

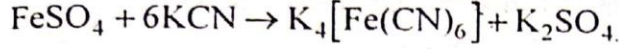
**Name of the Teacher- Sutapa Chakrabarty**  
**Subject: Chemistry**  
**Class: Semester-4**  
**Paper: GE4T: Chemical Analysis**  
**Topic: Volumetric Analysis and Chromatography**  
**PART 3**

**Comments: Go through the marked portions carefully and complete the given assignment.**

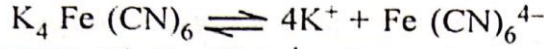
**Reference: Dr. AHINDRA KUMAR MANDAL, Dr.SAMIR KUMAR MANDAL, Degree Applied Chemistry**

### 1.6. কমপ্লেক্সোমিতি টাইট্রেশন (Complexometric Titration) :

দুটি সাধারণ লবনের দ্রবণ যেমন, KCN দ্রবণ ও FeSO<sub>4</sub> দ্রবণ যখন একসঙ্গে মিশ্রিত করা হয় তখন জটিল লবণ সৃষ্টি হয় :



আবার জটিল আয়ন,  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , আয়নিত হয় :



দ্রবণের মধ্যে কেবলমাত্র  $\text{K}^+$ ,  $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$  আয়ন সনাক্ত করা যায়, কিন্তু কোন  $\text{Fe}^{+2}$ ,  $\text{CN}^-$  আয়নের উপস্থিতির প্রমাণ পাওয়া যায় না। অর্থাৎ জটিল আয়নের মধ্যে সমস্ত সাধারণ আয়নের ধর্ম লোপ পায়।

ধাতু (M) ও লিগ্যান্ডের (L) মধ্যে বিক্রিয়াটি হল :



$$\therefore \text{সাম্যধ্রুবক, } K = \frac{[\text{ML}]}{[\text{M}][\text{L}]}$$

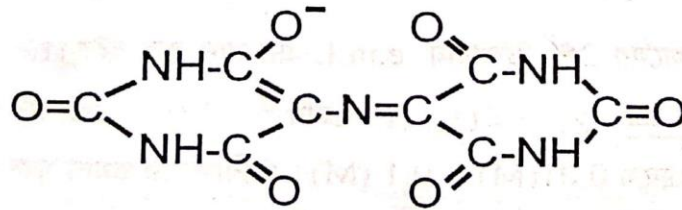
অর্থাৎ এই সমীকরণ দ্বারা জটিল লবনের সাম্যধ্রুবকের মান নির্ণয় করা যায়।

জটিল লবণ উৎপন্ন হওয়ার ফলে Complexometric titration দ্বারা বিভিন্ন ধাতুর আয়নের পরিমাপ করা সম্ভব।

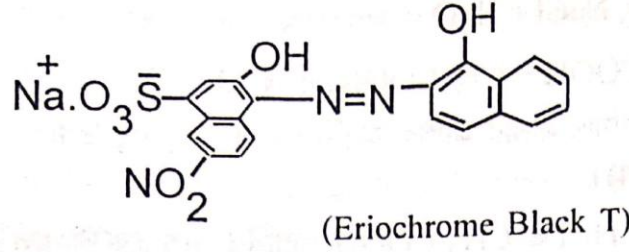
#### ধাতব আয়ন সূচক (Metal Indicator) :

বিভিন্ন ধাতুর জলীয় দ্রবণের জৈব লবন যোগ করার ফলে নির্দিষ্ট pHএ জটিল লবণের চিলেট সৃষ্টি হয়, ফলে বিভিন্ন ধাতু সনাক্ত করা ও তার পরিমাণ নির্ণয় করা যায়। এই সমস্ত জৈব লবনকে ধাতব সূচক (metal indicator) বলে। ধাতব আয়ন সূচকগুলি (জটিল জৈব যৌগ পদার্থ) ধাতব আয়নের সঙ্গে চিলেট যৌগ উৎপন্ন করে, যার রঙ বিভিন্ন। উদাহরণ — মিউরেক্সাইড, এরিওক্রোম ব্ল্যাক T, ক্যাটিকল ভায়োলেট, EDTA, ইত্যাদি।

Cu, Ni, Co, Ca ইত্যাদি বিভিন্ন ধাতুকে Murexide দ্বারা সনাক্ত করা যায়, এই পদার্থের রঙের পরিবর্তন, pH 10 - 11 এর মধ্যে, হলুদ থেকে নীল - বেগুনি হয়। Purpuric এ্যাসিডের এ্যামোনিয়াম লবণকে Murexide বলে। একে সংক্ষেপে অ্যানায়ন হিসাবে  $\text{H}_4\text{D}^-$  হিসাবে লেখা হয়।

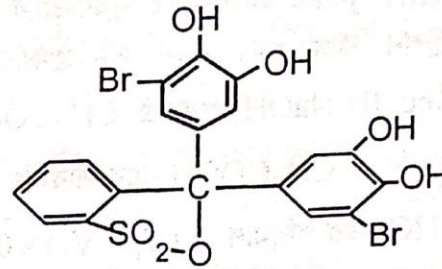


(Murexide)



✓ Eriochrome Black T : Mg, Mn, Zn, Cu, Fe, Ni ইত্যাদি ধাতুর সঙ্গে, pH 7 - 11 এর মধ্যে, রঙের পরিবর্তন নীল থেকে লালে হয়। একে সংক্ষেপে  $H_2D^-$  হিসেবে লেখা হয়।

Catechol violet : এই যৌগ Cu, Zn, Ni, Co প্রভৃতি ধাতুর সঙ্গে, pH 7 এ. বিক্রিয়া করে রঙের পরিবর্তন নীল থেকে সবুজ হয়।

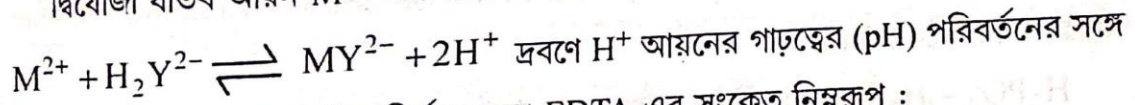


### EDTA ও একটি ধাতব আয়ন সূচক :

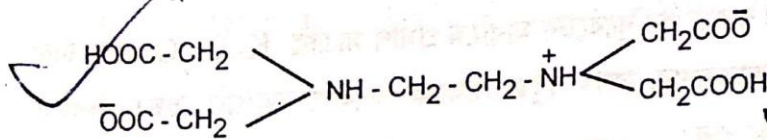
✓ স্থিথিলিন ডাই অ্যামিন টেট্রাঅ্যাসেটিক এ্যাসিড (EDTA) হল একটি Polydentate ligand যা বিভিন্ন ধাতুর সঙ্গে 1:1 অনুপাতে খুবই স্থায়ী জটিল যৌগ সৃষ্টি করে এবং Chelate ring উৎপন্ন হয়। EDTA একই সঙ্গে দ্বি-আয়ন (Zwitter ion) হিসাবে থাকে।

