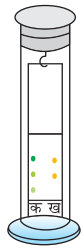
एकक-5

# क्रोमैटोग्रैफी (वर्णलेखिकी)




क्रोमैटोग्रैफी की तकनीक यौगिकों के पृथक्करण, शुद्धिकरण और पहचान के लिए अत्यधिक प्रयुक्त की जाती है। IUPAC के अनुसार क्रोमैटोग्रैफी पृथक्करण की भौतिक विधि है, जिसमें पृथक किए जाने वाले घटक दो प्रावस्थाओं में बँटते हैं, जिनमें से एक स्थाई होती है जबकि दूसरी एक निश्चित दिशा में गतिशील होती है।

स्थाई प्रावस्था या तो संकुलित स्तंभ के रूप में रहती है (स्तंभ या कॉलम क्रोमैटोग्रैफी) अथवा किसी उचित प्रकार के पृष्ठक पदार्थ, जैसे काँच पर चिपकी हुई पतली परत होती है (पतली परत क्रोमैटोग्रैफी)। **कॉलम क्रोमैटोग्रैफी** में गतिशील प्रावस्था को स्थाई प्रावस्था में से, जो एक पैक करा हुआ स्तंभ होता है, बहने दिया जाता है। **पतली परत वर्णलेखिकी** (thin layer chromatography) में गतिशील प्रावस्था केशिका क्रिया द्वारा गति करती है। इसमें स्थाई प्रावस्था की पतली परत द्रव अथवा ठोस हो सकती है और गतिशील प्रावस्था कोई द्रव अथवा कोई गैस हो सकती है। इन प्रावस्थाओं के विभिन्न संभव संयोगों से क्रोमैटोग्रैफी की प्रमुख तकनीकें प्राप्त होती हैं। इनमें से दो का विवरण नीचे दिया गया है।

**विभाजन वर्णलेखिकी** में स्थाई प्रावस्था आवश्यक रूप से अक्रिय आधार पर अधिशोषित द्रव की एक पतली परत होती है। गतिशील प्रावस्था द्रव अथवा गैस हो सकती है। **पेपर क्रोमैटोग्रैफी** विभाजन वर्णलेखिकी का एक उदाहरण है जहाँ पेपर के रंध्रों में रुका हुआ द्रव स्थाई प्रावस्था होता है और कोई दूसरा द्रव गतिशील प्रावस्था होता है। पृथक्करण होना पदार्थ के दो द्रव प्रावस्थाओं के मध्य बँटने पर और क्रोमैटोग्रैफी से पृथक किए जाने वाले पदार्थों पर अक्रिय आधार के अधिशोषण प्रभाव पर निर्भर करता है।

**अधिशोषण वर्णलेखिकी** में स्थाई प्रावस्था बारीक पिसा हुआ ठोस अधिशोषक होता है और गतिशील प्रावस्था सामान्यत: द्रव होती है। पृथकन की प्रक्रिया ठोस की सतह पर मिश्रण के घटकों के चयनात्मक अधिशोषण पर निर्भर करती है।

क्रोमैटोग्रैफी में पदार्थ गतिशील और स्थाई प्रावस्थाओं के बीच साम्यावस्था में रहता है। पदार्थ की स्थाई प्रावस्था के साथ जितनी अधिक अन्योन्यक्रिया होती है उतनी ही इसकी गति मंद हो जाती है।

## प्रयोग 5.1

### उद्देश्य

पत्तों (पालक) और फूलों (गुलाब, गेंदा) में उपस्थित वर्णकों को पेपर क्रोमैटोग्रैफी द्वारा पृथक करना और $R_f$ मान ज्ञात करना।

© NCERT not to be republished

## सिद्धांत

पेपर क्रोमैटोग्रैफी में, निस्यंद पत्र के रंध्रों के मध्य उपस्थित जल के अणु स्थाई प्रावस्था के समान कार्य करते हैं और गतिशील प्रावस्था, हेक्सेन, टॉलुईन, ऐसीटोन जैसे विलायक या विलायकों का मिश्रण जैसे मेथेनॉल – जल मिश्रण इत्यादि होती है। जैसे ही गतिशील प्रावस्था उस स्थान से पार होती है जिस पर नमूना अधिशोषित होता है, यह घटकों की विलेयता के अनुसार उन्हें लगभग तुरंत घोल लेती है और आधार पर गति करते हुए उन्हें अपने साथ ले जाती है।

