायन विलयन में ही रहते हैं। इस प्रकार समूह अभिकर्मक की सहायता से किसी समूह के धनायन को अवक्षेपित करके उसका निश्चयात्मक परीक्षण अवक्षेप से करते हैं।

क्षारीय मूलकों के सात समूहों में से छः समूहों को रोमन अंकों I-VI से व्यक्त करते हैं। जबकि सातवें समूह को शून्य समूह कहते हैं तथा इसका कोई समूह अभिकर्मक नहीं हैं। क्षारीय मूलकों के समूह में वर्गीकरण को समूह अभिकर्मकों के साथ सारणी 11.9 में दिया गया है।

सारणी 11.9 — क्षारीय मूलकों का समूहों में वर्गीकरण

समूह	समूह अभिकर्मक	धातु आयन	अवक्षेप का सूत्र
I	तनु HCl	Pb^{2+}	क्लोराइड– $PbCl_2$
II	तनु HCl की उपस्थिति में गैस H_2S	Pb^{2+}, Cu^{2+} As^{3+}	सल्फाइड PbS CuS, As_2S_3
III	NH_4Cl की उपस्थिति में NH_4OH	Fe^{3+},Al^{3+}	हाइड्रॉक्साइड $Fe(OH)_3$, $Al(OH)_3$
IV	NH_4Cl तथा NH_4OH की उपस्थिति मे H_2S गैसं	Zn^{2+} , Mn^{2+} Ni^{2+}, Co^{2+}	सल्फाइड –ZnS MnS, NiS, CoS
V	NH_4Cl तथा NH_4OH की उपस्थिति में $(NH_4)_2CO_3$	Ba^{2+} , Sr^{2+} Ca^{2+}	कार्बोनेट $BaCO_3$, $SrCO_3$, $CaCO_3$
VI	NH_4Cl तथा NH_4OH की उपस्थिति में NH_2HPO_4	Mg^{2+}	फास्फेट – $Mg(NH_4)PO_4$
0	-----	NH_4^+	———

लवण का मूल विलयन बनाना (Preparation of Original Solution (OS) of the Salt) —

क्षारीय मूलकों का क्रमबद्ध आर्द्र परीक्षण विलयन में किया जाता है। अतः क्षारीय मूलकों के निश्चयात्मक परीक्षण के लिए सबसे पहले उनका मूल विलयन (OS) बनाना आवश्यक है। मूल विलयन बनाने के लिए विभिन्न विलायकों को निम्न क्रम में उपयोग में लाया जाता है —

(i) आसुत जल (ठण्डा एवं गर्म)
(ii) तनु HCl (ठण्डा एवं गर्म)
(iii) सान्द्र HCl (ठण्डा एवं गर्म)
(iv) तनु HNO_3 (ठण्डा एवं गर्म)
(v) सान्द्र HNO_3 (ठण्डा एवं गर्म)
(vi) अम्ल राज (तीन भाग सान्द्र HCl + एक भाग सान्द्र HNO_3)

नोट — आपको जल या तनु HCl में विलेय लवण दिया जायेगा। अतः अन्य विलायकों में विलयन बनाने का प्रयत्न नहीं करना चाहिए।

मूल विलयन बनाने की विधि — लवण का मूल विलयन बनाने के लिये एक परखनली में थोड़ा लवण का चूर्ण लेकर इसमें आसुत जल मिलाकर इच्छी तरह से हिलाओ। यदि लवण घुल जाता है तो अधिक लवण लेकर तथा अधिक आसुत जल मिलाकर अच्छी तरह से हिलाकर ज्यादा विलयन बनाओ। यही विलयन लवण का मूल विलयन है। यदि लवण ठण्डे जल में नहीं घुलता है तो इसे कुछ समय तक गर्म करो। यदि गर्म करने पर भी लवण अविलेय रहता है तो ठण्डा करके इसी परखनली में थोड़ा सान्द्र HCl मिला कर विलयन बनाओ। सान्द्र HCl जल से मिलकर तनु हो जाता है। यदि लवण ठण्डे में विलेय न हो तो इसे कुछ समय तक गर्म करो।

नोट – (i) मूल विलयन पारदर्शी होना चाहिए तथा एक बार में ही अधिक मात्रा में मूल विलयन बनाकर रख लेना चाहिए।

(ii) यदि विलयन बनाते समय कोई गैस निकलती है तो गैस को गर्म करके पूर्ण रूप से निकाल देना चाहिए।

(iii) यदि विलयन तनु HCl में बना हो तो लवण में प्रथम समूह के क्षारीय मूलक अनुपस्थित है।

(iv) यदि लवण गर्म जल में घुलनशील है और ठण्डा होने पर श्वेत अवक्षेप बनता है तो लवण लैड क्लोराइड हो सकता है।

(v) अमोनियम मूलक का परीक्षण सबसे पहले करना चाहिए, क्योंकि इसके परीक्षण में कोई दूसरा मूलक बाधा नहीं डालता।

विभिन्न क्षारीय मूलकों का परीक्षण – क्षारीय मूलकों का परीक्षण उनके समूह के क्रम में ही करते हैं। यहां पर विभिन्न समूहों के उन्हीं क्षारीय मूलकों के परीक्षण दिये जा रहे हैं जो आप के पाठ्यक्रम में सम्मिलित हैं।