প্রকৃতপক্ষে EDTA জলে খুবই অল্প দ্রবণীয়। তাই Na-লবণ,  $Na_2H_2Y \cdot 2H_2O$  (যা জলে দ্রব্য) টাইট্রেশনে ব্যবহৃত হয়।

দ্বিযোজী ধাতব আয়ন  $M^{2+}$  এর সঙ্গে EDTA আয়নের বিক্রিয়ায় জটিল লবণ উৎপন্ন হয়।



EDTA - ধাতুর যৌগের স্থায়িত্ব নির্ভর করে। EDTA-এর সংকেত নিম্নরূপ :

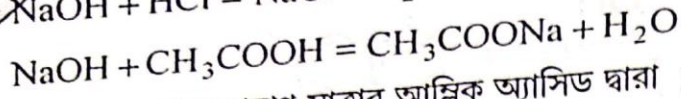
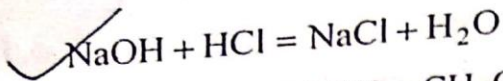


1.7. (a) ঘণায়তনিক বিশ্লেষণ দ্বারা মিশ্রণে  $Na_2CO_3$  ও  $NaHCO_3$  -এর পরিমাণ নির্ণয় :  
(ব্যবহারিক রসায়ন দেখ)

(b) ঘণায়তনিক বিশ্লেষণ দ্বারা তীব্র ও মৃদু অ্যাসিডের (HCl ও  $CH_3COOH$ ) মিশ্রণে তাদের পরিমাণ নির্ণয় :

যদি HCl ও  $CH_3COOH$  -এর মিশ্রণকে প্রমাণ মাত্রার NaOH দ্বারা টাইট্রেশন করার সময় নিম্নলিখিত বিক্রিয়া ঘটে।





পদ্ধতি (i) প্রথমে প্রমাণ মাত্রার আম্লিক অ্যাসিড দ্বারা NaOH দ্রবণের মাত্রা নির্ণয় করা হয় (নির্দেশক ফিনপথ্যালিন)।

(ii) তারপর 25cc HCl ও CH<sub>3</sub>COOH অ্যাসিড মিশ্রণকে থাইমল ব্লু সূচক ব্যবহার করে টাইট্রেশন করা হয়, যখন সমাপ্তি ক্ষণে বর্ণ হলুদ থেকে নীলে পরিবর্তিত হয়। এই আয়তন (V<sub>1</sub>cc IN NaOH) মোট HCl+CH<sub>3</sub>COOH-এর পরিমাণ নির্দেশ করে।

(iii) পুনরায় আরেকবার পৃথকভাবে অ্যাসিড মিশ্রণকে ফেনপথ্যালিন সূচক ব্যবহার করে টাইট্রেশন করা হয়। যখন সমাপ্তিক্ষণে বর্ণহীন থেকে লাল হয়। এই সময় আয়তন (V<sub>2</sub>cc IN NaOH) শুধুমাত্র CH<sub>3</sub>COOH-এর পরিমাণ নির্দেশ করে।

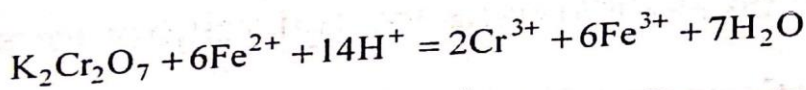
গণনা : CH<sub>3</sub>COOH-এর পরিমাণ = V<sub>2</sub> × 0.06gm.

HCl-এর পরিমাণ = (V<sub>1</sub> - V<sub>2</sub>) × 0.0365 = (V<sub>1</sub> - V<sub>2</sub>) × 0.0365gm.

1.8. রেডক্স টাইট্রেশন (Redox Titration) দ্বারা আয়রন, কপার, ম্যাঙ্গানিজ ক্রোমিয়াম-এর পরিমাণ নির্ণয় করা হয়।

(i) আয়রনের পরিমাণ নির্ণয় : (ব্যবহারিক রসায়ন দেখ)

নীতি : পরীক্ষণীয় লবণের আম্লিক দ্রবণকে প্রমাণ মাত্রায় K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> দ্রবণ দ্বারা টাইট্রেশন করা হয়।



পদ্ধতি : (a) ফেরাস আয়রন (Fe<sup>2+</sup>) পরিমাপ : কনিক্যাল ফ্লাস্কের মধ্যে 25ml. পরীক্ষণীয় আয়রন দ্রবণ নিয়ে 20ml.

H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> - H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-এর মিশ্রণ দেওয়া হয়। 200ml. পতিত জল, ও ফোঁটা ডাইফিনাইল অ্যামিন (BDS) সূচক দ্রবণ যোগ করার পর বুৱেটের মাধ্যমে প্রমাণ মাত্রার K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> দ্রবণ দ্বারা টাইট্রেশন করা হয়। যখন প্রশমক্ষণের বর্ণ সবুজ থেকে লালচে-বেগুনি হয়। ব্যবহৃত K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> দ্রবণের আয়তন লক্ষ্য কর।

গণনা : 1ml.1(N) K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> দ্রবণ = 0.0558gm. Fe<sup>2+</sup>

(b) মোট ফেরাস (2+) ও ফেরিক (3+) আয়রন নির্ণয় :

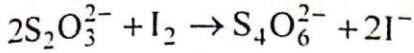
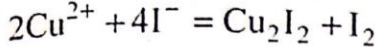
25ml. ফেরাস-ফেরিক লবণের মিশ্রণ কনিক্যাল ফ্লাস্কে নিয়ে 20ml. ঘন HNO<sub>3</sub> দিয়ে দ্রবণকে ফোঁটাবার পর SnCl<sub>2</sub> দ্রবণ দ্বারা Fe<sup>3+</sup>-কে Fe<sup>2+</sup>-এ বিজারিত করা হয়। দ্রবণকে ঠাণ্ডা করে 10ml. HgCl<sub>2</sub> দ্রবণ ও 200ml. জল দাও। তারপর 20ml. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> - H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> মিশ্রণ

