

การวิเคราะห์โลหะอินทรีย์ Thin - Layer  
Chromatographic Technique

ปริญญานิพนธ์  
ของ  
สวน ปฏีเวธวิฑูร

THE ASSOCIATE  
COLLEGE OF EDUCATION  
BANGKOK, THAILAND

เสนอต่อวิทยาลัยวิชาการศึกษา  
เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต  
30 สิงหาคม 2515

---

คณะกรรมการที่ปรึกษาประจำตัวนิสิตได้พิจารณาปัญหานี้พบ  
ฉบับนี้แล้ว เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา  
การศึกษามหาบัณฑิตของวิทยาลัยวิชาการศึกษาได้

กฤษฎา จ. เกียรติกุล .. ประธาน

วศยา อังมณี .. กรรมการ

30 สิงหาคม 2515

## ประกาศคุณูปการ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงลงด้วยดีก็เนื่องจากผู้เขียนได้รับคำแนะนำ  
และช่วยเหลือจาก อาจารย์ กร.นิกา สะเพียรชัย และอาจารย์วนิดา อัครปรีดี  
จึงขอขอบพระคุณไว้เป็นอย่างสูง

ขอขอบพระคุณ อาจารย์อาภรณ์ วีรสาร และขอขอบคุณ คุณโสภณ ชัยรัตนอุดมกุล  
ที่ช่วยให้คำแนะนำเบื้องต้นในการทำปริญญานิพนธ์ครั้งนี้

ผู้เขียนขอขอบคุณเพื่อน ๆ ทุกคนที่ให้ความช่วยเหลือด้วยดีตลอดมา จนกระทั่ง  
ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จเป็นรูปเล่ม

สวน ภูเวงวิฑูร

## สารบัญ

| บทที่                                                     | หน้า |
|-----------------------------------------------------------|------|
| 1 บทนำ                                                    | 1    |
| ก่านำ                                                     | 1    |
| ความมุ่งหมายในการศึกษาทศนควา                              | 2    |
| ขอบเขตของการศึกษาทศนควา                                   | 2    |
| ก่าจำกัดความศัพท์เฉพาะ                                    | 3    |
| ความสำคัญของการศึกษาทศนควา                                | 3    |
| 2 เอกสารที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาทศนควา                    | 4    |
| 3 วิธีดำเนินการทดลอง                                      | 16   |
| การเตรียม Plate                                           | 16   |
| การทดลองแยกโลหะออลอนสามัญ                                 | 16   |
| การแยก mixture ของโลหะออลอน ออกเป็น group ต่าง ๆ          | 17   |
| การทดลองใช้ TLC แยกโลหะออลอน แต่ละชนิดใน groupต่าง ๆ      | 19   |
| Scheme แสดงการแยกและวิเคราะห์โลหะออลอนผสม                 | 22   |
| 4 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง                          | 23   |
| การเตรียม Plate                                           | 23   |
| การแยกโลหะออลอนในแต่ละ group ด้วย TLC                     | 24   |
| เปรียบเทียบวิธีการแยกโลหะออลอนโดย TLC กับ Chemical Method | 35   |
| 5 บทขอ สรุปผล และขอเสนอแนะ                                | 37   |
| บรรณานุกรม                                                | 39   |
| ภาคผนวก ก.                                                | 42   |
| ภาคผนวก ข.                                                | 45   |

## บัญชีตาราง

| ตาราง                                                                                      | หน้า |
|--------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| 1    แสดงผลการแยกโลหะอียอน 8 ชนิด                                                          | 6    |
| 2    แสดง Solvent system, Detecting reagent    และ ผลการ<br>แยกโลหะอียอนทั้ง 19 ชนิด       | 7    |
| 3    แสดง Solvent system, Detecting reagent    สีที่เกิดขึ้น และ<br>ค่า $R_f$ ของโลหะอียอน | 9    |
| 4    แสดงผลการแยกโลหะอียอนด้วย Solvent system    และ Detecting<br>reagent ชนิดต่าง ๆ ..    | 11   |
| 5    แสดงโลหะอียอนผสม, Solvent system, Detecting reagent<br>และค่า $R_f$ .. ..             | 13   |
| 6    แสดงโลหะอียอนผสม, Solvent system, Detecting reagent<br>และค่า $R_f$ .. ..             | 14   |
| 7    แสดงค่า $R_f$ ของโลหะอียอน group 1                                                    | 25   |
| 8    แสดงค่า $R_f$ ของโลหะอียอน group 2                                                    | 28   |
| 9    แสดงค่า $R_f$ ของโลหะอียอน group 3                                                    | 31   |
| 10    แสดงค่า $R_f$ ของโลหะอียอน group 4                                                   | 33   |
| 11    แสดงค่า $R_f$ ของ Metal Ions group 1 - 2                                             | 43   |
| 12    แสดงค่า $R_f$ ของ Metal Ions group 3 - 4                                             | 44   |

## บัญชีภาพประกอบ

| รูป |                                          | หน้า |
|-----|------------------------------------------|------|
| 1   | Chromatoplate แสดงการแยก cations group 1 | 26   |
| 2   | Chromatoplate แสดงการแยก cations group 2 | 29   |
| 3   | Chromatoplate แสดงการแยก cations group 3 | 32   |
| 4   | Chromatoplate แสดงการแยก cations group 4 | 34   |

## กานำ

ปัจจุบันเป็นที่ยอมรับกันอยู่ทั่วไปแล้วว่า ความเจริญของงานทางวิชาการ ตลอดจนวิธีการต่าง ๆ ทางวิทยาศาสตร์ เป็นสิ่งผูกพันที่จะช่วยค้ำและสร้างเสริมความเจริญให้แก่สังคมและประเทศชาติ อย่างสำคัญยิ่ง จำเป็นที่ผู้มีหน้าที่รับผิดชอบทางการเรียนการสอนวิทยาศาสตร์ทั้งหลาย จะต้องนำ เทคโนโลยีและแนวความคิดใหม่ ๆ ที่ทันสมัยมาใช้ให้เป็นประโยชน์ตามเป้าหมายที่วางไว้ เพื่อให้ทันสมัย และทันกับการเปลี่ยนแปลงของโลกซึ่งเป็นไปอย่างรวดเร็ว การที่จะจัดการศึกษาให้ทันกับการเปลี่ยนแปลง ดังกล่าว จึงควรต้องพยายามคิดหาวิธีการใหม่ ๆ เพื่อความก้าวหน้าของการศึกษาต่อไป ระวังไว้(2) ไ้กล่าวถึงการวิจัยเพื่อการถ่ายทอดวิชาการว่า ควรมีการวิจัยเนื้อหา โครงสร้างวิชา ความสัมพันธ์ ระหว่างแขนงวิชา และวิธีการที่จะสาธิตหลักเกณฑ์ต่าง ๆ กล่าวนี้ชี้ให้เห็นถึงความจำเป็นในการ แสวงหาวิธีการใหม่ ๆ ในการถ่ายทอดวิชาการให้ได้ผลดียิ่งขึ้น อันเนื่องมาจากในยุคปัจจุบัน ปริมาณ เนื้อหาวิชา และรายละเอียดของความรู้ ได้เพิ่มพูนขึ้นอย่างรวดเร็ว

วิชาเคมีเป็นวิทยาศาสตร์แขนงหนึ่ง อันเป็นวิชาการที่ต้องการความรู้ ความเข้าใจในเนื้อหา วิชาและการทดลองเกี่ยวกับสสารทุกชนิด นิตา สะเพียรชัย(1) ได้ให้ทัศนะเกี่ยวกับการเรียนการสอน วิชาเคมีโดยสรุปว่า ควรถือการทดลองเป็นสำคัญ ความมุ่งหมายที่สำคัญประการหนึ่ง คือความมุ่งหมาย เพื่อว่าจะให้ผู้เรียนได้มีทักษะในการปฏิบัติการ และมองเห็นโครงร่างของหลักเกณฑ์ต่าง ๆ ในทาง วิทยาศาสตร์ โดยที่การปฏิบัติการนั้นเป็นวิธีการที่สะดวกและประหยัด โดยใช้อุปกรณ์ที่มีราคาถูก และ ง่าย

ในการเรียนการสอนวิทยาศาสตร์ ประเภทต่าง ๆ ทั้งที่พัฒนาแล้ว และกำลังพัฒนา ต่างก็ พยายามส่งเสริมการวิจัย โดยมุ่งที่จะให้ผู้เรียนได้ใช้วิธีการใหม่ ๆ ในการปฏิบัติการ และกันว่า ความจริงจากเนื้อหาวิชาให้มากที่สุด โดยคำนึงถึงการให้ความช่วยเหลือแก่ครูสอนในการที่จะได้ใช้ วิธีการปฏิบัติการที่สะดวกและอุปกรณ์ที่มีราคาถูก สามารถหาได้ง่าย ซึ่ง Chromatographic - Technique ก็เป็นวิธีการอื่นหนึ่งที่ได้รับความสนใจ และมีการวิจัยค้นคว้าเพื่อนำมาใช้ในการปฏิบัติการ เกี่ยวกับการแยกสารเคมีที่ผสมกันหลาย ๆ ชนิดออกจากกัน ทำให้เทคนิคนี้ใช้ได้อย่างกว้างขวางในวิชาเคมี

เกี่ยวกับการแยก และทำสารเคมีให้บริสุทธิ์ รวมทั้งการวิเคราะห์ของสารเคมีด้วย คุณประโยชน์ที่สำคัญยิ่งของเทคนิคนี้ ได้แก่ ความสามารถในการแยกสารเคมีที่มีปริมาณน้อยมาก ไปจนถึงการแยกสารเคมีที่มีปริมาณมาก ๆ ในอุตสาหกรรม โดยเฉพาะเทคนิคที่เรียกว่า Thin-Layer Chromatography (TLC) นั้น สามารถแยกสารได้ชัดเจน มี sensitivity สูง และแยกได้รวดเร็ว เมื่อเทียบกับ Paper Chromatography (17) จึงน่าจะนำ Thin-Layer Chromatography (TLC) มาใช้แยก และวิเคราะห์โลหะไอออน (Metal ions) ได้อย่างมีประสิทธิภาพ แทนการแยกและวิเคราะห์ด้วย Chemical Method ซึ่งเป็นวิธีการแยกและวิเคราะห์โลหะไอออนที่เปลืองเวลาและสารเคมีมาก ซึ่งตนเองที่ใคร่ครวญเขียนสนใจที่จะค้นคว้าเทคนิคของ Thin-Layer Chromatography (TLC) เพื่อนำมาใช้ในการแยกและวิเคราะห์ โลหะไอออนในแง่ คุณภาพวิเคราะห์ ถ้าเทคนิคนี้ใช้ใคร่ครวญก็จะช่วยส่งเสริมให้การเรียนการสอนวิชาเคมีในระดับอุดมศึกษามีประสิทธิภาพตรงตามความมุ่งหมายดังกล่าว \