*मेथेनॉल*

*ऐसीटोन*

*पेट्रोलियम ईथर*

*क्लोरोफॉर्म*

दिए गए ताप और गतिशील प्रावस्था के रूप में चयनित विलायक के लिए क्रोमैटोग्रैफी पेपर पर प्रत्येक पदार्थ की अभिलाक्षणिक गति की दर निर्धारित करना संभव है। यह **मंदन कारक (Retardation factor)** या **$R_f$ मान** कहलाता है। गतिशील प्रावस्था (विलायक) एक ही होने पर भी विभिन्न यौगिकों का $R_f$ मान अलग-अलग होता है। इसके अतिरिक्त, यौगिक का $R_f$ मान विभिन्न विलायकों में अलग होता है। $R_f$ मान को निम्नलिखित व्यंजक द्वारा परिकलित किया जा सकता है।

$$R_f \quad \frac{\text{पदार्थ द्वारा संदर्भ रेखा से तय की गई दूरी (cm)}}{\text{विलायक-अग्र द्वारा संदर्भ रेखा से तय की गई दूरी (cm)}}$$

विलायक-अग्र (solvent front) यौगिक से तेज गति करता है इसलिए पदार्थ का $R_f$ मान सदैव एक से कम होता है। यह भी ध्यान दीजिए कि $R_f$ मान का मात्रक (यूनिट) नहीं होता।

यदि पदार्थ रंगीन हो तो क्रोमैटोग्रैफी पेपर पर इसकी स्थिति आसानी से पता लगाई जा सकती है। यदि पदार्थ रंगहीन हो तो इसकी अभिक्रिया ऐसे अभिकर्मक से की जा सकती है जो इसे अभिलक्षणिक रंग प्रदान करे। इस अभिकर्मक को **'डेवेलपर'** कहते हैं। पेपर क्रोमैटोग्रैफी में आयोडीन सर्वाधिक प्रयुक्त होने वाला डेवेलपर है। निशानों को पहचानने के लिए बहुत सी तकनीकें उपलब्ध हैं।

## आवश्यक सामग्री

- ह्वाटमन निस्यंद पत्र संख्या 1 (अमाप 4 cm  17 cm) – एक
- गैस जार (अमाप 5 cm  20 cm) – एक
- रबड़ कार्क जिसके केंद्र पर हुक हो – एक
- परखनलियाँ – एक

- फूलों का निष्कर्ष और पत्तियों का निष्कर्ष – आवश्यकतानुसार
- आसुत जल – आवश्यकतानुसार
- मेथेनॉल/ऐसीटोन – आवश्यकतानुसार
- पेट्रोलियम ईथर क्वथन परास (60–80°C) – आवश्यकतानुसार
- क्लोरोफॉर्म /ऐसीटोन – आवश्यकतानुसार

## प्रक्रिया

(i) फूलों/पत्तियों को खरल में पीसें और लेप को परखनली में डालें।

(ii) पिसे हुए पदार्थ में मेथेनॉल या ऐसीटोन की थोड़ी सी मात्रा मिलाएं। परखनली

© NCERT not to be republished

को उपयुक्त कॉर्क से बंद करके अच्छी तरह से हिलाएं। पदार्थ को निस्यंदित करके निस्यंद को एक परखनली में इकट्ठा करें और परखनली को कॉर्क से बंद कर दें।

(iii) 4 cm 17 cm अमाप का ह्वाटमन निस्यंद पत्र संख्या 1 लेकर पत्र के एक सिरे से 3 cm की दूरी पर पेंसिल से लाइन खींचें (चित्र 5.1 क)।

(iv) बारीक केशिका से लाइन पर एक निशान 'क' फूलों के निष्कर्ष से बनाएं और निशान 'ख' पत्तियों के निष्कर्ष से बनाएं। इन निशानों को सूखने दें जैसाकि चित्र 5.1 (क) में दर्शाया गया है।