ও 3 ফোঁটা BDS সূচক দ্রবণ যোগ করে, আগের মত  $K_2Cr_2O_7$  দ্রবণ দ্বারা টাইট্রেশন করা হয়।

$Fe^{3+}$ -এর পরিমাণ = মোট Fe-এর পরিমাণ —  $Fe^{2+}$ -এর পরিমাণ

(ii) কপারের পরিমাণ নির্ণয় :

নীতি : কপার লবনের দ্রবণ আয়োডাইডের সঙ্গে বিক্রিয়ার ফলে উৎপন্ন আয়োডিনকে সোডিয়াম থায়োসালফেট দ্রবণ দ্বারা টাইট্রেশন করা হয়।



পদ্ধতি : কনিক্যাল ফ্লাস্কে পিপেটের সাহায্যে 25ml.  $Cu^{2+}$  দ্রবণ নিয়ে লঘু 1 : 1  $NH_4OH$  দ্রবণ যোগ করা হয় যেন সাদা অধঃক্ষেপ উৎপন্ন হয়, 2ml. ঘন  $CH_3COOH$  যোগ করার পর অধঃক্ষেপ দ্রবীভূত হয়। এর মধ্যে 10ml. 20% KI দ্রবণ যোগ করে ফ্ল্যাঙ্কের মুখ ঢাকা দিয়ে অন্ধকারে 5মি. রাখা হয়। এরপর বাদামী বর্ণের দ্রবণকে মুক্ত  $I_2$ -এর জন্য প্রমাণ মাত্রার  $Na_2S_2O_3$  দ্রবণ দ্বারা টাইট্রেশন করা হয়। অন্তিম ক্ষণের একটু আগে শীতল স্টার্চ দ্রবণ যোগ করে পুনরায় টাইট্রেশন করা হয়। যখন নীল রঙ অপসারিত হয়ে বর্ণহীন হয়।

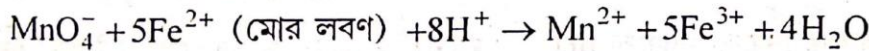
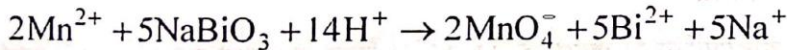
গণনা :  $2CuSO_4 \equiv I_2 \equiv 2Na_2S_2O_3$

100ml(N)  $Na_2S_2O_3 \equiv 63.57gm. cu.$

বা, 1ml.1(N)  $Na_2S_2O_3$  দ্রবণ  $\equiv 0.06357gm. Cu$

(iii) ম্যাঙ্গানিজের পরিমাণ নির্ণয় :

নীতি : ম্যাঙ্গানিজের পরিমাণ নির্ণয় করার জন্য পরীক্ষণীয়  $Mn^{2+}$  যৌগকে সোডিয়াম বিসমুথেট ( $NaBiO_3$ ) দ্বারা  $MnO_4^-$  আয়নে জারিত করা হয়। তারপর প্রমাণ মাত্রার মোর লবনের দ্রবণ দ্বারা রেডক্স টাইট্রেশন পদ্ধতি দ্বারা Mn-এর পরিমাণ নির্ণয় করা হয়।



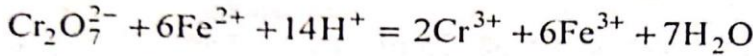
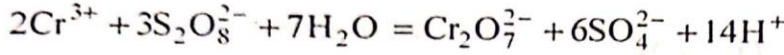
পদ্ধতি : পরীক্ষণীয় ম্যাঙ্গানিজ লবণের দ্রবণে 2(N)  $H_2SO_4$  ও অতিরিক্ত পরিমাণে  $NaBiO_3$  মিশিয়ে ফোঁটাতে হয়। পরে  $NaHSO_3$  দ্রবণ যোগ করে উত্তপ্ত করা হয়। দ্রবণকে ফিল্টার করে, তার মধ্যে 2(N)  $H_2SO_4$  ও জ্বাতমাত্রার নির্দিষ্ট কিন্তু অতিরিক্ত আয়তনের ( $V_1c.c.$ ) মোর লবনের (ফেরাস অ্যামোনিয়াম সালফেট) দ্রবণ যোগ করে, জ্বাত মাত্রার  $KMnO_4$  দ্রবণ দ্বারা টাইট্রেশন করা হয়। ব্যবহৃত  $KMnO_4$ -এর আয়তন  $V_2c.c$  হলে,

গণনা :  $Mn^{2+}$ -এর পরিমাণ =  $(V_1 - V_2) \times 0.01099 \times 0.02gm.$



(iv) ক্রোমিয়ামের পরিমাণ নির্ণয় :

নীতি : ক্রোমিয়াম যৌগকে  $(Cr^{3+})$  অ্যামোনিয়াম পারসালফেট দ্বারা  $Cr_2O_7^{2-}$  আয়নে জারিত করে অতিরিক্ত পরিমাণে প্রমাণ মাত্রার মোর লবণ যোগ করা হয়।  $Cr_2O_7^{2-}$  ও মোর লবণের মধ্যে জারণ-বিজারণ (redox) বিক্রিয়া ঘটে। অবিকৃত মোর দ্রবণকে পুনরায় জ্ঞাতমাত্রার  $K_2Cr_2O_7$  দ্রবণ দ্বারা টাইট্রেশন করে ক্রোমিয়ামের পরিমাণ নির্ণয় করা হয়।



পদ্ধতি : কনিক্যাল ফ্লাস্কে 25ml.  $Cr^{3+}$  নমুনা দ্রবণ নিয়ে সামান্য লঘু  $AgNO_3$  ও 10% 30ml.  $(NH_4)_2 S_2O_8$ , 8ml. ঘন  $H_2SO_4$  দ্রবণ যোগ করে উত্তপ্ত করা হয়। দ্রবণ ঠাণ্ডা করে 100ml. জল দেওয়া হয়। এরপর নির্দিষ্ট পরিমাণ (কিন্তু অতিরিক্ত,  $V_1$ c.c.) জ্ঞাত মাত্রার মোর লবণের দ্রবণ যোগ করার ফলে জারণ-বিজারণ ক্রিয়া শুরু হয়। তারপর 3ml. ঘন  $H_3PO_4$  ও 3 ফোটা BDS সূচক দ্রবণ যোগ করে অতিরিক্ত মোর দ্রবণকে জ্ঞাত মাত্রার  $K_2Cr_2O_7$  দ্রবণ দ্বারা টাইট্রেশন করা হয়। মনে কর ব্যবহৃত  $K_2Cr_2O_7$  দ্রবণের আয়তন =  $V_2$ c.c.