### ความมุ่งหมายในการศึกษาก่อน

1. เพื่อศึกษาวิธีการแยกและวิเคราะห์โลหะไอออน (Metal ions) โดยใช้เทคนิคที่เรียกว่า Thin-Layer Chromatography (TLC)
2. เพื่อศึกษาวิธีการง่าย ๆ ที่ใช้ใคร่ครวญ อุปกรณ์ง่าย ราคาถูก และใช้ทดลองได้ผลดี เพื่อเสนอแนะให้เป็นเทคนิคอันหนึ่งที่สอนวิชาคุณภาพวิเคราะห์ ในสาขาเคมีระดับอุดมศึกษา

### ขอบเขตของการศึกษาก่อน

1. ทำการค้นคว้าทดลองหาวิธีการแยกและวิเคราะห์โลหะไอออนสามัญ 19 ชนิด โดยใช้วิธี Precipitation และ Thin-Layer Chromatography (TLC)
  - 1.1 การแยกโลหะไอออนออกเป็น group ต่าง ๆ ใช้วิธี Precipitation
  - 1.2 การวิเคราะห์โลหะไอออนในแต่ละ group ใช้วิธี Thin-Layer Chromatography (TLC)
2. การวิเคราะห์ทั้งนี้ทำการวิเคราะห์ในด้านคุณภาพวิเคราะห์ (Qualitative Analysis)

### คำจำกัดความศัพท์เฉพาะ

1. Thin-Layer Chromatography (TLC) หมายถึง ขบวนการแยกสารที่ผสมรวมกันอยู่ โดยใช้เครื่องมือที่เป็นแผ่นแก้วบางๆ ครอบด้วย Adsorbent ชนิดที่เหมาะสม โดยอาศัยหลักการเคลื่อนที่ของ สารมีอัตราเร็วในการเคลื่อนที่ต่าง ๆ กัน ในสภาวะการแยกที่กำหนดให้ อันเป็นผลมาจากการที่ Adsorbent มีพลังยึดติดสารแต่ละชนิดไม่เท่ากัน
2. Adsorbent หมายถึง สารเคมีชนิดต่าง ๆ ที่ใช้ในขบวนการของ Thin-Layer Chromatography (TLC) ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารเพื่อการดูดเกาะของสารเคมีชนิดอื่น ๆ ที่จะนำมาแยกออกจากของผสม และทำให้บริสุทธิ์
3. Adsorption หมายถึง คุณสมบัติทางกายภาพอันเกิดจากสารเคมีสองชนิดขึ้นไป มีการดูดเกาะซึ่งกันและกัน ลักษณะของการดูดเกาะของสารเคมีแต่ละชนิดย่อมมีความแตกต่างกัน ซึ่งขึ้นอยู่กับสมบัติของโมเลกุล และอะตอมของสารเคมีนั้น ๆ อันจะก่อให้เกิดพลังยึดเหนี่ยวชนิดต่าง ๆ เช่น:- Hydrogen-bonding, Electrostatic force และ van der Waal's force
4.  $R_f$  value หมายถึง ค่าคงที่ทางฟิสิกส์ (physical constant) ซึ่งแสดงคุณลักษณะเฉพาะตัวของสารเคมีแต่ละชนิดใน Chromatographic Techniques ได้จากอัตราส่วนของระยะทางที่สารเคมีเคลื่อนที่ได้ โดยวัดจากจุดเริ่มต้น กับระยะทางจากจุดเริ่มต้น ถึง solvent front (ระยะทางเคลื่อนที่ของ solvent)

### ความสำคัญของการศึกษาคนควา

1. ผลการศึกษากันกว่าในเรื่องนี้ จะเป็นแนวทางให้ผู้นสอนวิชาเคมีในระดับอุดมศึกษา ได้ทราบถึงวิธีการแยกและวิเคราะห์ โลหะอโลหะ อย่างง่าย ๆ
2. เทคนิคและวิธีการในการทดลองที่ได้ในเรื่องนี้ สามารถนำไปใช้ในการเรียนการสอนวิชาเคมีในระดับอุดมศึกษาได้
3. ผลการศึกษาค้นคว้า จะเป็นแนวทางให้ผู้นสอนวิชาเคมี ได้รู้จักใช้วิธีการทางวิทยาศาสตร์ ค้นคว้าหาความจริงประกอบการสอนได้

## เอกสารที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาคนกว้า

ถึงได้กล่าวไว้ในจุดมุ่งหมายในการศึกษาคนกว้าเรื่องนี้แล้วว่า มุ่งที่จะหาวิธีการทดลองง่าย ๆ ที่ประสิทธิภาพ สำหรับการวิเคราะห์ โลหะไอออน (Metal ions) ด้วยวิธี Thin-Layer Chromatography โดยใช้อุปกรณ์ที่หาได้ง่าย ราคาถูก และสามารถใช้ได้สะดวก ต่อไปนี้เป็นเอกสารที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาคนกว้า และเป็นแนวทางให้ใช้ศึกษาเปรียบเทียบ

Meinhard และ Hall(11,12) ได้ทำการทดลองแยกของผสมง่าย ๆ ระหว่างเกลือของเหล็กกับเกลือของสังกะสี โดยใช้เทคนิคอันหนึ่งที่เรียกว่า Surface Chromatography เตรียม plate โดยใช้ microscope slide เป็นวัสดุรองรับ layer ของ alumina ซึ่งมี starch เป็น binder ทำ spot ด้วย capillary pipet นำไป develop ด้วยเครื่องมือที่เรียกว่า Developing Pipet เครื่องมือนี้ดัดแปลงมาจาก medicine dropper มีแท่งแก้วยึดด้านข้างทำให้ตั้งอยู่ได้ ตัดปลายบนของ dropper ส่วนที่เป็นรูยางออกเล็กน้อย แล้วเสียบ column สั้น ๆ ที่ pack ด้วย alumina เข้าไปแทนที่ในรูยาง เพื่อให้ solvent ไหลลงช้า ๆ และคงที่ ปลายล่างของ dropper จึงให้แหลมเล็ก เป็น capillary tube ภายใน dropper บรรจุ 0.1 M. hydrochloric acid ไว้เป็น solvent ในการ develop ทำโดยนำ plate มาวางไว้กลาง ใต้ปลายล่างของ dropper สัมผัสผิวหน้าและอยู่ตรงกลาง spot ของ sample พอที่ปล่อยให้ solvent ไหลลงจนกระทั่ง plate เปียกซึมไปจนถึงริมขอบของ plate จึงเอาออกปล่อยให้แห้ง แล้ว detect ด้วย iodine ใน carbon tetrachloride จะได้แถบสีเป็นรูปวงแหวนสองวง เกลือของเหล็กจะให้รูปวงแหวนสีเหลืองอย่างฟางข้าวอยู่ภายใน ส่วนวงนอกเป็นสีน้ำเงินจาง ๆ ของสังกะสี วงแหวนทั้งสองนั้นแยกห่างออกจากกันอย่างชัดเจน

West และ Mukherji (21) ได้ทำการแยกโลหะไอออน 35 ชนิด ออกเป็น 5 groups ด้วย liquid-liquid extraction โดยเริ่มด้วยนำสารละลายที่มี ions ผสมกันอยู่มาเติม concentrated hydrochloric acid ลงไป จากนั้น extract ด้วย methyl isobutyl ketone และ n-amyl acetate แยก 2 phase ออกจากกันโดยใช้ Extraction Pipet (5) organic phase ที่จะได้จะมี  $Sb^{5+}$ ,  $Au^{3+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $V^{5+}$ ,  $Mo^{6+}$ ,  $Ga^{3+}$ ,  $As^{3+}$ ,  $Ge^{4+}$  และ  $Te^{4+}$

ส่วน aqueous phase นำไป extract ต่อ โดยเติม ammonium thiocyanate ลงไป แล้ว extract ด้วย diethyl ether แยก 2 phase ออกจากกัน organic phase จะมี  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Be}^{2+}$  และ  $\text{Sn}^{4+}$  นำ aqueous phase ไป extract ต่อโดยเติม acetylacetone จะได้ organic phase ที่มี  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{U}^{6+}$ ,  $\text{Zr}^{4+}$  และ  $\text{Ti}^{4+}$  จากนั้นนำ aqueous phase ไป extract ต่อโดยเติม sodium diethyl dithiocarbamate จะได้ organic phase ที่มี  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Tl}^{+}$ ,  $\text{W}^{6+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Se}^{4+}$  และ  $\text{In}^{3+}$  ส่วน aqueous phase ที่เหลือในขั้นตอนสุดท้ายจะมี  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ce}^{3+}$  และ  $\text{Th}^{4+}$  นำ ions ในแต่ละ group นี้ ไปแยกหาโลหะไอออน (cation) แต่ละตัว โดยใช้ capillary pipet ทำ spot ลงบนจุดกึ่งกลางของ filter paper 5 แผ่น ๆ ละ group จากนั้น develop ด้วย เครื่องมือที่เรียกว่า Ring oven ด้วยการนำ filter paper ไปวางบนเครื่อง heater (develop กรังละ 1 แผ่น) แล้วใช้ aluminum block ที่มีรูตรงกลางวางทับ filter paper ตอนบนของ block ตรงกับรู เติมน้ำด้วย capillary pipet ภายในบรรจุ 0.1 M. hydrochloric acid เป็น solvent ให้ปลายของ capillary pipet สัมผัสผิวหน้า และอยู่ตรงกลาง spot ของ sample พอที่ ปล่อยให้ solvent ไหลลงจนกระทั่ง filter paper เปียกซึมเป็นวงกลมจนถึง ริมกระดาษพอดี เอา filter paper ออกปล่อยให้แห้ง นำมาตัดออกเป็นรูปสามเหลี่ยมฐานโค้ง มีมุมยอดอยู่ที่จุดศูนย์กลางของ filter paper (segment) ให้มีจำนวนชิ้นเท่ากับจำนวน ion ในแต่ละ group (เช่น group 1 ตัดออกเป็น 9 segment) นำแต่ละชิ้นที่ตัดไว้ไป detect ion แต่ละชนิดด้วยวิธี spot test (6) โดยใช้ specific reagent สำหรับ ion แต่ละชนิด ปรากฏว่าเขา detect ion พบทุกชนิด แต่ใน acetylacetone group นั้นการ extract ทำได้ไม่สมบูรณ์ จะมี  $\text{Ti}^{4+}$ ,  $\text{Zr}^{4+}$  และ  $\text{Cr}^{3+}$  ไปปรากฏอยู่ใน group ถัดไปทำให้เกิด interfere ระหว่าง group