शून्य समूह के क्षारीय मूलक का परीक्षण :– NH_4^+ का परीक्षण

क्षारीय मूलकों के आर्द्र परीक्षण में कई परीक्षणों में NH_4Cl तथा NH_4OH मिलाते हैं इसलिए NH_4^+ का परीक्षण प्रारम्भ में ठोस लवण से करते है।

विधि – NH_4^+ का परीक्षण करने के लिए एक शुष्क परखनली में थोड़ा लवण लेकर इसमें 2–3 सेमी^{3} सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन डालकर गर्म करो तथा निकलने वाली गैस को सावधानी पूर्वक सूंघो। यदि गैस में अमोनिया (NH_3^+) की गन्ध आती है तो लवण में NH_4^+ मूलक उपस्थित है। अमोनिया गैस को निम्न परीक्षणों के आधार पर निश्चित करो –

(i) परखनली के मुँह पर सान्द्र HCl से भीगी कांच की छड़ को रखो, श्वेत धूम निकलते हैं।

(ii) परखनली के मुँह पर मर्क्यूरस नाइट्रेट के विलयन से भीगा फिल्टर पत्र ले जाओ, फिल्टर पत्र काला पड़ जाता है।

(iii) उत्पन्न गैस को दूसरी परखनली में लिये गये नैसलर अभिकर्मक में प्रवाहित करो, लाल भूरा अवक्षेप प्राप्त होता हैं।

(iv) परखनली के मुंह पर कॉपर सल्फेट से भीगा फिल्टर पत्र ले जाओ, फिल्टर पत्र गहरा नीला हो जाता है।

NH_4^+ के परीक्षण के रासायनिक अभिक्रियाएं –

NaOH परीक्षण, $\underset{\text{लवण}}{NH_4Cl} + NaOH \rightarrow NaCl + H_2O + NH_3$

$$NH_3 + HCl \rightarrow \underset{\text{श्वेत धूम्र}}{NH_4Cl}$$

मर्क्यूरस नाइट्रेट परीक्षण

$$Hg_2(NO_3)_2 + 2NH_3 \rightarrow \underset{\text{काला}}{Hg(NH_2)NO_3} + Hg + NH_4NO_3$$

नैसलर परीक्षण

$$2K_2[HgI_4] + NH_3 + 3KOH \rightarrow \underset{\text{भूरा}}{H_2NHgO.HgI} + 7KI + 2H_2O$$

कॉपर सल्फेट परीक्षण

$$CuSO_4 + 4NH_3 \rightarrow \underset{\text{गहरा नीला}}{[Cu(NH_3)_4]SO_4}$$

प्रथम समूह के क्षारीय मूलकों का परीक्षण – Pb^{2+} का परीक्षण –

विधि – एक परखनली में लवण के ठण्डे जल में बने मूल विलयन (OS) की थोड़ी मात्रा लेकर इसमें तनु HCl मिलाओ। यदि श्वेत अवक्षेप बनता है तो Pb^{2+} हो सकता है। इसे निम्न परीक्षणों से निश्चित करो –

उपर्युक्त अवक्षेप को छान कर जल से अच्छी तरह धोकर। फिर इसमें थोड़ा आसुत जल मिलाकर उबालो तथा प्राप्त विलयन को तीन भागों में अलग–अलग परखनलियों में ले कर निम्न प्रयोग करो।

(i) एक परखनली को नल के नीचे जल से ठण्डा करो, श्वेत अवक्षेप बनता है।

(ii) दूसरे परखनली में पोटैशियम आयोडाइड विलयन डालो, पीला अवक्षेप प्राप्त होता है।

(iii) तीसरे परखनली में पोटैशियम क्रोमेट विलयन डालो, पीला अवक्षेप बनता है।

Pb^{2+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएँ –

$$\underset{\text{मूल विलयन}}{Pb(NO_3)_2} + 2HCl \rightarrow \underset{\text{श्वेत}}{PbCl_2 \downarrow} + HNO_3$$

गर्म करने पर $PbCl_2$ जल में घुल जाता है क्योंकि यह गर्म जल में विलेय है लेकिन ठण्डा करने पर श्वेत अवक्षेप देता है क्योंकि ठण्डे जल में यह कम घुलनशील है।

पोटैशियम आयोडाइड परीक्षण – $\underset{\text{गर्म विलयन}}{PbCl_2} + 2\,KI \rightarrow \underset{\text{पीला}}{PbI_2 \downarrow} + 2KCl$

पोटैशियम क्रोमेट परीक्षण $\underset{\text{गर्म विलयन}}{PbCl_2} + K_2CrO_4 \rightarrow \underset{\text{पीला}}{PbCrO_4 \downarrow} + 2KCl$

द्वितीय समूह के क्षारीय मूलकों का परीक्षण

$Pb^{2+}, Cu^{2+}, As^{3+}$ का परीक्षण –

विधि :– एक परखनली में थोड़ा लवण का मूल विलयन लेकर इसे तनु HCl से अम्लीय करने के बाद इसमें H_2S गैस प्रवाहित करो। यदि काला या पीला अवक्षेप बनता है तो Pb^{2+}, Cu^{2+} तथा As^{3+} में से कोई एक मूलक हो सकता है यदि अवक्षेप नहीं बनता है तो ये मूलक अनुपस्थित है।