গণনা : সুতরাং  $(V_1 - V_2)$ c.c. হল ব্যবহৃত মোর দ্রবণ।

1000ml. (N) মোর দ্রবণ  $\equiv 49.03$ gm.  $K_2Cr_2O_7 \equiv 17.332$ gm Cr

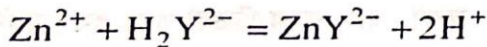
**1.9 কমপ্লেক্সোমিতি EDTA টাইট্রেশন (Complexometric EDTA titration):**

আগেই বলা হয়েছে যে EDTA বিভিন্ন ধাতুর সঙ্গে জটিল লবণ উৎপন্ন করে।

সেজন্য এই পদ্ধতি দ্বারা জিঙ্ক, অ্যালুমিনিয়াম, ক্যালসিয়াম, ম্যাগনেসিয়াম ধাতুর পরিমাণ নির্ণয় করা হয়।

(i) জিঙ্কের পরিমাণ নির্ণয় :

নীতি EDTA-এর ডাইসোডিয়াম লবণকে  $H_2Y^{2-}$  হিসাবে লেখা হলে  $Zn^{2+}$  আয়নের সঙ্গে বিক্রিয়ায় (বাফার দ্রবণের সাহায্যে pH=10 মানে)  $ZnY^{2-}$  সুস্থির যৌগ সৃষ্টি হয়। এখানে ধাতব আয়ন সূচক হিসাবে Eriochrome Black T ব্যবহার করা হয়।

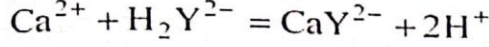


পদ্ধতি : কনিক্যাল ফ্লাস্কে জিঙ্ক লবণের দ্রবণ নিয়ে বাফার দ্রবণ (অ্যামোনিয়াম হাইড্রক্সাইড ও অ্যামোনিয়াম ক্লোরাইডের মিশ্রণ, যাতে দ্রবণের pH=10 হয়) মেশাবার পর 3 ফোটা E.B.T সূচক যোগ করলে দ্রবণের বর্ণ লাল হবে। এরপর বুকেট থেকে জ্ঞাত মাত্রার EDTA দ্রবণ যোগ করা হয়, যখন সমাপ্তিঙ্কণে বর্ণ নীল হবে।

গণনা : 1ml. 0.1 (M)EDTA  $\equiv$  0.006538gm. Zn

(ii) ক্যালসিয়ামের পরিমাণ নির্ণয় :

নীতি : ক্যালসিয়াম আয়ন EDTA-এর সঙ্গে নিম্নলিখিত বিক্রিয়া করে

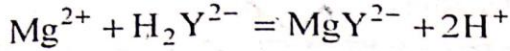


পদ্ধতি : পূর্বে বর্ণিত  $\text{Zn}^{2+}$ -এর পদ্ধতির মত একই। সমাপ্তি ক্ষণে বর্ণ লাল থেকে নীল হবে।

গণনা : 1ml. 0.1(M)EDTA  $\equiv$  0.004gmCa.

(iii) ম্যাগনেসিয়ামের পরিমাণ নির্ণয় :

নীতি : ম্যাগনেসিয়াম আয়ন EDTA -এর সঙ্গে নিম্নলিখিত বিক্রিয়া করে।

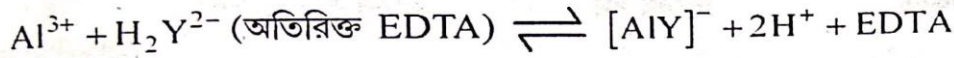


পদ্ধতি : পূর্বের মত।

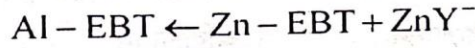
গণনা : 1ml. 0.1 (M) EDTA  $\equiv$  0.002432 gmMg.

(iv) অ্যালুমিনিয়ামের পরিমাণ নির্ণয়

নীতি : ব্যাক টাইট্রেশন পদ্ধতির সাহায্যে EDTA দ্বারা  $\text{Al}^{3+}$  এর পরিমাণ বের করা হয়।



নীল EBT +  $\text{ZnSO}_4$



(লাল)  $[\text{AlY}]^-$  (লাল)

পদ্ধতি : Al লবণের দ্রবণে জ্ঞাতমাত্রার, অতিরিক্ত আয়তন ( $V_1$  c.c.) EDTA দ্রবণযোগ করে (অ্যামোনিয়ার জলীয় দ্রবণ ব্যবহার করে pH = 7-8 রাখা হয়), উত্তপ্ত করা হয় যখন Al-EDTA জটিল যৌগ উৎপন্ন হয়। দ্রবণ শীতল করে EBT সূচক ও সামান্য  $\text{KNO}_3$  দ্রবণ যোগ করে সঙ্গে সঙ্গে জ্ঞাত মাত্রার  $\text{ZnSO}_4$  দ্রবণ দিয়ে অতিরিক্ত পরিমাণ EDTA টাইট্রেশন করা হয়

( $V_2$  c.c) দ্রবণের বর্ণ নীল থেকে লাল হয়। কিছুক্ষণ পর দ্রবণের বর্ণ লালাভ-বেগুনি হবে। কারণ Zn - EBT জটিল লবণ পরে Al - EBT জটিল লবণে রূপান্তরিত হয় (কারণ এটি বেশি সুস্থির)।

গণনা : যোগ করা জ্ঞাতমাত্রার EDTA দ্রবণের আয়তন থেকে টাইট্রেশনে প্রয়োজন জ্ঞাতমাত্রার  $\text{ZnSO}_4$  দ্রবণের আয়তনের পার্থক্য থেকে Al এর পরিমাণ বের করা হয়।

1ml. 0.1(M) EDTA -  $\text{ZnSO}_4$  আয়তনের পার্থক্য  $\equiv$  0.002698mgAl.