Goller (7) ได้ทำการวิเคราะห์โลหะไอออน (cation) 8 ชนิด โดยใช้ unknown mixture ไม่ทองทดสอบเบื้องต้นก่อน เตรียม plate โดยใช้กระจกสองแผ่นทาบติดกัน รูนลงใน alumina suspension ใช้ capillary ทำ spot การ develop ทำใน beaker ที่มี solvent mixture ของ sodium bromide ใน 1 M. hydrochloric acid: iso-propanol (50:50 v/v) แล้ว detect ด้วย ammonium sulphide ปรากฏว่าเขาสามารถแยกและวิเคราะห์ ion ได้ทุกชนิด สีที่

เกิดขึ้น และค่า  $R_f$  แสดงดังตาราง 1 เขาเสนอแนะว่าการวิเคราะห์นี้ เหมาะสมกับหลักสูตรปริญญาตรี มีประโยชน์ในแง่ที่ว่า ทำได้ง่าย รวดเร็ว และราคาไม่แพง

ตาราง 1 แสดงผลการแยกโลหะอ็อน 8 ชนิด

| Cation    | Detecting reagent | Color        | $R_f$ |
|-----------|-------------------|--------------|-------|
| $Hg^{2+}$ | ammonium sulphide | black        | 0.95  |
| $Cd^{2+}$ | "                 | light yellow | 0.65  |
| $Ni^{2+}$ | "                 | black        | 0.60  |
| $Cu^{2+}$ | "                 | gray-brown   | 0.60  |
| $Fe^{3+}$ | "                 | black        | 0.45  |
| $Pb^{2+}$ | "                 | brown        | 0.45  |
| $Sb^{3+}$ | "                 | dark yellow  | 0.25  |
| $Ag^+$    | "                 | black        | 0.00  |

Hashmi และคณะ (8) ได้ทำการแยกโลหะอ็อน 19 ชนิด โดย Circular Thin-Layer Chromatography เริ่มด้วยการแยกออกเป็น 5 groups ตามวิธี classical hydrogen sulphide แล้วย้าย ion ในแต่ละ group ไปแยกโดย Circular Thin-Layer Chromatography (CTLC) เขาใช้ alumina ผสม 5% calcium sulfate และ silica gel เตรียม layer บน glass plate ทำ spot ด้วย capillary pipet การ develop ทำใน Developing Chamber ซึ่งมีลักษณะคล้าย ๆ funnel กว้างอยู่ ภายใน funnel ตรงส่วนที่เป็นก้านมี pipet ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางพอดีสอดอยู่ ความยาวของ pipet เท่ากับความยาวของ funnel จากปากถึงท้าย pipet นั้น บรรจุ solvent สำหรับใช้ develop ซึ่งมีอยู่ 6 systems (ดูตาราง 2) ในการ develop ทำได้ง่าย โดยสอด plate เข้าไปด้านล่างของ Developing Chamber (funnel) ใต้ปลายของ pipet สัมผัสกับผิวหน้าและอยู่ตรงกับ spot บน plate ปล่อยให้ solvent ซึมผ่าน จนถึงริมของ plate ซึ่งใช้เวลาประมาณ 2 นาที จึงเอา plate ออกแล่นนำไป detect ด้วย reagent 7 ชนิด

(ดูตาราง 2) สีที่เกิดขึ้นและค่า  $R_f$  แสดงดังตาราง 2

ตาราง 2 แสดง Solvent system, Detecting reagent และผลการแยกโลหะออลอน  
ทั้ง 19 ชนิด

| Group | Cation    | Solvent system          | Detecting reagent | Color                | $R_f$ |
|-------|-----------|-------------------------|-------------------|----------------------|-------|
| I     | $Ag^+$    | n-butanol : acetone     | sodium sulphide   | dark brown           | 0.63  |
|       | $Hg^{2+}$ | : nitric acid (conc.)   | "                 | tan                  | 0.80  |
|       | $Pb^{2+}$ | = 23 : 23 : 4 v/v       | "                 | dark brown           | 0.44  |
| II A  | $Cu^{2+}$ | n-butanol:acetone       | sodium sulphide   | dark brown           | 0.96  |
|       | $Cd^{2+}$ | : hydrochloric acid     | "                 | yellow               | 0.60  |
|       | $Hg^{2+}$ | (8 M.):acetylacetone    | "                 | tan                  | 0.62  |
|       | $Bi^{3+}$ | = 33:10:4:3 v/v         | "                 | brown                | 0.46  |
|       | $Pb^{2+}$ |                         | "                 | dark brown           | 0.36  |
| II B  | $Sb^{3+}$ | acetone : hydro -       | dithizone         | red-orange           | 1.00  |
|       | $As^{3+}$ | chloric acid (8 M):     | "                 | yellow               | 0.93  |
|       | $Sn^{4+}$ | acetylacetone           | "                 | violet               | 0.86  |
|       |           | = 48 : 1 : 1 v/v        |                   |                      |       |
| III   | $Fe^{3+}$ | acetone:hydrochloric    | alizarin          | blue-violet          | 1.00  |
|       | $Al^{3+}$ | acid(4M.):acetylacetone | "                 | yellowish-<br>orange | 0.34  |
|       | $Cr^{3+}$ | = 97 : 2 : 1 v/v        | "                 | violet               | 0.13  |
| IV A  | $Ni^{2+}$ | acetone:hydrochloric    | rubeanic acid     | blue                 | 0.17  |
|       | $Co^{2+}$ | acid(4M.):acetyl -      | "                 | dark-brown           | 0.49  |
|       | $Mn^{2+}$ | acetone = 46:2:2        | "                 | red-brown            | 0.30  |
|       | $Fe^{3+}$ | v/v                     | "                 | brown                | 1.00  |

ตาราง 2 (ต่อ)

| Group | Cation           | Solvent system          | Detecting reagent  | Color      | R <sub>f</sub> |
|-------|------------------|-------------------------|--------------------|------------|----------------|
| IV B  | Ni <sup>2+</sup> | acetone:hydrochloric    | dithizone (DZa)    | blue       | 0.40           |
|       | Zn <sup>2+</sup> | acid (4M.):acetyl-      | "                  | red-violet | 0.56           |
|       | Cu <sup>2+</sup> | acetone = 97:2:1<br>v/v | "                  | green      | 1.00           |
| V     | Ba <sup>2+</sup> | acetone:hydrochloric    | sodium rhodizonate | brick-red  | 0.00           |
|       | Sr <sup>2+</sup> | acid (4 M.)             | "                  | red        | 0.28           |
|       | Ca <sup>2+</sup> | = 97 : 3 v/v            | alizarin           | violet     | 0.81           |

Hashmi และคณะ (9) ใช้ทำการทดลองแยกโลหะไอออน 40 ชนิด ออกเป็น 5 groups โดยใช้ solvent extraction ตามวิธีของ West และ Mukherji (21) แล้ววิเคราะห์ ion ในแต่ละ group ภาย Circular Thin-Layer Chromatography โดยใช้ alumina และ silica gel เป็น layer การ develop ใช้เครื่องมือของ Hashmi และคณะ (8) หลังจาก detect แล้วสามารถแยก ion ได้ทุกชนิด สำหรับ solvent , reagent และผลการแยก ion ดูจากตาราง 3

ตาราง 3 แสดง Solvent system, Detecting reagent สีที่เกิดขึ้น และค่า  
 $R_f$  ของโลหะอิกอน

| Group | Cation    | Solvent system      | Detecting reagent                       | Color              | $R_f$ |
|-------|-----------|---------------------|-----------------------------------------|--------------------|-------|
| I     | $Fe^{3+}$ | Acetone :           | tannic acid                             | dull violet        | 1.00  |
|       | $Au^{3+}$ | hydrochloric acid   | "                                       | gray to black      | 0.71  |
|       | $Mo^{6+}$ | (4M):acetylacetone  | "                                       | dark yellow        | 0.62  |
|       | $V^{5+}$  | = 45 : 3 : 2 v/v    | "                                       | dark blue          | 0.51  |
|       | $Ga^{3+}$ |                     | dithizone (DZc)                         | red orange         | 0.98  |
|       | $Sb^{5+}$ |                     | "                                       | red orange         | 0.53  |
|       | $As^{3+}$ |                     | "                                       | yellow             | 0.51  |
|       | $Te^{4+}$ |                     | stannous chloride-<br>-potassium iodide | dark brown         | 0.51  |
|       | $Ge^{4+}$ |                     | phenyl fluorone                         | red                | 0.40  |
| II    | $Pd^{2+}$ | acetone :           | rubeanic acid                           | yellowish<br>brown | 0.95  |
|       | $Pt^{4+}$ | hydrochloric acid   | "                                       | reddish purple     | 0.90  |
|       | $Co^{2+}$ | (4M):acetyl acetone | "                                       | dark brown         | 0.85  |
|       | $Zn^{2+}$ | = 45 : 3 : 2 v/v    | diphenyl carbazide                      | red violet         | 0.93  |
|       | $Sn^{4+}$ |                     | "                                       | violet             | 0.67  |
| III   | $Cu^{2+}$ | acetone :           | potassium -<br>ferrocyanide             | reddish brown      | 0.94  |
|       | $Ru^{3+}$ | hydrochloric acid   | rubeanic acid                           | blue               | 0.51  |
|       | $U^{6+}$  | (4M) = 47 : 3 v/v   | potassium -<br>ferrocyanide             | brown              | 0.48  |
|       | $Ti^{4+}$ |                     | "                                       | yellow             | 0.39  |
|       | $Zr^{4+}$ |                     | alizarin                                | violet             | 0.44  |
|       | $Cr^{3+}$ |                     | peroxide-benzidine                      | dark blue          | 0.51  |