काला अवक्षेप होने पर Pb^{2+} या Cu^{2+} हो सकता है तथा पीला अवक्षेप होने पर As^{3+} हो सकता है।

रासायनिक अभिक्रियाएँ –

$$Pb(NO_3)_2 + H_2S \rightarrow PbS \downarrow + 2HNO_3$$

मूल विलयन काला

$$CuCl_2 + H_2S \rightarrow CuS \downarrow + 2HCl$$

मूल विलयन काला

$$2AsCl_3 + 3H_2S \rightarrow As_2S_3 \downarrow + 6HCl$$

मूल विलयन पीला

काले अवक्षेप का परीक्षण – Pb^{2+} या Cu^{2+} का परीक्षण –

काले अवक्षेप को छानकर एक परखनली में लेकर इसे 50 प्रतिशत HNO_3 के साथ गर्म करके घोलो तथा विलयन को आधा–आधा करके दो परखनलियों में लो। एक परखनली में तनु H_2SO_4 तथा एथिल ऐल्कोहॉल मिलाओ। यदि श्वेत अवक्षेप बनता है तो Pb^{2+} है और अवक्षेप नहीं बनता है तो Cu^{2+} है। इनका निश्चयात्मक परीक्षण निम्न प्रकार से करो –

Pb^{2+} का परीक्षण – उपर्युक्त श्वेत अवक्षेप को छानकर गर्म अमोनियम ऐसीटेट विलयन में घोल कर विलयन को थोड़ा–थोड़ा करके दो परखनलियों में लो।

(i) एक परखनली में पोटैशियम आयोडाइड विलयन मिलाओ, पीला अवक्षेप बनता है।

(ii) दूसरे परखनली में थोडा CH_3COOH अम्ल तथा लैड क्रोमेट विलयन मिलाओ, पीला अवक्षेप बनता है जो NaOH में घुल जाता है।

Pb^{2+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएं –

$$3PbS + 8HNO_3 \xrightarrow{\Delta} 3Pb(NO_3)_2 + 4H_2O + 2NO + 3S$$

अवक्षेप विलेय

H_2SO_4 परीक्षण –

(i) $Pb(NO_3)_2 + H_2SO_4 \rightarrow PbSO_4\downarrow + 2HNO_3$

श्वेत

(ii) $PbSO_4 + 2CH_3COONH_4 \rightarrow (CH_3COO)_2Pb + (NH_4)_2SO_4$

अवक्षेप विलेय

KI परीक्षण –

$(CH_3COO)_2 Pb + 2KI \rightarrow PbI_2\downarrow + 2CH_3COOK$

पीला

$\longrightarrow$

K_2CrO_4 परीक्षण –

(i) $(CH_3COO)_2 Pb + K_2CrO_4 \rightarrow PbCrO_4\downarrow + 2CH_3COOK$

पीला

(ii) $PbCrO_4 + 4NaOH \rightarrow Na_2PbO_2 + Na_2CrO_4 + 2H_2O$

अवक्षेप विलेय

Cu^{2+} का परीक्षण :– Pb^{2+} अनुपस्थित होने पर काले अवक्षेप के HNO_3 के विलयन के दूसरे भाग में NH_4OH अधिक मात्रा में मिलाओ। नीले रंग का विलयन प्राप्त हो तो Cu^{2+} हो सकता है। इसका निश्चयात्मक परीक्षण निम्न प्रकार से करो।

(i) एक परखनली में नीले विलयन की थोडी मात्रा लेकर इसे CH_3COOH से अम्लीय करके पोटैशियम फैरोसायनाइड विलयन मिलाओ, चाकलेटी भूरा अवक्षेप प्राप्त होता है।

(ii) नीले विलयन के शेष भाग में CH_3COOH अम्ल तथा पोटैशियम आयोडाइड विलयन मिलाओ, भूरे विलयन में श्वेत अवक्षेप बनता है।

Cu^{2+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएँ

$$3CuS + 8HNO_3 \rightarrow 3Cu(NO_3)_2 + 4H_2O + 2NO + 3S$$

NH_4OH परीक्षण

$$Cu(NO_3)_2 + 4NH_4OH \rightarrow [Cu(NH_3)_4](NO_3)_2 + 4H_2O$$

नीला विलयन

$K_4[Fe(CN)_6]$ परीक्षण –

(i) $[Cu(NH_3)_4](NO_3)_2 + 4CH_3COOH \rightarrow Cu(NO_3)_2 + 4CH_3COONH_4$

(ii) $2Cu(NO_3)_2 + K_4[Fe(CN)_6] \rightarrow Cu_2[Fe(CN)_6]\downarrow + 4KNO_3$

चाकलेटी रंग

KI परीक्षण –

$2Cu(NO_3)_2 + 4KI \rightarrow Cu_2I_2\downarrow + I_2 + 4KNO_3$

श्वेत भूरा

शुष्क परीक्षण – सुहागा मनका परीक्षण –

(i) ऑक्सीकारक ज्वाला में हरा या हरा–नीला रंग

(ii) अपचायक ज्वाला में लाल अपारदर्शी

As^{3+} का परीक्षण :– द्वितीय समूह के परीक्षण में लवण के विलयन में तनु HCl डालकर H_2S गैस प्रवाहित करने पर यदि पीला अवक्षेप प्राप्त होता है तो As^{3+} हो सकता है। इसे निम्न परीक्षणों के द्वारा निश्चित करो–