### 1.10 ক্রোমাটোগ্রাফি (Chromatography) :-

ক্রোমাটোগ্রাফি শব্দটির অর্থ হল — Chroma - রঙ, graphe - লিখন (এটি একটি গ্রীক শব্দ)। সর্বপ্রথম রুশ উদ্ভিদবিদ M. Tswett এই পদ্ধতির প্রবর্তন করেন। গাছের পাতার রঞ্জক পদার্থগুলি



(pigments) পৃথক করার জন্য তিনি এই পদ্ধতির সাহায্য নেন। বর্তমানে অবশ্য রঙীন ও বর্ণহীন উভয় পদার্থের মিশ্রণকে পৃথক করার জন্য এই পদ্ধতির সাহায্য নেওয়া হয়।

✓. ✓. ✓. **নীতি** — ক্রোমাটোগ্রাফি একটি বিশেষ ধরনের রাসায়নিক পৃথকীকরণ পদ্ধতি। এই পদ্ধতির মূল নীতি হল মিশ্রণের মধ্যে অবস্থিত বিভিন্ন উপাদানের দুটি দশায় (phase) (একটি স্থির ও অন্যটি গতিশীল) বন্টন। স্থির দশা (Stationary phase) কঠিন বা তরল এবং গতিশীল দশা (Mobile phase) তরল বা গ্যাসীয় হতে পারে। স্থির দশা কঠিন হলে অধিশোষণ প্রক্রিয়ায় ও তরল হলে কটম (partition) প্রক্রিয়ায় পৃথকীকরণ হয়।

পৃথকীকরণ প্রক্রিয়ার পদ্ধতি হল — পদার্থগুলির মিশ্রণকে প্রথমে স্থির দশার মধ্যে বিস্তৃত (dispersed) করা ও তারপর গতিশীল দশার পদার্থের সাহায্যে ঐ বিস্তৃত অবস্থায় থাকা পদার্থগুলিকে দ্রবীভূত করে একে একে পৃথক করে আনা।

বিভিন্ন প্রকার ক্রোমাটোগ্রাফি : হোমাটোগ্রাফি বিভিন্ন প্রকারের হয়, যেমন, GC, LC, TLC, PC, ইত্যাদি।

(i) গ্যাস ক্রোমাটোগ্রাফি (G.C) বা, গ্যাস-তরল হোমাটোগ্রাফি (GLC) :

যে সমস্ত ধর্মের উপর ভিত্তি করে ক্রোমাটোগ্রাফি কাজ করে সেগুলি হল :

পদ্ধতি	দ্রাবের ধর্ম	কঠিন বা স্থির দশা	দ্রাবক (গতিশীল দশা)
(i) জেল ফিলট্রেশন	আকার, আকৃতি	হাইড্রেটেড জেল	জলীয় মাধ্যম
(ii) অধিশোষণ ক্রোমাটোগ্রাফি	অধিশোষণ	অজৈব পদার্থ	অ-প্রবীয়
(iii) বন্টন ক্রোমাটোগ্রাফি	দ্রাব্যতা	নিষ্ক্রিয় মাধ্যম	প্রবীয় ও অপ্রবীয় দ্রাবক
(iv) আয়ন-এক্সচেঞ্জ ক্রোমাটোগ্রাফি	আয়নীভবন	আয়নীয় গ্রুপের মাধ্যম	জলীয় বাফার

**অধিশোষণ ক্রোমাটোগ্রাফি (Adsorption chromatography) :-**

এই পদ্ধতিতে কঠিন অধিশোষক (যেমন, অ্যালুমিনা, সিলিকা জেল, ইত্যাদি) স্থির-দশা হিসাবে এবং তরল গ্যাস গতিশীল (বা চলমান) দশা হিসাবে থাকে। মিশ্রণের বিভিন্ন পদার্থের সঙ্গে অধিশোষকের বন্ধন-মাত্রার মান বিভিন্ন হয়—যা নির্ভর করে ভ্যান-ডার-ওয়াল বল, আবেশ বল, হাইড্রোজেন বন্ধন বল ইত্যাদির উপর।

**বন্টন ক্রোমাটোগ্রাফি (Partition Chromatography) :-**

এখানে স্থির ও চলমান দশার সঙ্গে দ্রাবের বিভিন্ন মাত্রায় বন্টন হয়, যা বন্টন গুণকের (Partition Coefficient) মানের উপর নির্ভর করে।

পেপার ক্রোমাটোগ্রাফি, কলম ক্রোমাটোগ্রাফি, থিন লেয়ার ক্রোমাটোগ্রাফি (TLC), HPLC



(High Performance Liquid Chromatography) ইত্যাদি পদ্ধতিতে অধিশোষণ ও বণ্টন ক্রোমাটোগ্রাফির নীতি অনুসারে চালিত হয়।

আয়ন বিনিময় ক্রোমাটোগ্রাফিতে (Ion Exchange Chromatography) আয়ন-বিনিময় রেজিনের সঙ্গে বিভিন্ন আয়নের কুলম্বীয় আকর্ষণ বলের মাত্রার বিভিন্নতার জন্য পৃথকীকরণ হয়। ক্যাটায়ন ও অ্যানায়ন বিনিময় রেজিন ব্যবহৃত হয়। যেমন—

Duolite C 225 ( $\text{Na}^+$  হিসাবে), Amberlite IR-120 ( $\text{H}^+$  আয়ন হিসাবে), Duolite A 113 ( $\text{Cl}^-$  হিসাবে)

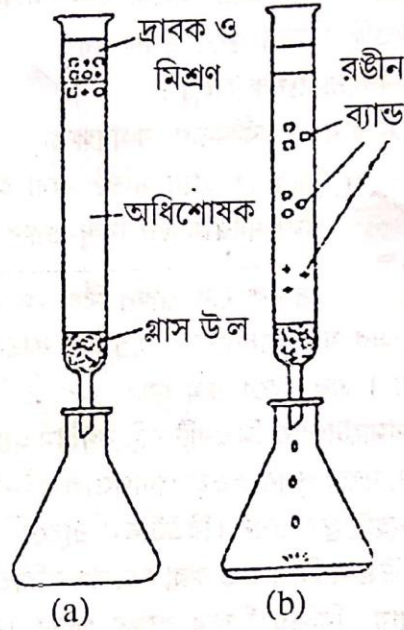
### 1.10.1. বিভিন্ন প্রকার ক্রোমাটোগ্রাফি (different types of Chromatography) :—