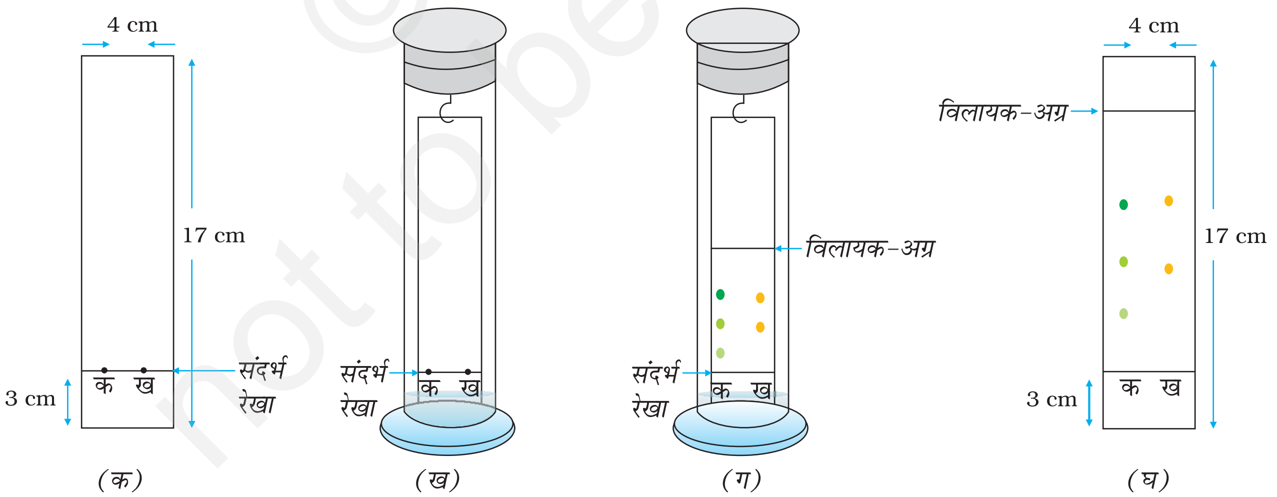
(v) निस्यंद पत्र को जार में लटका दें जिसमें 20 mL पेट्रोलियम-ईथर (क्वथनांक परास 60 – 80°C) और क्लोरोफॉर्म का मिश्रण (19 mL पेट्रोलियम ईथर और 1 mL क्लोरोफॉर्म) हो अथवा पेट्रोलियम ईथर (क्वथन परास 60 – 80°C) और ऐसीटोन का मिश्रण 9:1 के अनुपात में (18 mL पेट्रोलियम ईथर +2 mL ऐसीटोन) हो। पेपर को इस प्रकार लटकाएं कि विलायक संदर्भ रेखा को न छुए जैसा चित्र 5.1 ख में दिया गया है।

(vi) जब तक गतिशील प्रावस्था (विलायक) पेपर की 2/3 लंबाई तक न चढ़ जाए तब तक जार को ऐसे ही रखा रहने दें (चित्र 5.1 ग)।

(vii) निस्यंद पत्र को जार में से निकालें, विलायक-अग्र पर निशान लगाएं और धब्बों के किनारे को पेन्सिल से बहिर्रेखित करें तथा पेपर को सूखने दें।

(viii) विलायक-अग्र द्वारा और विभिन्न धब्बों के केंद्रों द्वारा संदर्भ रेखा से तय की गई दूरी चित्र 5.1 घ के अनुसार मापें।

(ix) पत्तियों और फूलों के निष्कर्ष में उपस्थित वर्णकों की संख्या पता लगाएं।




***चित्र 5.1** - (क) चिह्नित पत्र, (ख) निस्यंद पत्र को विलायक में डुबोना, (ग) विकसित हो रहा क्रोमैटोग्राम (घ) विकसित क्रोमैटोग्राम*