पीले अवक्षेप को छानकर एक परखनली में लेकर सान्द्र HNO_3 में घोलकर विलयन को आधा–आधा दो परखनलियों में लो।

(i) एक परखनली में अमोनियम मोलिब्डेट विलयन डालकर गर्म करो, पीला अवक्षेप प्राप्त होता है।

(ii) दूसरी परखनली में NH_4Cl तथा NH_4OH अधिक मात्रा में मिलाकर फिर $MgSO_4$ का विलयन मिलाओ, श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है।

As^{3+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएँ

$3As_2S_3 + 28HNO_3 + 4H_2O \rightarrow 6H_3AsO_4 + 28NO + 9H_2SO_4$

विलेय

$(NH_4)_2MoO_4$ परीक्षण

$H_3AsO_4 + 12(NH_4)_2MoO_4 + 21HNO_3 \rightarrow$

$(NH_4)_3AsO_4.12MoO_3 + 21NH_4NO_3 + 12H_2O$

पीला

$MgSO_4$ परीक्षण –

$H_3AsO_4 + MgSO_4 + 3NH_4OH \rightarrow Mg(NH_4)AsO_4\downarrow$ श्वेत $+ (NH_4)_2SO_4 + 3H_2O$

नोट – (i) कभी–कभी लवण में ऑक्सीकरण मूलक जैसे NO_3^-, SO_3^{2-} आदि उपस्थित होने पर विलयन में H_2S गैस प्रवाहित करने पर सल्फर का हल्का पीला अवक्षेप प्राप्त होता है। जो H_2S के ऑक्सीकरण से प्राप्त होता है। इसे As_2S_3 का अवक्षेप नहीं समझना चाहिए। यह छानने पर प्रायः फिल्टर पत्र से निकल जाता है।

(ii) लैड प्रायः बदलते हुए रंगों में अवक्षेपित होता है। पहले लाल–भूरे, फिर भूरे और अन्त में काले रंग के अवक्षेप के रूप में अवक्षेपित होता है।

(iii) लैड का परीक्षण प्रथम समूह में हो जाता है तो दूसरे समूह में परीक्षण करने की आवश्यकता नहीं है।

तृतीय समूह के मूलकों का परीक्षण – Fe^{3+} तथा Al^{3+} का परीक्षण –

विधि – एक परखनली में थोड़ा लवण का मूल विलयन लेकर इसमें थोड़ा सान्द्र HNO_3 मिलाकर कुछ देर तक उबालो। फिर ठण्डा करके इसमें थोड़ा ठोस NH_4Cl मिलाकर धीरे–धीरे NH_4OH विलयन अधिक मात्रा में मिलाओ जिससे कि परखनली में से अमोनिया की गंध आने लगे। इसे थोड़ा गर्म करो। यदि कत्थई या भूरा जिलेटिनी अवक्षेप प्राप्त हो तो $\mathbf{Fe^{3+}}$ हो सकता है और श्वेत जिलेटिनी अवक्षेप प्राप्त हो तो $\mathbf{Al^{3+}}$ हो सकता है।

रासायनिक अभिक्रियाएं :–

$$FeCl_3 + 3\,NH_4OH \xrightarrow{NH_4Cl} Fe(OH)_3 \downarrow + 3\,NH_4Cl$$

मूल विलयन — कत्थई–भूरा

$$AlCl_3 + 3\,NH_4OH \xrightarrow{NH_4Cl} Al(OH)_3 \downarrow + 3\,NH_4Cl$$

मूल विलयन — श्वेत–जिलेटिनी

यदि NH_4Cl तथा NH_4OH मिलाने पर अवक्षेपन न आये तो इसे चतुर्थ समूह के आयनों के परीक्षण के लिये उपयोग में लिया जा सकता है।

$\mathbf{Fe^{3+}}$ का निश्चयात्मक परीक्षण – भूरे अवक्षेप को छान कर एक परखनली में लेकर तनु HCl के साथ गर्म करके विलयन बनाओ और विलयन को आधा–आधा दो परखनलियों में लो –

(1) प्रथम परखनली में $K_4[Fe(CN)_6]$ (पोटैशियम फैरोसायनाइड) का विलयन मिलाओ, प्रुशियन नीला विलयन या अवक्षेप प्राप्त होता है।

(2) दूसरी परखनली में KCNS (पोटैशियम थायोसायनेट) विलयन मिलाओ, गहरे लाल रंग का विलयन प्राप्त होता है।