## ตาราง 3 (ต่อ)

| Group | Cation           | Solvent system                                                          | Detecting reagent                      | Color              | R <sub>f</sub> |
|-------|------------------|-------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|--------------------|----------------|
| IV    | La <sup>3+</sup> | acetone :<br>hydrochloric acid<br>(4M):acetylacetone<br>= 48:15:0.5 v/v | quinalizarin                           | violet             | 0.39           |
|       | Al <sup>3+</sup> |                                                                         | "                                      | violet             | 0.70           |
|       | Hg <sup>2+</sup> |                                                                         | sodium sulphide                        | tan to black       | 0.91           |
|       | Cd <sup>2+</sup> |                                                                         | "                                      | yellow             | 0.82           |
|       | Bi <sup>3+</sup> |                                                                         | "                                      | dark brown         | 0.56           |
|       | Pb <sup>2+</sup> |                                                                         | "                                      | brown              | 0.40           |
|       | Se <sup>4+</sup> |                                                                         | stannous chloride-<br>potassium iodide | red                | 0.20           |
|       | Rh <sup>2+</sup> |                                                                         | "                                      | yellow             | 0.97           |
|       | Ni <sup>2+</sup> |                                                                         | dimethylglyoxime                       | red                | 0.50           |
| V     | Mn <sup>2+</sup> |                                                                         | "                                      | brown yellow       | 0.59           |
|       | Sr <sup>2+</sup> | acetone :                                                               | rhodizonic acid                        | red                | 0.40           |
|       | Ba <sup>2+</sup> | hydrochloric acid                                                       | "                                      | red                | 0.00           |
|       | Th <sup>4+</sup> | (4M) = 46:4 v/v                                                         | alizarin                               | blue violet        | 0.50           |
|       | Ce <sup>3+</sup> |                                                                         | "                                      | blue violet        | 0.40           |
|       | Mg <sup>2+</sup> |                                                                         | "                                      | violet             | 0.70           |
|       | K <sup>+</sup>   |                                                                         | sodium -<br>cobaltinitrite             | yellow             | 0.40           |
|       | Rb <sup>+</sup>  |                                                                         | "                                      | blackish-<br>brown | 0.33           |
|       | Cs <sup>+</sup>  |                                                                         | "                                      | orange brown       | 0.24           |
|       | Li <sup>+</sup>  |                                                                         | silver nitrate -<br>fluorescein        | dark brown         | 0.91           |
|       | Ca <sup>2+</sup> |                                                                         | alizarin                               | blue violet        | 0.80           |

Seller (15) ทดลองแยกโลหะไอออน (หรือ cation) 19 ชนิด โดยแยกออกเป็น 4 groups ตามวิธี classical hydrogen sulphide ที่เขาปรับปรุงใหม่ แล้ววิเคราะห์โลหะไอออนแต่ละตัวใน group ต่าง ๆ นั้นด้วย Thin-Layer Chromatography (TLC) มี silica gel เป็น adsorbent การ spot ใช้ capillary pipet นำไป develop ด้วย solvent system 4 ชนิด จากนั้น spray ด้วย detecting reagent และ U.V. light (ผลการแยก ตลอดจน solvent system และ reagent ที่ใช้ ดูตาราง 5) ปรากฏว่า เขาแยกโลหะไอออนออกจากกันได้ทุกชนิด แต่ group 1 - 3 นั้น spot ยัง overlap กันอยู่เล็กน้อย

ตาราง 4 แสดงผลการแยกโลหะไอออนด้วย Solvent system และ Detecting reagent ชนิดต่าง ๆ

| No. | Cation           | Solvent system       | Duration of run | Detecting reagent     | color        |
|-----|------------------|----------------------|-----------------|-----------------------|--------------|
| 1   | Hg <sup>2+</sup> | n-butanol :          | 2 ชั่วโมง       | spray ด้วย potassium  | brown-black  |
|     | Bi <sup>3+</sup> | hydrochloric acid    |                 | iodide นำไปอังไฟ      | brown-black  |
|     | Cd <sup>2+</sup> | (1.5M):acetylacetone |                 | ammonia แล้วสอ        | yellow       |
|     | Pb <sup>2+</sup> | = 100:20:0.5 v/v     |                 | plate เข้าไปใน tank   | brown        |
|     | Cu <sup>2+</sup> |                      |                 | ที่ hydrogen sulphide | dark brown   |
| 2   | Fe <sup>3+</sup> | acetone:hydrochloric | 20 นาที         | อังไฟ ammonia แล้ว    | dark         |
|     | Zn <sup>2+</sup> | acid (conc.) :       |                 | spray ด้วย 8-hydroxy- | yellow       |
|     | Co <sup>2+</sup> | acetylacetone =      |                 | quinolin ตรวจสอ       | dark         |
|     | Mn <sup>2+</sup> | 100:1:0.5 v/v        |                 | ด้วย U.V.light        | dark         |
|     | Cr <sup>3+</sup> |                      |                 |                       |              |
|     | Ni <sup>2+</sup> |                      |                 |                       |              |
|     | Al <sup>3+</sup> |                      |                 |                       | light yellow |

ตาราง 4 (ต่อ)

| No. | Cation           | Solvent system                                  | Duration of run | Detecting reagent | Color         |
|-----|------------------|-------------------------------------------------|-----------------|-------------------|---------------|
| 3   | Ca <sup>2+</sup> | ethanol:n-propanol:                             | 90 นาที         | violuric acid     | yellow-orange |
|     | Sr <sup>2+</sup> | glacial acetic acid:                            |                 | "                 | pink          |
|     | Ba <sup>2+</sup> | acetylacetone: น้ำกลั่น<br>=37.5:37.5:5:1:20v/v |                 | "                 | red-violet    |
| 4   | Li <sup>+</sup>  | absolute ethanol:                               | 50 นาที         | violuric acid     | light red     |
|     | Mg <sup>2+</sup> | glacial acetic acid                             |                 | "                 | yellow-orange |
|     | Na <sup>+</sup>  | = 100 : 1 v/v                                   |                 | "                 | red-violet    |
|     | K <sup>+</sup>   |                                                 |                 | "                 | blue-violet   |

หมายเหตุ การทดลองนี้ ไม่ได้อายงานค่า R<sub>F</sub> ไว้ เพียงแต่บอกค่าดัชนีการเคลื่อนที่ของ ion  
ไว้ ซึ่งเรียงตามลำดับจากบนลงล่างของในแต่ละ group

S.Lincoln และคณะ (14) ได้ทดลองแยกโลหะอัลคาไล (cation) ใน classical group  
ด้วยวิธี Thin-Layer Chromatography (TLC) โดยมี microcrystalline cellulose เป็น  
adsorbent เตรียม plate โดยการจุ่มแผ่นแก้วและแท่งแก้วลงใน slurry ซ้ำ 2 ครั้ง ทำ spot  
ด้วย capillary pipet นำไป develop ด้วย solvent mixture 6 system (ดูตาราง 5)  
การ develop ใช้เวลา 35 นาที ถึง 2 ชั่วโมง reagent ที่ใช้ detect มีด้วยกัน 7 ชนิด  
(ดูตาราง 5) ผลการแยกและค่า R<sub>F</sub> แสดงดังตาราง 5 เขาเสนอแนะว่า ขนาดของแท่งแก้วที่ใช้  
ก็มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.6 ซม. เมื่อเปรียบเทียบตามขนาดของแท่งแก้วแล้ว ผลปรากฏว่า ขนาด  
แท่งแก้วยิ่งโต ค่า R<sub>F</sub> ยิ่งสูง และยังกล่าวอีกว่า ในการแยกโลหะอัลคาไลนั้น ทาบนแท่งแก้วโดยผลดีกว่า  
บนแผ่นแก้ว

ตาราง 5 แสดงโลหะไอออนผสม, Solvent system, Detecting reagent และค่า Rf

| No. | Cation           | Solvent system                           | Detecting reagent               | color                      | R <sub>f</sub><br>(plate) | R <sub>f</sub><br>(rod) |
|-----|------------------|------------------------------------------|---------------------------------|----------------------------|---------------------------|-------------------------|
| 1   | Hg <sup>+</sup>  | 85% n-butanol :                          | potassium chromate              | brown                      | 0.47                      | 0.80                    |
|     | Ag <sup>+</sup>  | 15% H <sub>2</sub> O : pH 3              | "                               | red                        | 0.16                      | 0.25                    |
|     | Pb <sup>2+</sup> | (acetic acid) v/v                        | "                               | yellow                     | 0.10                      | 0.19                    |
| 2   | Hg <sup>2+</sup> | 90% ethanol :                            | hydrogen sulphide               | gray                       | 0.83                      | 0.90                    |
|     | Cd <sup>2+</sup> | 10% 6M.hydrochloric                      | "                               | yellow                     | 0.73                      | 0.84                    |
|     | Bi <sup>3+</sup> | acid v/v                                 | "                               | brown                      | 0.66                      | 0.81                    |
|     | Cu <sup>2+</sup> |                                          |                                 | black                      | 0.42                      | 0.56                    |
| 3   | Sn <sup>2+</sup> | 45% chloroform                           | hydrogen sulphide               | gray                       | 0.63                      | 0.85                    |
|     | Sb <sup>3+</sup> | 45% tert- butanol                        | "                               | orange                     | 0.65                      | 0.82                    |
|     | As <sup>3+</sup> | 10% 8M.hydrochloric<br>acid v/v          | "                               | yellow                     | 0.45                      | 0.58                    |
| 4   | Zn <sup>2+</sup> | 87% acetone:                             | 1-(2-pyridylazo)-<br>2-naphthol | pink                       | 0.94                      | 0.87                    |
|     | Fe <sup>3+</sup> | 8% 6M.hydrochloric acid                  | β-nitro so-<br>naphthol }       | blue                       | 0.74                      | 0.70                    |
|     | Co <sup>2+</sup> | 5% H <sub>2</sub> O v/v                  |                                 | brown                      | 0.36                      | 0.27                    |
|     | Al <sup>3+</sup> |                                          | 1-(2-pyridylazo)-<br>2-naphthol | orange                     | 0.11                      | 0.15                    |
|     | Ni <sup>2+</sup> |                                          | dimethylglyoxime                | pink                       | 0.08                      | 0.07                    |
| 5   | Ca <sup>2+</sup> | 37.5% ethanol:20% H <sub>2</sub> O:      | violuric acid                   | violet                     | 0.61                      | 0.50                    |
|     | Sr <sup>2+</sup> | 37.5% n-propanol:5%<br>acetic —          | "                               | violet                     | 0.45                      | 0.27                    |
|     | Ba <sup>2+</sup> | acid: 1% acetyl acetone                  | "                               | orange-pink                | 0.34                      | 0.11                    |
| 6   | Li <sup>+</sup>  | 90% ethanol: 10% H <sub>2</sub> O<br>v/v | { dichloro-<br>fluorescein }    | { white bands<br>on pink } | 0.64                      | 0.62                    |
|     | Na <sup>+</sup>  |                                          |                                 |                            | 0.33                      | 0.51                    |
|     | K <sup>+</sup>   |                                          |                                 |                            | 0.18                      | 0.44                    |