(i) তরল বা কলাম ক্রোমাটোগ্রাফি (LC) :  
কলাম ক্রোমাটোগ্রাফির বিভিন্ন ভাগ হল —  
অধিশোষণ ক্রোমাটোগ্রাফি, বণ্টন ক্রোমাটোগ্রাফি,  
আয়ন বিনিময় ক্রোমাটোগ্রাফি ইত্যাদি।

পদ্ধতি : এখানে একটি লম্বা কাঁচের টিউবের মধ্যে স্থির দশা হিসাবে বিচূর্ণ অধিশোষক (এ্যালুমিনা বা সিলিকা জেল) ভর্তি করা হয়, টিউবের নিচে গ্লাস উল থাকে ও কনিক্যাল ফ্লাস্কে দ্রবন সংগ্রহ করা হয় (চিত্র)। যে মিশ্রনকে পৃথক করতে হবে সেই মিশ্রনটি কাঁচের টিউবের উপর দেওয়া হয়। মাধ্যাকর্ষণ শক্তির জন্য ঐ মিশ্রন নিচের দিকে নামতে থাকে ও মিশ্রণের উপাদানগুলি স্তরের উপর থেকে নিচের দিকে বিভিন্ন স্তরে অধিশোষিত অবস্থায় থাকে। এখন একটি দ্রাবক পদার্থ (যেমন বেনজিন, ইথার ইত্যাদি) উপর থেকে ধীরে ধীরে ঢালা হয়। বিভিন্ন অনুপাতের অধিশোষনের জন্য মিশ্রনের উপাদানগুলি কলামের বিভিন্ন স্থানে পৃথক হয়ে আসে। এবং এক একটি রঙিন ব্যান্ড আকারে দেখা যায়। এখন আরো দ্রাবক পদার্থের প্রবাহ চালাবার ফলে সব উপাদানগুলি তলায় একের পর এক পৃথক হয়ে আসে ও পৃথক পাত্রে সংগ্রহ করা হয়।

(ii) সূক্ষ স্তর ক্রোমাটোগ্রাফি (T.L.C.) : এই পদ্ধতিতে খুব সামান্য পরিমানের মিশ্রনকে পৃথক করা যায়। (v.v.T)

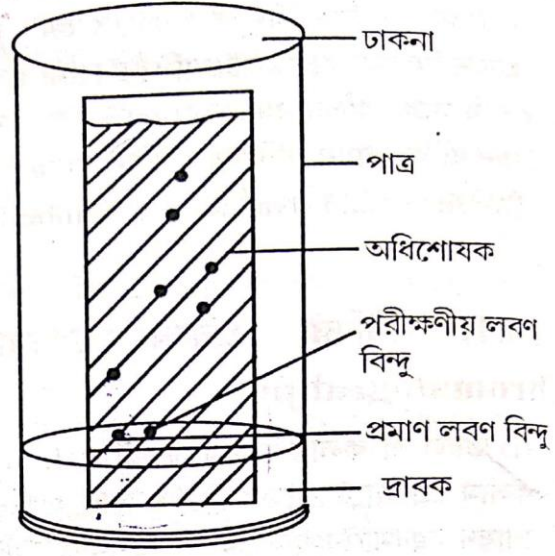
পদ্ধতি : কাচের প্লেটের তলে সূক্ষ, পাতলা অধিশোষকের আস্তরণ স্থির-দশা হিসাবে এবং তরল দ্রাবক চলমান-দশা হিসাবে ব্যবহৃত হয়, যা কৈশিক ক্রিয়ার (Capillary action) ফলে প্লেটের উপরের দিকে উঠে পড়ে। একটি কাঁচের পাতের মধ্যে পাতলা (250 mm) অধিশোষকের (সেলুলোজ



চিত্র-1.1



বা, এ্যালুমিনা বা সিলিকা জেল চূর্ণ) স্তর তৈরী করা হয়। এর জন্য অধিশোষক ও জল একসঙ্গে মিশ্রিত করে লেই (slurry) তৈরি করার পর পাতলা কাঁচের প্লেটে এটি ছড়িয়ে দেওয়া হয়। এখন প্লেটটি ড্রায়ার দ্বারা শুষ্ক করার পর পরীক্ষণীয় মিশ্রণের এক ফোঁটা প্লেটের এক প্রান্তে রাখা হয় এবং প্লেটটির ঐ অংশ নির্দিষ্ট দ্রাবকের মধ্যে নিমজ্জিত করে রাখা হয়, যেন দ্রাবক তল ঐ ফোঁটার নীচে থাকে। ক্যাপিলারি বা কৌশিক ধর্মের জন্য দ্রাবক পদার্থ উপরের অধিশোষিত স্তরে উঠে আসে এবং মিশ্রণের উপাদানগুলি বিভিন্ন স্তরে পৃথক হয়।



চিত্র-1.2 T.L.C বা P.C

✓ **কর্মদক্ষতা গুণক ( $R_f$ ):**

✓ TLC-এর পৃথকীকরণ কর্মদক্ষতা গুণক (Retention Factor) দ্বারা সূচিত করা হয়।

$$R_f = \frac{\text{মিশ্রণটির বিভিন্ন বিন্দু শুরুর থেকে যে দূরত্ব (cm) অতিক্রম করে}}{\text{দ্রাবক স্তর শুরুর বিন্দু থেকে যে দূরত্ব (cm) অতিক্রম করে}}$$

✓  $R_f$ -এর মান সাধারণতঃ 0.5 এর কাছাকাছি রাখা হলে পৃথকীকরণ সর্বোচ্চ হয়।  $R_f$ -এর মান সবসময় 1 এর থেকে কম হয়।

✓ ক্রোমাটোগ্রাফি মিশ্রণটি যদি বর্ণহীন হয়, তাহলে পৃথকীকরণের পর অন্য একটি রাসায়নিক স্বেচনা করা হয়, ফলে পৃথক হওয়া পদার্থগুলি রঙীন হয়। যেমন — এ্যামিনো এ্যাসিড মিশ্রণের পৃথক করার পর নিনহাইড্রিন দ্রবন (বিউটানল দ্রাবকে 1% দ্রবন) দ্বারা develope (রঙীন) করা হয় ও পরে এটিকে উত্তাপ দিয়ে শুষ্ক করা হয়, যখন বিভিন্ন রঙের ক্রোমাটোগ্রাম সৃষ্টি হয়, যা চোখ দিয়ে পরিষ্কার দেখা যায়। বিভিন্ন বিন্দুর রঙের গাঢ়ত্ব (intensity) পরিমাপ করে উপাদান পদার্থের তৌলিক পরিমাণ নির্ণয় করা যায়।

এই পদ্ধতিতে মিশ্রিত পদার্থগুলির অধিশোষক স্তরের জল মাধ্যম ও জৈব-দ্রাবক মাধ্যমের মধ্যে বন্টন হবার ফলে পৃথকীকরণ হয়। (পরিচ্ছেদ 24 দেখ)।

✓ **দ্রষ্টব্য:** TLC-এর প্রধান অসুবিধা হল কম পরিমাণ মিশ্রণের উপাদানগুলি পৃথক করা যায়। পরিমাণগত (quantitative analysis) বিশ্লেষণে এই পদ্ধতি ব্যবহৃত হয় না — কেবলমাত্র গুণগত বিশ্লেষণে (qualitative) বেশি ব্যবহৃত হয়।

(iii) পেপার ক্রোমাটোগ্রাফি (P.C.)