$\mathbf{Fe^{3+}}$ के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएँ

$$Fe(OH)_3 + 3\,HCl \rightarrow FeCl_3 + 3H_2O \longrightarrow$$

अवक्षेप — विलेय

$\mathbf{K_4\,[Fe(CN_6]}$ परीक्षण

$$4FeCl_3 + 3K_4[Fe(CN)_6] \rightarrow Fe_4[Fe(CN)_6] + 12\,KCl$$

प्रुशियन नीला

KCNS परीक्षण –

$$FeCl_3 + 3\,KCNS \rightarrow Fe(CNS)_3 + 3KCl$$

गहरा लाल रंग

शुष्क परीक्षण – सुहागा मनका परीक्षण – पीला मनका

$\mathbf{Al^{3+}}$ का परीक्षण – श्वेत जिलेटिनी अवक्षेप को NaOH के आधिक्य में विलेय करके प्राप्त विलयन को बराबर–बराबर तीन परखनलियों में लो –

(1) प्रथम परखनली में ठोस NH_4Cl डाल कर उबालो, श्वेत जिलेटिनी अवक्षेप प्राप्त होता है।

(2) दूसरी परखनली में दो–तीन बूंद नीला लिटमस विलयन मिलाकर अमोनिया की गंध आने तक NH_4OH मिलाओ, नीला तैरता हुआ अवक्षेप प्राप्त होता है जिसे नीला लेक (Blue lake) कहते है।

शुष्क परीक्षण – कोबाल्ट नाइट्रेट परीक्षण – नीला अवशेष

Al^{3+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएं –

$$Al(OH)_3 + NaOH \rightarrow NaAlO_2 + 2H_2O$$

अवक्षेप विलेय

NH_4 Cl परीक्षण

$$NaAlO_2 + NH_4Cl + H_2O \xrightarrow{\Delta} Al(OH)_3 \downarrow + NaCl + NH_3\uparrow$$

श्वेत अवक्षेप

नोट – (1) NH_4Cl ठोस मिलाना चाहिये।

(2) NH_4OH आधिक्य में मिलाना चाहिये जिससे अमोनिया की गन्ध आने लगे।

(3) NH_4OH मिलाने से पहले NH_4Cl मिलाना चाहिए अन्यथा चतुर्थ समूह के मूलकों के Zn^{2+}, Mn^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, हाइडॉक्साइड अवक्षेपित हो सकते है।

(4) गर्म विलयन में NH_4OH नहीं डालना चाहिये क्योंकि गर्म विलयन में यह H_2O व NH_3 में अपघटित हो जाता है। जिससे तृतीय समूह के मूलक Al^{3+} या Fe^{3+} का पूर्ण अवक्षेपण नहीं हो सकता है।

(5) NH_4Cl तथा NH_4OH मिलाने से पहले मूल विलयन को सान्द्र HNO_3 के साथ अच्छी तरह उबालना चाहिये इससे फैरस आयन (Fe^{2+}) का ऑक्सीकरण फैरिक आयन (Fe^{3+}) में हो जाता है।

चतुर्थ समूह के मूलकों का परीक्षण – Zn^{2+}, Mn^{2+},Cn^{2+} ,Ni^{2+},का परीक्षण–

विधि – तृतीय समूह के मूलकों के परीक्षण के समय यदि अवक्षेप न आये तो उसी विलयन में H_2S गैस प्रवाहित करो अथवा एक परखनली में थोड़ा मूल विलयन लेकर इसमें पहले NH_4Cl तथा फिर NH_4OH अधिक मात्रा में मिलाकर H_2S गैस प्रवाहित करो। यदि अवक्षेप प्राप्त होता है तो चतुर्थ समूह का मूलक उपस्थित है। अवक्षेप को छान लो इससे चतुर्थ समूह के मूलकों का परीक्षण करो। अवक्षेप के रंग के आधार पर उपस्थित मूलक का अनुमान निम्न प्रकार से लगाया जा सकता है।

श्वेत या हल्का स्लेटी अवक्षेप	**Zn^{2+}**
हल्का गुलाबी अवक्षेप	**Mn^{2+}**
काला अवक्षेप	**Co^{2+} ,Ni^{2+}**

रासायनिक अभिक्रियाएं –

$$ZnCl_2 + 2NH_4OH \xrightarrow{NH_4Cl} Zn(OH)_2 + 2NH_4Cl$$
लवण विलेय

$$MnCl_2 + 2NH_4OH \xrightarrow{NH_4Cl} Mn(OH)_2 + 2NH_4Cl$$
लवण विलेय

$$NiCl_2 + 2NH_4OH \xrightarrow{NH_4Cl} Ni(OH)_2 + 2NH_4Cl$$
लवण विलेय

$$CoCl_2 + 2NH_4OH \xrightarrow{NH_4Cl} Co(OH)_2 + 2NH_4Cl$$
लवण विलेय

$$Zn(OH)_2 + H_2S \rightarrow ZnS\downarrow + 2H_2O$$
श्वेत या स्लेटी

$$Mn(OH)_2 + H_2S \rightarrow MnS\downarrow + 2H_2O$$
गुलाबी

$$Co(OH)_2 + H_2S \rightarrow CoS\downarrow + 2H_2O$$
काला

$$Ni(OH)_2 + H_2S \rightarrow NiS\downarrow + 2H_2O$$
काला

Zn^{2+} का निश्चयात्मक परीक्षण – श्वेत या स्लेटी अवक्षेप को तनु HCl में घोलो तथा विलयन को उबालकर इसमें से H_2S को निकालो। इस विलयन को बराबर–बराबर दो परखनलियों में लो –

(1) प्रथम परखनली में NaOH विलयन मिलाओ, श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है जो NaOH के आधिक्य में घुल जाता है।