Zetlmeisl และ Harworth(22) ทำการทดลองแยกโลหะอิลอน 21 ชนิด โดยไม่ต้องแยกเป็น group ก่อน นำ unknown mixture มาแยกด้วย Thin-Layer Chromatography (TLC) โดยใช้ microcrystalline cellulose เป็น layer ใช้ capillary syringe ทำ spot บน plate 7 plates นำแต่ละ plate ไป develop ด้วย solvent 7 systems (ดูตาราง 6) โดย develop 1 plate ต่อ 1 system แล้ว detect ด้วย reagent หลาย ๆ ชนิด (ดูตาราง 6) เราสามารถแยกโลหะอิลอนได้ทุกชนิด ถ้า  $R_f$  แสดงดังตาราง 6

ตาราง 6 แสดงโลหะอิลอนผสม, Solvent system, Detecting reagent และค่า  $R_f$

| No. | Cation           | Solvent system                        | Detecting reagent         | $R_f$ |
|-----|------------------|---------------------------------------|---------------------------|-------|
| 1   | Hg <sup>+</sup>  | 85% n-butanol: 15% H <sub>2</sub> O : | potassium chromate        | 0.13  |
|     | Ag <sup>+</sup>  | pH 3 (acetic acid) v/v                | "                         | 0.11  |
|     | Pb <sup>2+</sup> |                                       | "                         | 0.05  |
| 2   | Hg <sup>2+</sup> | 90% ethanol : 10% 5M.                 | hydrogen sulphide         | 0.97  |
|     | Cd <sup>2+</sup> | hydrochloric acid v/v                 | "                         | 0.93  |
|     | Bi <sup>3+</sup> |                                       | "                         | 0.89  |
|     | Cu <sup>2+</sup> |                                       | "                         | 0.44  |
| 3   | Sn <sup>2+</sup> | 45% chloroform :                      | hydrogen sulphide         | 0.84  |
|     | Sb <sup>3+</sup> | 45% tert. - butyl alcohol:            | "                         | 0.73  |
|     | As <sup>3+</sup> | 10% 8M. hydrochloric acid<br>v/v      | "                         | 0.65  |
| 4   | Zn <sup>2+</sup> | 87% acetone :                         | dithizone                 | 0.91  |
|     | Fe <sup>3+</sup> | 8% hydrochloric acid :                | self-indicating           | 0.77  |
|     | Co <sup>2+</sup> | 5% H <sub>2</sub> O v/v               | $\beta$ -nitroso-naphthol | 0.37  |
|     | Ni <sup>2+</sup> |                                       | dimethylglyoxime          | 0.10  |

ตาราง 6 (ต่อ)

| No. | Cation           | Solvent system                                         | Detecting reagent     | R <sub>f</sub> |
|-----|------------------|--------------------------------------------------------|-----------------------|----------------|
| 5   | Zn <sup>2+</sup> | 70% tert.-butyl alcohol:                               | 1-(2-pyridylazo)-2-   | 0.85           |
|     | Al <sup>3+</sup> | 26% H <sub>2</sub> O : 4% 6M HCl v/v                   | naphthol+6M.ammonia   | 0.28           |
| 6   | Cd <sup>2+</sup> | 96.5% dioxane : 2.5% H <sub>2</sub> O                  | N-8-quinolyl-p-       | 0.22           |
|     | Zn <sup>2+</sup> | : 1% conc. HNO <sub>3</sub> : 1g. -<br>-antipyrine v/v | toluene sulfonamide   | 0.10           |
| 7   | Ca <sup>2+</sup> | 40% isopropyl alcohol:                                 | alizarin              | 0.73           |
|     | Sr <sup>2+</sup> | 40% H <sub>2</sub> O : 20% 1M.                         | potassium rhodizonate | 0.66           |
|     | Ba <sup>2+</sup> | hydrochloric acid v/v                                  | "                     | 0.55           |

หมายเหตุ ไม่ได้รายงานการเกิดสีของ cations ไว้

### บทที่ 3

#### วิธีดำเนินการทดลอง

ในการทดลองนี้ใช้ Microgranular Cellulose Powder (Whatman Chromedia CC 31) เป็น adsorbent และ reagent ที่ใช้ทั้งหมดเป็นชนิด analytical grade โดยทำการทดลอง ดังต่อไปนี้

#### 1. การเตรียม Plate

นำ cellulose powder (มี grain ขนาด 15 - 40  $\mu\text{m}$ .) มา 25 กรัม ทำให้เป็น slurry ด้วยน้ำกลั่น 50 ml. ผสม slurry นั้นให้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นนำไปเตรียม plate ขนาด 10 x 20 ซม. บนแผ่นแก้ว (3) ที่ล้างสะอาดด้วยผงฟอกแล้ว rinse ด้วยน้ำกลั่น อบให้แห้ง ในตู้อบ โดยใส่แท่งแก้วที่พันด้วยเทปพันสายไฟ (ตรา Yazaki) ซึ่งมีความหนา 0.18 มม. 1 รอบ เป็นเครื่องเคลือบ slurry จะเตรียม plate ได้ประมาณ 12 plates ตั้งให้แห้งในอากาศตลอดคืน (12 ชั่วโมง) โดยเก็บ plate ไว้ในตู้อบที่ปิดสนิท และมี blue silica gel อยู่ด้วย เพื่อ ป้องกัน plate ไม่ให้ถูกไอน้ำของสารต่าง ๆ และป้องกันความชื้น

#### 2. การทดลองแยกโลหะไอออนสามัญ (Common Metal Ions)

Common Metal Ions ที่ทำการทดลองทั้งหมดมี 19 ชนิด แบ่งออกเป็น 4 groups ดังนี้ :-

|         |                     |                  |                  |                  |                  |                  |                  |
|---------|---------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| group 1 | มี $\text{Hg}^{2+}$ | $\text{Bi}^{3+}$ | $\text{Cd}^{2+}$ | $\text{Pb}^{2+}$ | $\text{Cu}^{2+}$ |                  |                  |
| group 2 | มี $\text{Fe}^{3+}$ | $\text{Zn}^{2+}$ | $\text{Co}^{2+}$ | $\text{Mn}^{2+}$ | $\text{Cr}^{3+}$ | $\text{Ni}^{2+}$ | $\text{Al}^{3+}$ |
| group 3 | มี $\text{Ca}^{2+}$ | $\text{Sr}^{2+}$ | $\text{Ba}^{2+}$ |                  |                  |                  |                  |
| group 4 | มี $\text{Li}^{+}$  | $\text{Mg}^{2+}$ | $\text{Na}^{+}$  | $\text{K}^{+}$   |                  |                  |                  |

ในการวิเคราะห์และแยก mixture ของ โลหะไอออนเหล่านี้ ได้แบ่งการทดลองออกเป็นสองตอน ตอนแรกเป็นการแยก mixture ของโลหะไอออน ออกเป็น 4 groups โดยการตกตะกอน ตอนสองใช้

TLC Technique แยก โลหะอโลหะ ในแต่ละ group ออกจากกัน

## 2.1 การแยก mixture ของโลหะอโลหะออกเป็น group ต่าง ๆ (16)

เตรียม mixture ของ โลหะอโลหะ โดยหั่ง mercuric nitrate

$[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$  0.350 g. cadmium acetate  $[\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$  0.266 g.  
bismuth subnitrate  $[\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$  0.300 g. lead nitrate  $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$   
0.330 g. copper acetate  $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$  0.199 g. aluminium chloride  
 $[\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  0.240 g. nickel chloride  $[\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  0.238 g.  
cobalt chloride  $[\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  0.238 g. zinc chloride  $[\text{ZnCl}_2]$  0.136 g.  
ferric chloride  $[\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  0.270 g. chromium chloride  $[\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$   
0.266 g. manganese chloride  $[\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  0.198 g. calcium acetate  
 $[\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$  1.580 g. strontium acetate  $[\text{Sr}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$  2.056 g.  
barium acetate  $[\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$  2.554 g. lithium acetate  $[\text{CH}_3\text{COOLi} \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$   
1.020 g. magnesium acetate  $[\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  2.145 g. sodium acetate  
 $[\text{CH}_3\text{COONa}]$  0.820 g. potassium acetate  $[\text{CH}_3\text{COOK}]$  0.980 g. นำมาผสมกัน  
ในลักษณะของแข็ง โดยบดให้ละเอียดเข้าด้วยกันใน mortar แล้วทำการทดลองดังต่อไปนี้

Group 1 นำ mixture ที่เตรียมไว้มา 0.3 g. ละลายใน aqua regia

(6 M. hydrochloric acid 3 ส่วน ผสมกับ 6 M. nitric acid 1 ส่วน) ที่ร้อน 3 ml. จากนั้น  
dilute ด้วยน้ำกลั่น 3 ml. ถ้ามีตะกอนเกิดขึ้น centrifuge ออก แล้วล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น  
0.5 ml. 2 ครั้ง ตะกอนทิ้งไป ส่วนสารละลายที่เหลือและน้ำล้างตะกอนใส่ใน beaker 25 ml.  
หยด 3% hydrogen peroxide ลงไป 5 หยด ต้มสารละลายนี้ให้เดือดเบา ๆ 2 นาที ปลดทิ้งไว้  
ให้เป็น เติม 6 M. ammonia soln 3.5 ml. สารละลายจะมีฤทธิ์เป็นด่าง (ทดสอบความเป็น  
กรด - ด่าง ด้วยกระดาษ litmus) จากนั้นทำให้สารละลายเป็นกรดพอที่ควย 6 M. hydrochloric  
acid 0.5 ml. แล้วเติมลงไปอีก 6.5 ml. ใส่สารละลายนี้ลงใน cylinder 25 ml. เติมน้ำกลั่น  
ลงไปจนสารละลายมีปริมาตร 19 ml. แล้วเติมสารละลาย 1 M. thioacetamide ลงไป  
1 ml. คนด้วยแท่งแก้วในเข้านี้ ทดสอบสารละลายนี้ลงใน beaker 50 ml. นำไปต้มให้เดือดจน

water bath 10 นาที ถ้ามีตะกอนเกิดขึ้น centrifuge ออก ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 1 ml. 2 ครั้ง  
เก็บสารละลายที่เหลือน้ำล้างตะกอนไว้รวมกัน (soln A) ตะกอนที่ได้นำไปละลายใน aqua regia  
0.5 ml. ตมบน water bath จนเป็นสารละลายเนื้อเดียว แล้วเคี่ยวสารละลายให้เหลือปริมาตร  
0.5 ml. เป็นโลหะออลอนผสม group 1 นำไปแยกโลหะออลอนแต่ละชนิดด้วย TLC