পেপার ক্রোমাটোগ্রাফির পদ্ধতি T.L.C. এর মত, শুধুমাত্র এখানে কাঁচের পাতের পরিবর্তে সফ্র ফিলটার কাগজ, (যেমন whiteman No.1) নেওয়া হয়, যা ধারক (Supporting) মাধ্যম ও অধিশোষক হিসাবে (সচ্ছিন্ন বলে) কাজ করে।

ফিলটার কাগজকে সিল্ক বাতাসে সংপৃক্ত করে, একপ্রান্তে পরীক্ষণীয় দ্রবণ মিশ্রণ ও আর এক



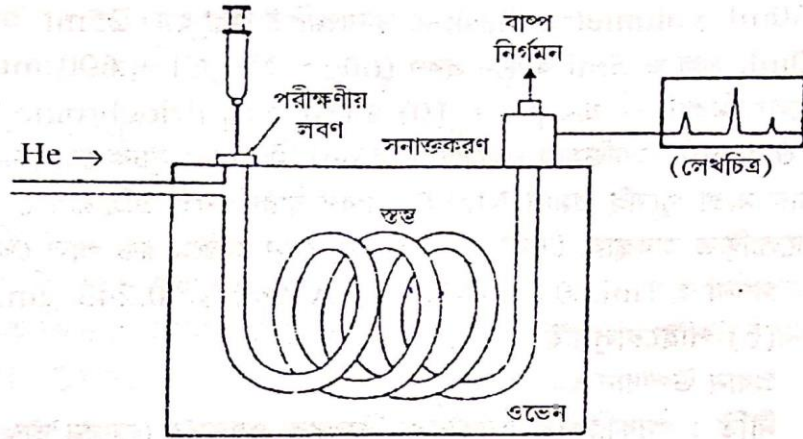
পাশে একটি প্রমাণ (standard) পদার্থের দ্রবণের এক ফোঁটা দেওয়া হয় এবং জৈব দ্রাবক মাধ্যমে ডুবিয়ে রাখা হয়। কাগজের জলকণা এখানে স্থায়ী মাধ্যম, যেটি কাগজের অবলম্বনে (support) থাকে এবং জৈব দ্রাবক রৈখিক ক্রিয়ার (capillary action) জন্য উপর দিকে উঠতে থাকে। এইভাবে বন্টন-ক্রিয়ার ফলে মিশ্রণের উপাদানগুলি পৃথক হয়।

প্রমাণ যোগ ও পরীক্ষণীয় যৌগের আনুপাতিক অবস্থান দূরত্ব থেকে আণবিক গুরুত্ব নির্ণয় করা যায়। (23.30 দেখ)।

#### (iv) গ্যাস তরল ক্রোমাটোগ্রাফি (G.L.C.) :—

এই পদ্ধতিতে উদ্বায়ী তরলের মিশ্রণকে পৃথক করা হয়। সিলিকন বা পেট্রোলিয়াম জেলি দ্বারা চূর্ণ ইটের গুড়োকে (স্থির দশা) ভালভাবে মিশ্রিত করে, এই পদ্ধতিতে ব্যবহৃত ধাতব স্তম্ভের মধ্যে ভর্তি করা হয়। নিষ্ক্রিয় গ্যাস হিলিয়ামকে (বা  $N_2$ , Ar) উত্তপ্ত স্তম্ভের মধ্যে দিয়ে পাঠানোর সময় পরীক্ষণীয় নমুনা মিশ্রিত করা হয়। নিষ্ক্রিয় গ্যাস হল চলমান দশা বা বহনকারী গ্যাস (Carrier gas) উত্তাপের ফলে উপাদান

গ্যাস বাষ্পীভূত হয়, বিভিন্ন অনুর গতি বিভিন্ন হয় ও বিভিন্ন সময়ে স্তম্ভ অতিক্রম করে। ফলে সেখানে গ্যাসের গাঢ়ত্বের পার্থক্য দেখা যায়। এর ফলে বিভিন্ন উপাদানের গ্যাসীয় পদার্থ পৃথক হয়। Signalling detector এর সাহায্যে লক্ষ্য রাখা হয় এবং কাগজে লেখচিত্র



চিত্র-1.3 গ্যাস ক্রোমাটোগ্রাফি

(Chromatogram) হিসাবে পৃথকীকরণ লিপিবদ্ধ রাখা

হয়। (চিত্র) এই লেখচিত্রের সর্বোচ্চ অংশ (peak) এর সংখ্যা থেকে উপাদানের সংখ্যা ও তার অবস্থান (position) থেকে উপাদানের নাম (স্তম্ভ যৌগের সঙ্গে তুলনা করে) জানা যায়।

✓ **LC ও GLC-এর পার্থক্য :—** তরল ক্রোমাটোগ্রাফি অপেক্ষা GLC তে উপাদানগুলির পৃথকীকরণের গতি ও মাত্রা অনেক বেশী। GLCতে অবশ্য তরল দ্রবণের মিশ্রণ পৃথক করা যায় না। সহজে বাষ্পীভূত হয় না এমন পদার্থকে উদ্বায়ী যৌগে পরিণত করে GLCতে ব্যবহার করতে হবে।