(2) उपर्युक्त विलयन में H_2S गैस प्रवाहित करो, श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है।

(3) दूसरी परखनली में पोटैशियम फैरोसायनाइड विलयन मिलाओ, श्वेत या आसमानी नीला अवक्षेप प्राप्त होता है।

शुष्क परीक्षण – चारकोल/केविटी/कोबाल्ट नाइट्रेट परीक्षण – हरा अवशेष

Zn^{2+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएँ –

HCl के परीक्षण $ZnS + 2\,HCl \rightarrow ZnCl_2 + H_2S\uparrow$

NaOH के साथ परीक्षण (i) $ZnCl_2 + 2NaOH \rightarrow Zn(OH)_2\downarrow + 2NaCl$
श्वेत

(ii) $Zn(OH)_2 + 2NaOH \rightarrow Na_2ZnO_2 + 2H_2O$
विलेय

H_2S के साथ परीक्षण

$$Na_2ZnO_2 + H_2S \rightarrow ZnS\downarrow + 2NaOH$$
श्वेत

पोटैशियम फैरोसायनाइड परीक्षण –

$$2ZnCl_2 + K_4[Fe(CN)_6] \rightarrow Zn_2[Fe(CN)_6]\downarrow + 4KCl$$
श्वेत या आसमानी नीला

Mn^{2+} का निश्चयात्मक परीक्षण – (1) गुलाबी रंग के अवक्षेप को तनु HCl में घोलकर विलयन को उबालकर इसमें से H_2S को निकालो। इसे ठण्डा करके NaOH विलयन मिलाकर हिलाओ, श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है, जिसमें ब्रोमीन जल डालने पर काला या भूरा हो जाता है।

(2) उपर्युक्त काले अवक्षेप को सान्द्र HNO_3 में घोल कर इसमें ठोस लैड परॉक्साइड डालकर उबालो। ठण्डा होने पर विलयन का रंग गुलाबी हो जाता है।

(3) मूल लवण को तनु HNO_3 में घोलकर ठोस सोडियम बिस्मथेट मिलाकर गर्म करो, गुलाबी रंग का विलयन प्राप्त होता है।

शुष्क परीक्षण – गलन मिश्रण परीक्षण – बैंगनी रंग का अवशेष

Mn^{2+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएँ –

$$MnS + 2\,HCl \rightarrow MnCl_2 + H_2S$$

अवक्षेप विलेय

NaOH के साथ परीक्षण

(i) $MnCl_2 + 2NaOH \rightarrow Mn(OH)_2\downarrow + 2NaCl$

श्वेत

(ii) $Br_2 + H_2O \rightarrow 2\,HBr + O$

(ii) $Mn(OH)_2 + O \rightarrow MnO_2\downarrow + H_2O$

काला

PbO_2 के साथ परीक्षण

(i) $2MnO_2 + 4HNO_3 \rightarrow 2Mn(NO_3)_2 + 2H_2O + O_2$

(ii) $2Mn(NO_3)_2 + 5PbO_2 + 6HNO_3 \rightarrow$

$2HMnO_4$ (गुलाबी रंग) $+ 5Pb(NO_3)_2 + 2H_2O$

$NaBiO_2$ के साथ परीक्षण

$2Mn(NO_3)_2 + 5NaBiO_3 + 16HNO_3 \rightarrow$

$2HMnO_4$ (गुलाबी रंग) $+ 5Bi(NO_3)_3 + 5NaNO_3 + 7H_2O$

Co^{2+} का निश्चयात्मक परीक्षण – काले अवक्षेप को पॉर्सिलेन की प्याली में अम्लराज मेंघोल कर विलयन को उबालकर सुखा लो। ठण्डा करके इसमें जल मिलाकर विलयन बनाओ। इस विलयन को बराबर–बराबर 3 परखनलियों में लो।

(1) प्रथम परखनली में अमोनियम हाइड्रॉक्साइड मिलाकर उदासीन करके ऐसीटिक अम्ल तथा ठोस पोटैशियम नाइट्राइट मिलाओ, पीला अवक्षेप बनता है।

(2) दूसरी परखनली में थोड़ा ईथर मिलाकर अमोनियम थायोसायनेट के क्रिस्टल डालकर हिलाओ, ईथर की परत का रंग नीला हो जाता है।

(3) तीसरी परखनली में सोडियम बाइकार्बोनेट तथा ब्रोमीन जल मिलाकर गर्म करो, हरा अवक्षेप बनता है।

शुष्क परीक्षण – सुहागा मनका परीक्षण – नीले रंग का मनका

Co^{2+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएँ –

$$3CoS + (6\,HCl + 2HNO_3) \rightarrow 3CoCl_2 + 2NO\uparrow + 3\,S + 4H_2O$$

अवक्षेप अम्ल राज विलेय

पोटैशियम नाइट्राइट परीक्षण

$CoCl_2 + 6\,KNO_2 + 2CH_3COOH \rightarrow K_3(Co(NO_2)_6]\downarrow$ (पीला)