Group 2 สารละลายที่เหลือน้ำล้างตะกอนจากการตกตะกอนในตอนแรก (soln A) จะมีสภาพเป็นกรด  
ทำให้เป็นกลางโดยเติมสารละลาย 6 M.ammonia 10.5 ml. แล้วเติมสารละลาย 2 M-thioacetamide  
1 ml. จากนั้นเติม 6 M.ammonia ลงไปอีก 2 ml. นำสารละลายนี้ ไปต้มบน water bath 10 นาที  
ถ้ามีตะกอนเกิดขึ้น centrifuge ออก ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 1 ml. 2 ครั้ง เก็บสารละลายที่เหลือน้ำ  
ล้างตะกอน (soln B) ไว้ทดลองต่อ ส่วนตะกอนที่ได้นำมาละลายใน aqua regia 1 ml.  
ต้มบน water bath จนเป็นสารละลายเนื้อเดียว แล้วเคี่ยวสารละลายให้เหลือปริมาตร 1.5 ml. เป็น  
โลหะออลอนผสม group 2 นำไปแยกโลหะออลอนแต่ละชนิดด้วย TLC

Group 3 สารละลายที่เหลือน้ำล้างตะกอนจากการตกตะกอนในตอนที่สอง (soln B)  
นำมาต้มบน water bath จนหมดกลิ่น hydrogen sulphide สารละลายนี้ควรใส่ ถ้ามีตะกอน  
centrifuge ทิ้งไป แล้วทำสารละลายให้เป็นด่างด้วย 6 M.ammonia solution 1 ml. เติม  
สารละลาย 1.5 M.ammonium carbonate 2 ml. ตมบน water bath 10 นาที ทิ้งไว้ให้เย็น  
เซาะสักกรู centrifuge ออก ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 1 ml. 2 ครั้ง เก็บสารละลายที่เหลือน้ำ  
ล้างตะกอน (soln C) ไว้ทดลองต่อ ตะกอนที่ได้นำไปละลายใน 6 M.acetic acid 0.5 ml.  
จากนั้นนำไปต้มให้เหลือปริมาตร 0.5 ml. เป็นโลหะออลอนผสม group 3 นำไปแยกโลหะออลอนด้วย  
TLC ต่อไป

Group 4 สารละลายที่เหลือน้ำล้างตะกอนจากการตกตะกอนในตอนที่สาม (soln C)  
นำมาทำให้เป็นกรดด้วย 6 M.acetic acid 1.5 ml. แล้วต้มให้แห้งอย่างระมัดระวังใน porcelain  
dish จากนั้นทำ residue ให้แห้งสนิท โดยเผาต่อไปอีก 15 นาที (ทำในตู้แก้ว) จนหมดกลิ่นสีขาว  
ทิ้งไว้ให้เย็น ละลาย residue ด้วย 6 M.acetic acid 0.5 ml. แล้วนำไปต้มให้เหลือปริมาตร 0.5 ml.  
เป็นโลหะออลอนผสม group 4 นำไปแยกโลหะออลอนแต่ละชนิดด้วย TLC ต่อไป

## 2.2 การทดลองใช้ TLC แยกโลหะอโลหะแต่ละชนิดใน group ต่าง ๆ

### 2.2.1 โลหะอโลหะ group 1

ซึ่ง mercuric nitrate  $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$  0.350 g. cadmium acetate  $[\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$  0.266 g. bismuth subnitrate  $[\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$  0.300 g. lead nitrate  $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$  0.330 g. copper acetate  $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$  0.199 g. นำแต่ละสารมาละลายด้วย 3 M. nitric acid อย่างละ 10 ml. (โคสารละลายเข้มข้นประมาณ 0.1M.) โขยใช้ beaker แยกกัน เพื่อใช้เป็น standard samples ใช้ capillary tube ที่ถึงปลายข้างหนึ่งแหลมเล็ก (แทน micropipette) ทำจุด (spot) ต่าง ๆ ของโลหะอโลหะ (cation) แต่ละอย่างเรียงกันไปบน plate 1 กรัง แล้ว ทำจุดโลหะอโลหะผสมที่แยกไว้ตามข้อ 2.1 group 1 ลงบน plate 1 กรัง เช่นเดียวกัน ให้จุด มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1/4 ซม. (ระวังอย่าให้จุดใหญ่เกินไป) แต่ละจุดห่างกัน 1 ซม. ให้อยู่ห่างจาก กานข้าง และกานล่างของ plate 1.5 ซม. วาง plate ไว้ในบรรยากาศที่มีอุณหภูมิโดยเฉลี่ย ตลอดวัน  $22.8^\circ \text{C}$  และ มีความชื้นสัมพัทธ์  $84.3\%$  ให้จุดแห้ง แล้วนำ plate ที่ทำจุดแล้วไป develop ใน Tank<sup>+</sup> ที่มี solvent mixture ของ n-butanol : glacial acetic acid : น้ำกลั่น = 55:30:5 v/v (ซึ่งเตรียมไว้ก่อน develop ครั้งทั่วโงม เข้า Tank ให้ solvent ผสมกันทุกสัดส่วน) โดยวาง plate ลงไปประมาณ 0.5 ซม. ทิ้งไว้จนกระทั่ง solvent front (ระยะเคลื่อนที่ของ solvent) ขึ้นถึง 10 ซม. (ใช้เวลาประมาณ 30 นาที) เอาออกจาก Tank ทำเครื่องหมาย solvent front วาง plate ไว้พอให้แห้ง นามา spray บาง ๆ ด้วยสารละลาย 2% sodium sulphide (1 กรัมในน้ำกลั่น 50 ml.) จนเกิดการเปลี่ยนสีชัดเจน หากจุดถึงกลาง spot วัเคราะห์การเคลื่อนที่ของโลหะอโลหะแต่ละชนิด และวัเคราะห์ solvent front ผลการแยกและ ค่า  $R_F$  แสดงในการวาง 7 (หน้า 25)

\* ข้อมูลนี้ ได้จากกรมอุทกนิยมนวิทยา

+ Tank ทำด้วยโหลขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 14 ซม. สูง 24 ซม. มีกระดาษขี้ตักเป็นแผ่นเล็ก ๆ ยาว ๆ วางที่ก้นโหลให้ปลายทั้งสองข้างของแผ่นกระดาษโตะขึ้นมาข้างโหลเป็นรูปตัวยู (U) เพื่อให้โหลนั้น อิ่มตัวด้วยไอของ solvent mixture ปิดฝาโหลด้วยแผ่นพลาสติกที่รัดปากโหลด้วยยางวง ป้องกัน solvent ระเหย

### 2.2.2 โลหะอิตอน group 2

ferric chloride  $[\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  0.270 g. zinc chloride  $[\text{ZnCl}_2]$  0.136 g. cobalt chloride  $[\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  0.238 g. aluminium chloride  $[\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  0.240 g. manganese chloride  $[\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  0.198 g. nickel chloride  $[\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  0.238 g. chromium chloride  $[\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  0.266 g. นำแต่ละสารมาละลายแยกกัน ด้วย 3 M. hydrochloric acid อย่างละ 10 ml. (สารละลายนี้เข้มข้นประมาณ 0.1 M.) เพื่อใช้เป็น standard samples นำไปทำ spot บน plate ที่เตรียมไว้ เช่นเดียวกับข้อ 2.2.1 แล้วทำ spot ของโลหะอิตอนผสมที่แยกไว้ ตามข้อ 2.1 group 2 ลงบน plate 1 ครั้ง การทดลองนี้ ทำที่อุณหภูมิเฉลี่ยตลอดวัน  $28.3^\circ\text{C}$  ความชื้นสัมพัทธ์ 76.0 develop ใน Tank ที่มี solvent mixture ของ glacial acetic acid:hydrochloric acid ( $d^* = 1.175$ ):pyridine = 40:5:5 v/v (ซึ่งเตรียมไว้ก่อน develop ครั้งชั่วคราว) ตั้งไว้ จนกระทั่ง solvent front ขึ้นถึง 13 ซม. (ใช้เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง 20 นาที) เอา plate ออกจาก Tank ทำเครื่องหมาย solvent front แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ  $100^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 นาที จากนั้น spray ให้ทั่วด้วยสารละลายอินทรีย์ของ alizarin ใน ethanol (92%) (alizarin 0.100 กรัม ใน ethanol 60 ml.) ที่เตรียมขึ้นใหม่ ๆ จน plate มีสีเหลือง แล้วนำไปอังไอน้ำ ammonia จน plate เปลี่ยนเป็นสีม่วง จะเห็นสีของ spot 6 spots ทำเครื่องหมายจุดกึ่งกลาง spot เหล่านั้นไว้ นำไปอบในตู้อบ อุณหภูมิ  $100^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 10 นาที plate จะเปลี่ยนเป็นสีเหลือง จะเห็นสีของอีก 1 spot วัดระยะการเคลื่อนที่ของ โลหะอิตอนแต่ละชนิด และวัดระยะ solvent front ผลการแยก และค่า  $R_f$  แสดงในตาราง 8 (หน้า 28)

### 2.2.3 โลหะอิตอน group 3

calcium acetate  $[\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$  1.580 g. strontium acetate  $[\text{Sr}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$  2.056 g. barium acetate  $[\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$  2.554 g. นำแต่ละสารมาละลายแยกกันด้วย 3 M. acetic acid อย่างละ 10 ml. (สารละลายนี้ได้อาจจะเข้มข้นประมาณ 1M.) ใช้เป็น standard samples ถ้าไม่มีเกลือ acetate ก็เตรียมได้โดยละลายเกลือ