© NCERT not to be republished

(x) उपरोक्त व्यंजक की सहायता से विभिन्न धब्बों का $R_f$ मान परिकलित करें।

(xi) अपने अवलोकनों को सारणी 5.1 के अनुसार रिकॉर्ड करें।

**सारणी 5.1 – पत्तियों और फूलों के वर्णकों का पृथकन**

| क्र. सं. | निष्कर्ष का नाम | धब्बे का रंग | 'क' और 'ख' धब्बों के घटकों द्वारा संदर्भ रेखा से तय की गई दूरी | विलायक द्वारा संदर्भ रेखा से तय की गई दूरी | $R_f$ मान |
|---|---|---|---|---|---|
| 1. | | | | | |
| 2. | | | | | |
| 3. | | | | | |
| 4. | | | | | |

## परिणाम

(i) फूलों के घटकों के $R_f$ मान ________ हैं।

(ii) पत्तियों के घटकों के $R_f$ मान ________ हैं।

### सावधानियाँ

(क) संदर्भ रेखा खींचने के लिए अच्छी गुणवत्ता की पेंसिल का प्रयोग करें जिससे निशान उस विलायक में न घुले जिसमें क्रोमैटोग्राम चढ़ाया जाता है।

(ख) पेपर की पट्टी को विलायक में इस तरह से डुबोएं कि मिश्रण का निशान विलायक के स्तर से ऊपर रहे और विलायक-अग्र टेढ़ा-मेढ़ा न बढ़े।

(ग) पेपर पर परीक्षण विलयन का निशान लगाते समय इसे फैलने न दें। पतली खींची गई केशिका को निशान लगाने के काम में लाएं।

(घ) सुनिश्चित कर लें कि पट्टी जार में स्वतंत्र लटकी है।

(च) एक बार प्रयोग प्रारंभ हो जाने के बाद जार को क्रोमैटोग्राम विकसित होने तक न छुएं।

(छ) जब क्रोमैटोग्राम विकसित हो रहा हो तो जार को ढक्कन से ढक कर रखें।

(ज) धब्बों को डेवेलप करने से पहले पेपर की पट्टी को पूरी तरह से सुखा लें।

(झ) कार्बनिक विलायक/विलायकों का प्रयोग सावधानी से करें।

## प्रयोग 5.2

### उद्देश्य

क्रोमैटोग्रैफी तकनीक द्वारा दो धनायन, $Pb^{2+}$ और $Cd^{2+}$ युक्त अकार्बनिक यौगिकों के मिश्रण के घटकों का पृथक्करण।

© NCERT not to be republished

## सिद्धांत

धनायनों के पृथक्करण का वही सिद्धांत है जैसा प्रयोग 5.1 में समझाया गया है। इस स्थिति में पृथक किए जाने वाले दो धनायन रंगहीन होते हैं इसलिए डेवेलपर की आवश्यकता होती है। वर्तमान स्थिति में क्रोमैटोग्रैफी पत्र पर इन आयनों की स्थिति पता लगाने के लिए अमोनियम सल्फाइड, $(NH_4)_2S$*, को प्रयोग में लाया जा सकता है।

## आवश्यक सामग्री

- ह्वाटमन निस्यंद पत्र संख्या 1 (अमाप 4 cm 17 cm) – एक
- गैस जार (अमाप 5 cm 20 cm) – एक
- केंद्र में हुक सहित कॉर्क – एक
- परखनलियाँ – आवश्यकतानुसार

- $Pb(NO_3)_2$ और $Cd(NO_3)_2$ का 1–2% विलयन – आवश्यकतानुसार
- एथेनॉल – आवश्यकतानुसार
- 6.0 M $HNO_3$ – आवश्यकतानुसार

## प्रक्रिया

(i) 4 cm 17 cm अमाप का ह्वाटमन फिल्टर पत्र संख्या 1 लें। इसके एक सिरे से 3 cm की दूरी पर लंबाई की दिशा में एक लाइन खीचें।

(ii) एक पतली केशिका से लाइन पर मिश्रण की बूँद रखें।

(iii) फिल्टर पत्र को जार में लटकाएं जिसमें ऐथेनॉल, 6.0 M $HNO_3$ और आसुत जल, 8:1:1 के अनुपात में लिया गया हो।