$+ 2KCl + CH_3COOK$

अमोनियम थायोसायनेट के परीक्षण

$CoCl_2 + 4NH_4SCN \xrightarrow{\text{ईथर}} (NH_4)_2\,[Co(CNS)_4] + 4NH_4Cl$

नीला रंग

सोडियम बाइकार्बोनेट परीक्षण

(i) $CoCl_2 + 2NaHCO_3 \rightarrow CoCO_3 + 2NaCl + H_2O + CO_2$

(ii) $CoCO_3 + 4NaHCO_3 \rightarrow Na_4[Co(CO_3)_3] + 2CO_2 + 2H_2O$

(iii) $Br_2 + 2NaHCO_3 \rightarrow 2NaBr + H_2O + 2CO_2 + O$

(iv) $2Na_4[Co(CO_3)_3] + 2NaHCO_3 + O \rightarrow 2Na_3[Co(CO_3)_3]\downarrow$ हरा

$+ 2\,Na_2CO_3 + H_2O$

Ni^{2+} का निश्चयात्मक परीक्षण – काले अवक्षेप को पॉर्सिलेन की प्याली में अम्लराज में घोल कर विलयन को उबालकर सुखा लो। ठण्डा करके इसमें जल मिलाकर विलयन बनाओ। तथा प्राप्त विलयन के शेष तीन भागों से **Ni^{2+}** के परीक्षण करो।

(1) प्रथम भाग + NH_4OH + डाई मेथिल ग्लाइऑक्सिम मिलाने पर – लाल गुलाबी रंग का अवक्षेप बनता है।

(2) दूसरा भाग + ठोस $NaHCO_3$ + Br_2 जल मिलाकर गर्म करने पर – काला अवक्षेप आता है।

(3) तीसरा भाग + α नाइट्रोसो – β – नेफ्थॉल मिलाने पर – भूरा अवक्षेप आता है।
शुष्क परीक्षण – सुहागा मनका परीक्षण – भूरे रंग की मनका

Ni^{2+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएं –

$$NiS + \underbrace{2\,HNO_3 + 6HCl}_{\text{अम्ल राज}} \rightarrow 2NiCl_2 + 2NO + 3S + 4H_2O$$

(i) $$NiCl_2 + 2NH_4OH + 2\begin{array}{c} CH_3 - C = NOH \\ | \\ CH_3 - C = NOH \end{array} \rightarrow 2\,NH_4Cl + 2H_2O + (C_4H_7N_2O_2)_2\,Ni$$

डाइमेथिल ग्लाइऑक्सीम $(C_4H_8N_2O_2)$ — $(C_4H_7N_2O_2)_2\,Ni$ गुलाबी रंग

(ii) $NiCl_2 + 2\,NaHCO_3 \rightarrow NiCO_3 + 2\,NaCl + H_2O + CO_2$

$Br_2 + H_2O \rightarrow 2HBr + O$

$2NiCO_3 + O \rightarrow Ni_2O_3 + 2CO_2$

(निकिलिस ऑक्साइड)
(काला अवक्षेप)

पंचम समूह के मूलकों का परीक्षण – Ba^{2+}, Sr^{2+}, Ca^{2+} का परीक्षण –

विधि – एक परखनली में थोड़ा लवण का मूल विलयन लेकर इसमें ठोस अमोनियम क्लोराइड मिलाकर उबालों तथा ठण्डा करके अमोनिया की गन्ध आने तक अमोनियम हाइड्रॉक्साइड मिलाकर अमोनियम कार्बोनेट विलयन मिलाओ। श्वेत अवक्षेप प्राप्त हो तो पंचम समूह के मूलकों में से कोई एक मूलक उपस्थित हो सकता है।

रासायनिक अभिक्रियाएं –

$$\underset{\text{लवण}}{BaCl_2} + (NH_4)_2CO_3 \xrightarrow{NH_4OH} \underset{\text{श्वेत}}{BaCO_3}\downarrow + 2\,NH_4Cl$$

$$\underset{\text{लवण}}{SrCl_2} + (NH_4)_2CO_3 \xrightarrow{NH_4OH} \underset{\text{श्वेत}}{SrCO_3}\downarrow + 2\,NH_4Cl$$

$CaCl_2 + (NH_4)_2CO_3 \xrightarrow{NH_4OH} CaCO_3 \downarrow + 2\,NH_4Cl$

लवण श्वेत

अवक्षेप को छानकर जल से धोओ तथा ऐसिटिक अम्ल की न्यून मात्रा में घोलकर विलयन बनाओ। इस विलयन को बराबर–बराबर तीन परखनलियों में लो और Ba^{2+}, Sr^{2+} तथा Ca^{2+} को निम्न क्रम में परीक्षण करो –

Ba^{2+} का निश्चयात्मक परीक्षण – प्रथम परखनली में कुछ बूंदे पोटैशियम क्रोमेट की डालो। पीला अवक्षेप प्राप्त हो तो Ba^{2+} उपस्थित है।

शुष्क परीक्षण – ज्वाला परीक्षण – सेव जैसी हरी ज्वाला।

Ba^{2+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएं –

$BaCO_3 + 2\,CH_3\,COOH \rightarrow (CH_3\,COO)_2Ba + CO_2 + H_2O$

अवक्षेप विलेय

$CH_3COO)_2Ba + K_2CrO_4 \rightarrow BaCrO_4 + 2CH_3COOK$

पीला

Sr^{2+} का निश्चयात्मक परीक्षण – यदि Ba^{2+} अनुपस्थित हो तो दूसरी परखनली में थोड़ा अमोनियम सल्फेट विलयन मिलाकर गर्म करो। श्वेत अवक्षेप प्राप्त हो तो Sr^{2+} उपस्थित है।