\*d = density

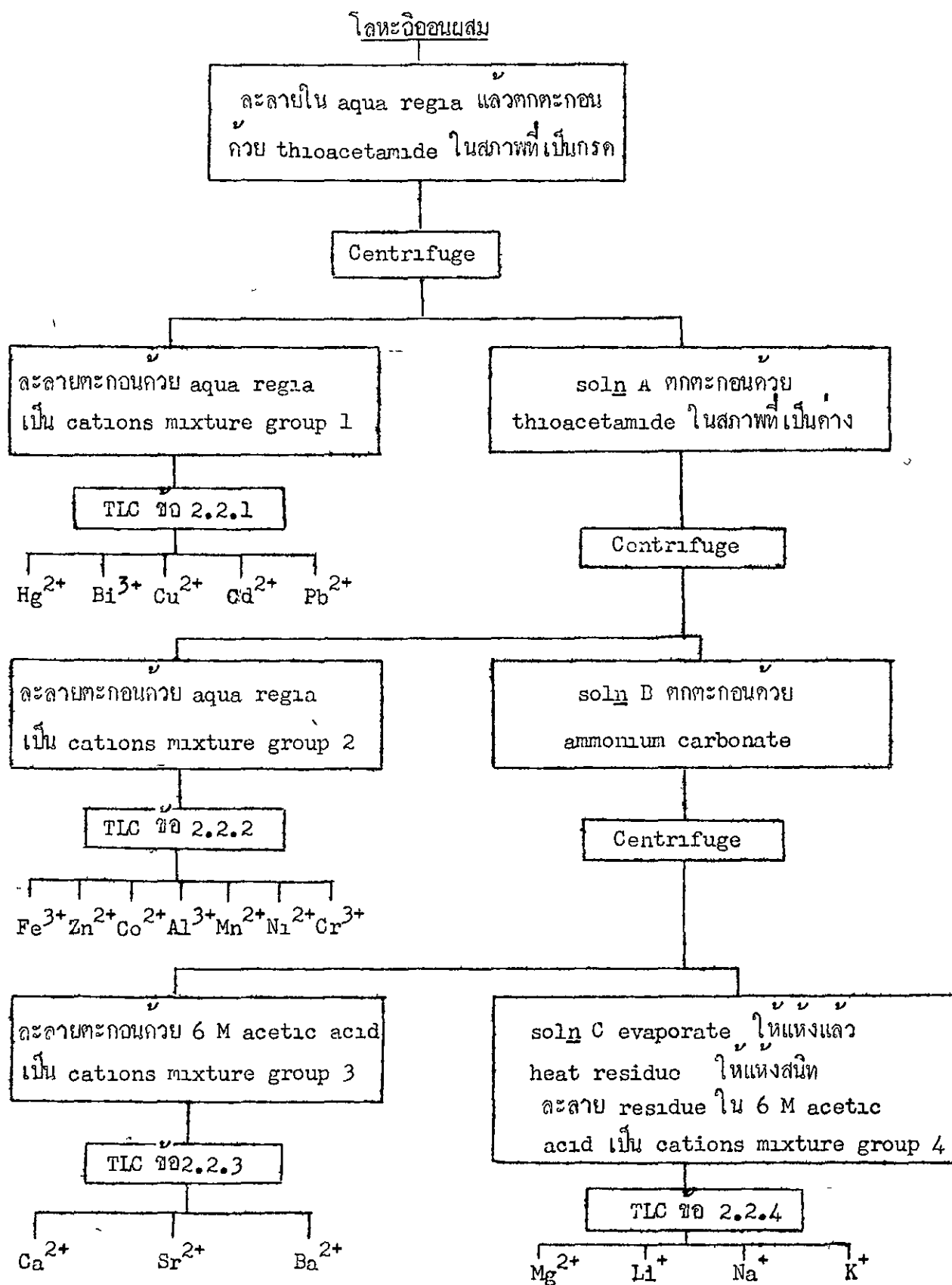
carbonate ใน 6 M. acetic acid ก็จะได้เกลือ acetate นำ standard sample นี้ ไปทำ spot บน plate ที่เตรียมไว้ และทำ spot ของโลหะอัลลอยด์ผสม ที่แยกไว้ตามข้อ 2.1 group 3 ลงบน plate ด้วย ทำเช่นเดียวกับข้อ 2.2.2 วาง plate ไว้ในบรรยากาศที่มีอุณหภูมิ โดยเฉลี่ยตลอดวัน  $28.1^{\circ}\text{C}$  และมีความชื้นสัมพัทธ์ 87.1 เมื่อจุดแห้งแล้ว แต่ละ spot ให้ spot ซ้ำด้วย glacial acetic acid 1 ครั้ง (ระวังอย่าให้ spot ใหญ่กว่า spot เดิม) ปล่อยให้จุดแห้งอีกครั้ง นำ plate นี้ไป develop ใน Tank ที่มี solvent mixture ของ ethanol (95%):n-propanol: น้ำกลั่น : acetyl acetone = 37:38:4:1 v/v (เตรียมไว้ก่อน develop ครั้งชั่วโมง) ตั้งไว้จนกระทั่ง solvent front ขึ้นถึง 15 ซม. (ใช้เวลาประมาณ 50 นาที) เอาออกจาก Tank ทำเครื่องหมาย solvent front วาง plate ไว้พอแห้ง นำมา spray บาง ๆ ด้วยสารละลาย 1.5% violuric acid (0.750 กรัม ละลายในน้ำ 50 ml.) ที่เตรียมขึ้นใหม่ ๆ นำไปอบในตู้อบอุณหภูมิ  $100^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 5 นาที จะเห็นสีของ spot หากจุดกึ่งกลาง spot วัดระยะการเคลื่อนที่ของโลหะอัลลอยด์แต่ละชนิด และวัดระยะ solvent front ผลการแยกและค่า  $R_f$  แสดงในตาราง 9 (หน้า 31)

#### 2.2.4 โลหะอัลลอยด์ group 4

ชั่ง lithium acetate  $[\text{CH}_3\text{COOLi} \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$  1.020 g. magnesium acetate  $[\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  2.145 g. sodium acetate  $[\text{CH}_3\text{COONa}]$  0.820 g. potassium acetate  $[\text{CH}_3\text{COOK}]$  0.980 g. นำแต่ละสารมาละลายแยกกันด้วยน้ำกลั่นอย่างละ 10 ml. (สารละลายที่ได้จะเข้มข้นประมาณ 1 M.) ใช้เป็น standard samples นำไปทำ spot บน plate ที่เตรียมไว้ เช่นเดียวกับข้อ 2.2.3 แล้วทำจุดของโลหะอัลลอยด์ผสม ที่แยกไว้ตามข้อ 2.1 group 4 ลงบน plate 1 ครั้ง วาง plate ไว้ในบรรยากาศที่มีอุณหภูมิโดยเฉลี่ยตลอดวัน  $28.1^{\circ}\text{C}$  ความชื้นสัมพัทธ์ 87.1 เมื่อจุดแห้งแล้ว นำไป develop ได้เลย โดยไม่ต้อง spot ด้วย glacial acetic acid เหมือน ข้อ 2.2.3 Tank ที่มี solvent mixture ของ acetone:ethanol(92%): acetylacetone = 45:33:2 v/v (เตรียมไว้ก่อน develop ครั้งชั่วโมง) หลังจาก solvent front ขึ้นสูง 15 ซม. (ใช้เวลาประมาณ 20 นาที) เอา chromatogram\* ออกจาก Tank ทำเครื่องหมาย solvent front วาง plate ไว้พอแห้ง นำมา spray บาง ๆ ด้วยสารละลาย 1.5% violuric acid ที่เตรียมขึ้นใหม่ ๆ นำไปอบในตู้อบอุณหภูมิ  $100^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 5 นาที หากจุดกึ่งกลาง spot วัดระยะการเคลื่อนที่ของโลหะอัลลอยด์แต่ละชนิด และวัดระยะ solvent front ผลการแยกและค่า  $R_f$  แสดงในตาราง 10 (หน้า 33)

\*หมายถึง plate ที่ทำจุดแล้ว 39356 ผั

## Scheme แสดงการแยกและวิเคราะห์ โลหะไอออนผสม



## ผลการทดลอง และอภิปรายผลการทดลอง

การทดลองครั้งนี้ ทำการทดลองในขั้นตอนตามวิธีของ Sella (15) คือ แยกโลหะออก 19 ชนิด ออกเป็น 4 groups ก่อน แล้วจึงแยกและวิเคราะห์โลหะออกในแต่ละ group ต่อไปด้วย TLC โดยใช้ adsorbent, solvents และ spray reagents ที่ปรับปรุงจนกว่าให้ดีกว่าของ Sella ในแง่ใช้ไล่สะควกและรวดเร็วกว่า ซึ่งจะแยกกล่าวทีละ group พร้อมทั้งข้อสังเกตต่าง ๆ ในการทดลอง ดังนี้ :-

### การเตรียม Plate

จากการศึกษากันกว่าครั้งนี้ ใช้ microgranular cellulose powder (Whatman Column Chromedia CC 31) เป็น adsorbent เพื่อแยกโลหะออก ในการผสม slurry เพื่อเตรียม plate นั้น การผสม slurry ให้เข้ากันดี และใช้เวลาผสมน้อย ๆ จะช่วยให้ของผสมนั้นเหลวพอเหมาะ และเกาะ plate ก็ plate ที่ใช้ทดลองไม่ควรเกาะเก็บ จากการทดลองพบว่า plate ที่เตรียมขึ้นใหม่ ๆ\* ในผลในการทดลองแยก โลหะออก (cation) ได้ดีกว่า plate เก่า

### การแยกโลหะออกและออกเป็น group ต่าง ๆ

การแยกโลหะออกออกเป็น 4 groups ตามวิธี classical hydrogen sulphide ที่ปรับปรุงใหม่ ก็เพื่อให้เหมาะสมที่จะนำไปใช้แยกโลหะออกในแต่ละ group ด้วย TLC ต่อไป

---

\*Plate ใหม่ หมายถึง plate ที่เตรียมไว้ในเวลาไม่เกิน 1 - 3 สัปดาห์ ส่วน plate เก่า ก็คือ plate ที่เตรียมไว้นานเกิน 3 สัปดาห์ขึ้นไป

## การแยกโลหะอัลคาไลในแต่ละ group ด้วย TLC

### โลหะอัลคาไล group 1

การใช้ capillary pipet ทำ spot บน plate ก็เพื่อให้ spot มีขนาดเล็ก ซึ่งจะ  
 หมดในการแยกและวิเคราะห์ได้ดีกว่า spot ใหญ่ ๆ สำหรับ Tank ที่ต้องเตรียม solvent mixture  
 ไว้นั้น develop ก็เพื่อให้ solvent mixture นั้น settle และทำให้ Tank นั้น อิ่มตัวด้วยไอของ  
 solvent ซึ่งจะช่วยให้การ develop แต่ละครั้งใช้เวลาเท่ากัน (ในระยะเวลาที่เท่ากัน) หลังจาก  
 develop เสร็จแล้ว spray ด้วยสารละลาย sodium sulphide เพียงบาง ๆ ถ้า spray มากไป  
 จะทำให้ adsorbent หลุดออกจาก plate ได้ โลหะอัลคาไลใน group นี้ จะเกิดตะกอนที่มีสีกับ  
 sulphide ทำให้เห็นลำดับการเคลื่อนที่ของโลหะอัลคาไลกลุ่ม 1 (หน้า 26) อัตราเร็วในการเคลื่อนที่  
 ของโลหะอัลคาไล ขึ้นอยู่กับ ขนาด และ polarity ของโลหะอัลคาไล (10) ถ้าขนาดของ ion เล็ก  
 และมี polarity สูง ก็จะเคลื่อนที่ได้เร็ว จากการทดลองแยกโลหะอัลคาไล พบว่าค่า  $R_F$  ที่หาได้  
 ในแต่ละครั้งจะไม่เท่ากัน (ดูตาราง 11 และ 12 ในภาคผนวก ก. หน้า 42) ซึ่งค่านี้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ,  
 pH, solvent system, เวลาที่ใช้ในขณะ develop และความชื้น ทั้งนี้ในการแยก และวิเคราะห์  
 โลหะอัลคาไลผสม จึงอาศัยค่าที่ได้นี้ และลำดับการเคลื่อนที่ของโลหะอัลคาไลซึ่งจะคงที่