(iv) जब तक गतिशील प्रावस्था (विलायक) निस्यंद पत्र की दो तिहाई ऊँचाई तक न चढ़ जाए, जार को ऐसे ही रखा रहने दें।

(v) निस्यंद पत्र को जार में से निकालें, विलायक-अग्र पर पेंसिल से निशान लगाएं।

(vi) पीले और काले रंग के धब्बे प्राप्त करने के लिए क्रोमैटोग्रैफी पत्र पर अमोनियम सल्फाइड विलयन का छिड़काव करें। धब्बों के स्थान को पेंसिल से चिह्नित करें और निस्यंद पत्र को सूखने दें।

(vii) विलायक-अग्र और विभिन्न धनायनों के धब्बों द्वारा संदर्भ रेखा से तय की गई दूरी मापें। यह दूरी धब्बे के केंद्र और संदर्भ रेखा के बीच की न्यूनतम दूरी होती है।

(viii) अवलोकनों को सारणी 5.2 के अनुसार सारणीबद्ध करिए। प्रत्येक धनायन का $R_f$ मान परिकलित करिए।

*एथेनॉल*

*लेड नाइट्रेट*

*कैडमियम नाइट्रेट*

© NCERT not to be republished

* *अमोनियम सल्फाइड को 100 mL जल और 10 mL लिकर अमोनिया के मिश्रण में से 45 मिनट तक $H_2S$ गैस प्रवाहित करके बनाया जा सकता है।*

**सारणी 5.2 – पेपर क्रोमैटोग्रैफी द्वारा $Pb^{2+}$ और $Cd^{2+}$ आयनों का पृथकन**

| क्र. सं. | धब्बे का रंग | संदर्भ रेखा से घटकों द्वारा तय की गई दूरी / cm | विलायक द्वारा संदर्भ रेखा से तय की गई दूरी / cm | $R_f$ मान |
|---|---|---|---|---|
| 1. | | | | |
| 2. | | | | |
| 3. | | | | |

## परिणाम

(i) $Pb^{2+}$ आयनों का $R_f$ मान ________ है।

(ii) $Cd^{2+}$ आयनों का $R_f$ मान ________ है।

## सावधानियाँ

(क) संदर्भ रेखा खींचने के लिए अच्छी गुणवत्ता की पेंसिल का प्रयोग करें जिससे निशान उस विलायक में न घुले जिसमें क्रोमैटोग्राम चढ़ाया जाता है।

(ख) पेपर की पट्टी को विलायक में इस तरह से डुबोएं कि मिश्रण का निशान विलायक के स्तर से ऊपर रहे और विलायक–अग्र टेढ़ा–मेढ़ा न बढ़े।

(ग) पेपर पर परीक्षण विलयन का निशान लगाते समय इसे फैलने न दें। पतली खींची गई केशिका को निशान लगाने के काम में लाएं।

(घ) सुनिश्चित कर लें कि पट्टी जार में स्वतंत्र लटकी है।

(च) एक बार प्रयोग प्रारंभ हो जाने के बाद जार को क्रोमैटोग्राम विकसित होने तक न छुएं।

(छ) जब क्रोमैटोग्राम विकसित हो रहा हो तो जार को ढक्कन से ढक कर रखें।

(ज) धब्बों को डेवेलप करने से पहले पेपर की पट्टी को पूरी तरह से सुखा लें।

(झ) कार्बनिक विलायक/विलायकों का प्रयोग सावधानी से करें।

## विवेचनात्मक प्रश्न

(i) क्रोमैटोग्राम क्या है? उस सिद्धांत की व्याख्या कीजिए जिस पर क्रोमैटोग्रैफी आधारित है।

(ii) पदार्थ को डेवेलपर की तरह प्रयुक्त करने के लिए आवश्यक अभिलक्षण क्या हैं?

(iii) क्रोमैटोग्रैफी द्वारा यौगिक के पृथक्करण के लिए अधिशोषण की परिघटना कैसे अनुप्रयुक्त होती है?

(iv) आप क्रोमैटोग्राम में रंगहीन धब्बों का कैसे पता लगा सकते हैं?

© NCERT not to be republished