शुष्क परीक्षण – ज्वाला परीक्षण – स्थायी किरमिची लाल ज्वाला

Sr^{2+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएं –

$SrCO_3 + 2\,CH_3\,COOH \rightarrow (CH_3\,COO)_2Sr + CO_2 + H_2O$

अवक्षेप विलेय

$(CH_3COO)_2Sr + (NH_4)_2SO_4 \rightarrow SrSO_4 \downarrow + 2CH_3COONH_4$

श्वेत

Ca^{2+} का निश्चयात्मक परीक्षण – यदि Ba^{2+} तथा Sr^{2+} अनुपस्थित हो तो तीसरी परखनली में अमोनियम ऑक्सेलेट विलयन मिलाओ श्वेत अवक्षेप प्राप्त हो तो Ca^{2+} उपस्थित है।

शुष्क परीक्षण – ज्वाला परीक्षण – अस्थाई ईंट के समान लाल ज्वाला।

Ca^{2+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएं –

$CaCO_3 + 2\,CH_3\,COOH \rightarrow (CH_3\,COO)_2Ca + CO_2 + H_2O$

अवक्षेप विलेय

$(CH_3COO)_2Ca + (NH_4)_2C_2O_4 \rightarrow CaC_2O_4 \downarrow + 2CH_3COONH_4$

श्वेत

नोट – (1) अमोनिमय क्लोराइड की उचित मात्रा का उपयोग करना चाहिए। अमोनियम क्लोरइाड की मात्रा अधिक होने पर पंचम समूह के मूलक का पूर्ण अवक्षेपण नहीं हो पाता तथा कम होने पर मैग्नीशियम कार्बोनेट अवक्षेपित हो जाता है।

(2) पंचम समूह के श्वेत अवक्षेप को ऐसीटिक अम्ल की न्यून मात्रा में ही घोलना चाहिए। अधिक ऐसीटिक अम्ल में बेरियम क्रोमेट का अवक्षेपण कठिनाई से होता है।

(3) पंचम समूह के धनायनों का परीक्षण Ba^{2+}, Sr^{2+} तथा Ca^{2+} के क्रम में ही करना चाहिए। पहले Ba^{2+} का परीक्षण करना चाहिए, यदि Ba^{2+} अनुपस्थित हो तभी Sr^{2+} का और Ba^{2+} तथा Sr^{2+} दोनों अनुपस्थित हो तभी Ca^{2+} का परीक्षण करना चाहिए।

(4) बेरियम क्रोमेट, स्ट्रान्शियम सल्फेट तथा कैल्सियम ऑक्जेलेट की विलेयता गुणनफल में अन्तर कम होता है। अत' इनका शुष्क परीक्षण अवश्य करना चाहिए।

षष्ठम् समूह के मूलकों का परीक्षण – Mg^{2+} का परीक्षण

विधि – एक परखनली में थोड़ा लवण का मूल विलयन लेकर इसमे थोड़ा ठोस अमोनियम क्लोराइड और अधिक मात्रा में अमोनियम हाइड्रॉक्साइड मिलाकर डाइसोडियम हाइड्रोजन फॉस्फेट मिलाकर परखनली की दीवार को कांच की छड़ से रगड़ो। श्वेत अवक्षेप प्राप्त हो तो Mg^{2+} हो सकता है।

रासायनिक अभिक्रियाएं –

$MgCl_2 + Na_2HPO_4 + NH_4OH \rightarrow Mg(NH_4)PO_4 \downarrow$ (श्वेत) $+ 2NaCl + H_2O$

अवक्षेप

Mg^{2+} का निश्चयात्मक परीक्षण – उपर्युक्त श्वेत अवक्षेप को छानकर एक परखनली में लेकर इसे की न्यून मात्रा में घोलकर सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन मिलाकर क्षारीय करो तथा बराबर–बराबर दो परखनलियों में लो –

(1) प्रथम परखनली में कुछ बूंदे टाइटैन येलो डालकर गर्म करो, लाल गुलाबी विलयन या अवक्षेप प्राप्त होता है।

(2) दूसरी परखनली में थोड़ा 'मैग्नेसॉन II' अभिकर्मक मिलाओ, नीले रंग की लेक (Blue Lake) बनती है।

शुष्क परीक्षण – कोबाल्ट नाइट्रेट परीक्षण (राख परीक्षण) – गुलाबी अवशेष

Mg^{2+} के परीक्षण की रासायनिक अभिक्रियाएं –

$Mg(NH_4)PO_4 + 3\ HCl \rightarrow MgCl_2 + H_3PO_4 + NH_4Cl$

अवक्षेप विलेय

$MgCl_2 + 2NaOH \rightarrow Mg(OH)_2 + 2NaCl$

$Mg(OH)_2$ + टाइटैन येलो $\rightarrow$ गुलाबी विलयन

$Mg(OH)_2$ + मैग्नेसॉन $\rightarrow$ नीला लेक

* * *