#### ✓ (v) H.P.L.C.

কম মানের বাষ্প-চাপ যুক্ত অনুদ্বায়ী যৌগের পৃথক করার জন্য এই পদ্ধতির ব্যবহার হয়। এখানে কঠিন অধিশোষকের কনার আকার  $5-10 \mu m$  এবং দ্রাবক প্রবাহের জন্য উচ্চ চাপ  $300 - 3000 \text{ psi}$  ব্যবহৃত হয়। স্তম্ভের মধ্যে স্থির মাধ্যম হিসাবে পোলার কঠিন পদার্থ, যেমন অ্যালুমিনা, সিলিকা জেল বা আয়ন এক্সচেঞ্জ রেজিন ব্যবহার করা হয়, আর চলমান মাধ্যম হিসাবে বিশুদ্ধ দ্রাবক (n-হেপটেন) বা, দ্রাবক-মিশ্রণ নেওয়া হয়। Spectrophotometer বা Spectrofluorimeter বা refractometer-এর সাহায্যে পরিমাণ সনাক্ত করা হয়।



### 1.10.2. ক্রোমাটোগ্রাফির ব্যবহার :

ক্রোমাটোগ্রাফি পদ্ধতি নানান কাজে ব্যবহৃত হয়। যেমন বিভিন্ন জৈব-পদার্থ, এ্যামিনো এ্যাসিড, প্রোটিন মিশ্রণ পৃথক করা হয়। আবার অজৈব লবণের মিশ্রণ থেকে উপাদানগুলিকেই পৃথক করা যায়, যেমন Cu, Co, Zn মিশ্রণ, Fe, Al মিশ্রণ, Co, Ni মিশ্রণ, ইত্যাদি।

সামান্য পরিমাণ মিশ্রণ থেকে উপাদানগুলিকে সম্পূর্ণ বিশুদ্ধ অবস্থায় পৃথক করা যায়।

### 1.11. কিছু আকরিক ও সংকর ধাতুর পরিমাণগত বিশ্লেষণ : (Analysis of ores and alloys) :

(a) ডলোমাইট ( $MgCO_3$ ) : ডলোমাইটের প্রধান উপাদান  $MgCO_3$  ও  $CaCO_3$

নীতি : Mg লবন EDTA-এর সঙ্গে জটিল লবণ তৈরি করে। যা টাইট্রেশন পদ্ধতিতে EBT সূচক ব্যবহার করে Mg-এর পরিমাণ নির্ণয় করা যায়।

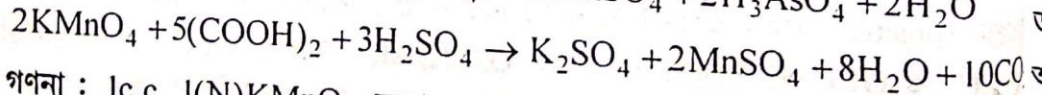
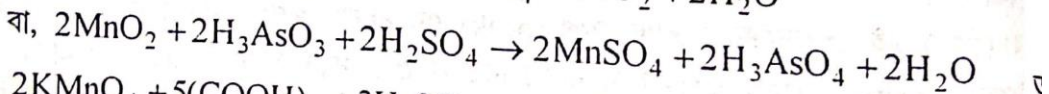
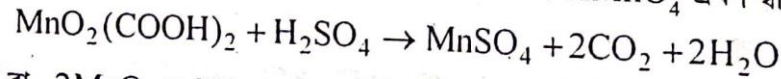
পদ্ধতি : নির্দিষ্ট পরিমাণ ডলোমাইট ওজন করে HCl দ্বারা ফোটারোর পর পরিমাণগতভাবে 250ml. volumetric flask-এ স্থানান্তরিত করা হয়। 25ml. ওই দ্রবণ কনিক্যাল ফ্লাস্কে নিয়ে 50ml. জল ও 5ml বাফার দ্রবণ ( $60gm NH_4Cl + 600 ml$  ঘন  $NH_4OH + 400 ml$  জলের মিশ্রণ — যার pH = 10) ও তিন ফোটা Eriochrome Black T (0.15 gm. সূচক + 0.5 gm. সোডিয়াম বোরোট + 25ml মিথানল) সূচক যোগ করার পর প্রমাণ EDTA দ্রবণ (যার মাত্রা পূর্বেই প্রমাণ  $MgSO_4$  দ্রবণ দ্বারা একই প্রক্রিয়ায় বের করা হয়েছে) দ্বারা সর্বক্ষণ আলোড়িত অবস্থায়, টাইট্রেশন করা হয়, যেন অন্তিম রঙ লাল থেকে নীল হয়।

গণনা : 1ml. 0.01 (M) EDTA দ্রবণ  $\equiv$  0.243 gm. Mg.

(b) পাইরোলুসাইট (Pyrolusite) :

প্রধান উপাদান হল  $MnO_2$

নীতি : আকরিককে অতিরিক্ত বিজারক পদার্থের (যেমন অক্সালিক অ্যাসিড) সঙ্গে বিক্রি করার পর, অবিক্রিয় বিজারক পদার্থের পরিমাণ প্রমাণ  $KMnO_4$  দ্রবণ দ্বারা টাইট্রেশন করা হয়



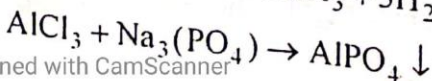
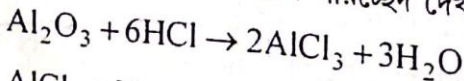
গণনা : 1c.c. 1(N)  $KMnO_4$  দ্রবণ  $\equiv$  0.04346gm  $MnO_2 \equiv$  0.02747gm Mn

পদ্ধতি : ব্যবহারিক রসায়ন পরিচ্ছেদ দেখ।

(c) বক্সাইট (Bauxite) :

নীতি : আকরিকের দ্রবণকে সোডিয়াম ফসফেট দ্বারা  $AlPO_4$  হিসাবে অধঃক্ষেপ ফেলা হয় ও পরে উত্তপ্ত করে ওজন নির্ণয় করা হয়।

পদ্ধতি : ব্যবহারিক রসায়ন পরিচ্ছেদ দেখ।





**Solve the following problems:**

1. ষাঁড়ৰ আয়তন সূচকৰ ব্যৱহাৰ কৰি দুটি উদাহৰণ দাঙ।
2. চৰডক্স টাইট্ৰেছন দ্বাৰা আয়ৰনৰ পৰিমাণ কীমপ নিৰ্ণয় কৰা হয়।
3. ছক্ৰামাটোগ্ৰাফিৰ নীতিটো বুজো।
4. কৰ্মদক্ষতা সূচক (R.F) কী?
5. ছক্ৰামাটোগ্ৰাফিৰ ব্যৱহাৰ সূচি বুজো।