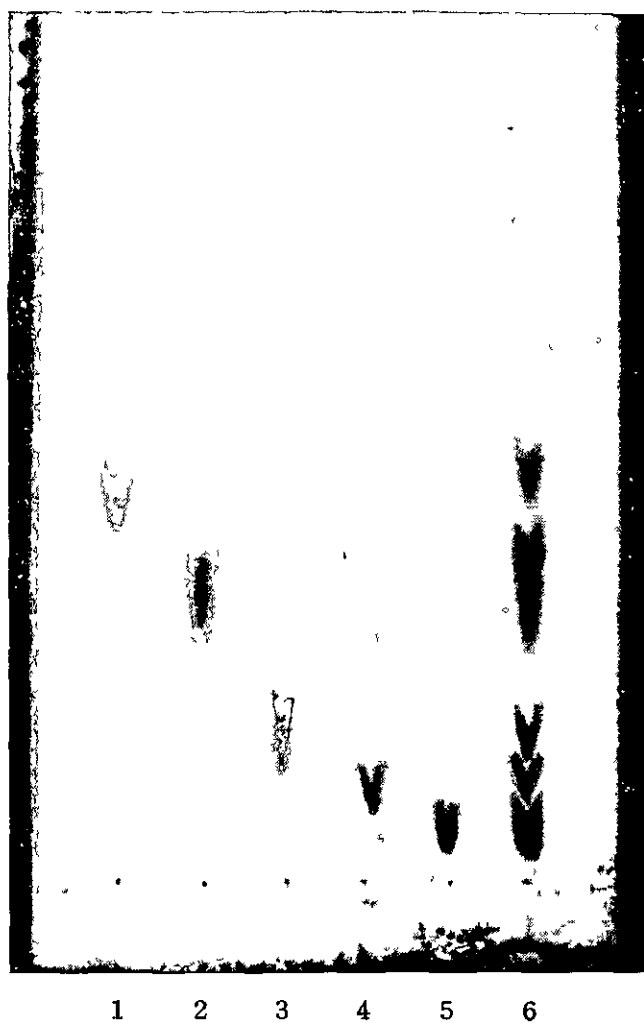
การทดลองนี้เมื่อเปรียบเทียบกับของ Seiler (15) แล้วพบว่า solvent system ที่ใช้นั้น  
 ง่ายและราคาถูกกว่า คือ ของ Seiler เป็นส่วนผสมของ acetylacetone ซึ่งมีราคาแพง แต่ในการ  
 ทดลองนี้ใช้ เวลาที่ใช้ในการ develop ก็น้อยกว่า Seiler ใช้เวลาประมาณ 2 ชั่วโมง ในการ  
 ทดลองที่ใช้เวลาเพียง 30 นาที detecting reagent ก็ง่ายกว่าของ Seiler (ดูรายละเอียด  
 หน้า 11)

(ข้อสังเกต : ไอของ n-butanol เป็นพิษ ไม่ควรสูดดมเข้าไป ส่วน sodium sulphide  
 ถ้าทำปฏิกิริยากับ acid จะให้ gas ที่มีพิษออกมาคือ hydrogen sulphide จึงควรทำการทดลอง  
 ในตู้กัน)

ตาราง 7 แสดงค่า  $R_f$  ของไอโตะอน (หรือ cation)\*

| Group | Cation    | Color          | $R_f \times 1000$ |
|-------|-----------|----------------|-------------------|
| 1     | $Hg^{+2}$ | สีน้ำตาลดำ     | 637               |
|       | $Bi^{3+}$ | สีน้ำตาล       | 500               |
|       | $Cu^{2+}$ | สีน้ำตาล เขียว | 243               |
|       | $Cd^{2+}$ | สีเหลือง       | 210               |
|       | $Pb^{2+}$ | สีน้ำตาล เข้ม  | 112               |

\* ค่า  $R_f$  นี้ได้จากการเฉลี่ยสิบครั้ง

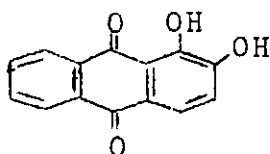


รูป 1 Chromatoplate แสดงการแยก cations group 1

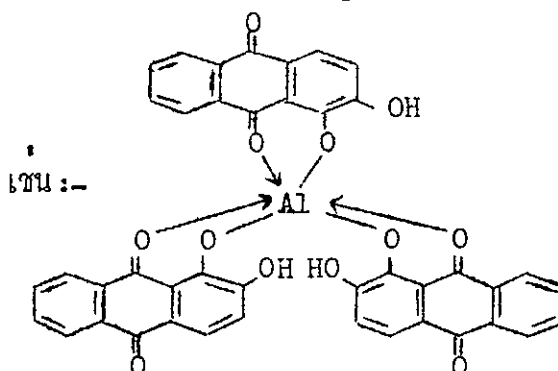
- |                                   |                                |
|-----------------------------------|--------------------------------|
| 1. $\text{Hg}^{2+}$ น้ำตาลดำ      | 4. $\text{Cd}^{2+}$ เหลือง     |
| 2. $\text{Bi}^{3+}$ น้ำตาล        | 5. $\text{Pb}^{2+}$ น้ำตาลเข้ม |
| 3. $\text{Cu}^{2+}$ น้ำตาลอมเขียว | 6. Mixture                     |

## โลหะออลอน group 2

หลังจาก spray กวดยสารละลายในตัวของ alizarin ซึ่งมีสีเหลือง แล้วนำไปอังไอน้ำ ammonia (คือ Chromatogram ไว้เหนือไอ ammonia) ภายใต้อิทธิพลของแก๊สออลอน ๆ เช่น สารละลาย ammonia alizarin จะเปลี่ยนเป็นสีม่วง และ form inner complex กับโลหะออลอนบางชนิด ให้ตะกอนที่ออกมา (19, 6) ดังนี้ :-



Alizarin



Inner complex aluminum alizarinate

จากการทดลอง เมื่อนำ chromatogram ที่ spray กวดย alizarin ไปอังไอน้ำ ammonia จะให้สีของโลหะออลอนชั้นที่ 6 spot บนพื้นสีม่วง ดังรูป 2 (หน้า 29) ส่วน  $\text{Cr}^{3+}$  จะมองไม่เห็นสีที่เกิดขึ้น (ถ้ามี  $\text{Cr}^{3+}$  จำนวนมากพอจะเห็นสีได้ทันที แต่ถ้ามีจำนวนน้อยต้องนำไปอบ(6) )

หลังจากอบ พื้นสีม่วงที่เกิดจาก ammonium alizarinate จะหายไป โดยแยกตัวออกเป็น ammonia

กับ yellow alizarin และสีม่วงอ่อนของ  $\text{Cr}^{3+}$  จะเห็นได้ชัดเจนบนพื้นสีเหลือง ดูจากรูป 2

(หน้า 29) จะเห็นว่า spot ของ  $\text{Co}^{2+}$  และ  $\text{Al}^{3+}$  จะ overlap กันเล็กน้อย จากการทดลอง

พบว่า ถ้าลดปริมาณของ glacial acetic acid ลงเล็กน้อยแล้ว spot ของ  $\text{Al}^{3+}$  จะขึ้นสูง

ในทางตรงข้ามถ้าเพิ่มปริมาณ glacial acetic acid ขึ้นเล็กน้อย spot ของ  $\text{Al}^{3+}$  จะลดต่ำลง

ซึ่งเป็นวิธีที่ทำให้  $\text{Co}^{2+}$  และ  $\text{Al}^{3+}$  แยกออกจากกันอย่างเด็ดขาด เมื่อใช้อัตราส่วนของ solvent

mixture เป็น glacial acetic acid : hydrochloric acid (d = 1.175) : pyridine =

42:5:5 v/v จะพบ spot ของ  $\text{Al}^{3+}$  อยู่กลางสุดซ้อนทับกับ  $\text{Cr}^{3+}$  ทำให้วิเคราะห์ได้เพียง 6 ชนิด

แต่ชัดเจนมาก มีลำดับการเคลื่อนที่ของโลหะออลอนดังนี้  $\text{Fe}^{3+} > \text{Zn}^{2+} > \text{Co}^{2+} > \text{Mn}^{2+} > \text{Ni}^{2+}$

$> \text{Al}^{3+} > \text{Cr}^{3+}$  จากการทดลองแยกโลหะออลอน group 2 นี้ พบว่า ทำได้ง่าย สะดวก

กว่าของ Seiler เพราะว่าการ detect ไม่ต้องใช้ U.V. light และ spot ที่ได้ก็แยกออก

จากกันชัดเจนมากกว่า ส่วนของ Seiler นั้น spray กวดย 8-hydroxy quinoline นำไปอังไอน้ำ

ammonia แล้ว detect spot ด้วย U.V. light และ spot ก็ยัง overlap กันอยู่หลาย spot (ดูรายละเอียดหน้า 11) แต่เวลาที่ใช้ในการ develop นั้น มากกว่าของ Seiler (ข้อสังเกต : pyridine มีกลิ่นเหม็น และเป็นอันตรายต่อผิวหนัง การทดลองนี้ควรทำในตู้ควัน)

ตาราง 8 แสดงค่า  $R_f$  ของโลหะไอออน (หรือ cation)\*

| Group | Cation    | Color         | $R_f \times 1000$ |
|-------|-----------|---------------|-------------------|
| 2     | $Fe^{3+}$ | สีม่วงดำ      | 958               |
|       | $Zn^{2+}$ | สีม่วง        | 849               |
|       | $Co^{2+}$ | สีน้ำเงิน     | 704               |
|       | $Al^{3+}$ | สีแกง         | 616               |
|       | $Mn^{2+}$ | สีม่วงน้ำเงิน | 491               |
|       | $Ni^{2+}$ | สีม่วงน้ำเงิน | 247               |
|       | $Cr^{3+}$ | สีม่วงอ่อน    | 110               |

\*ค่า  $R_f$  นี้ได้จากการเฉลี่ยสิบครั้ง

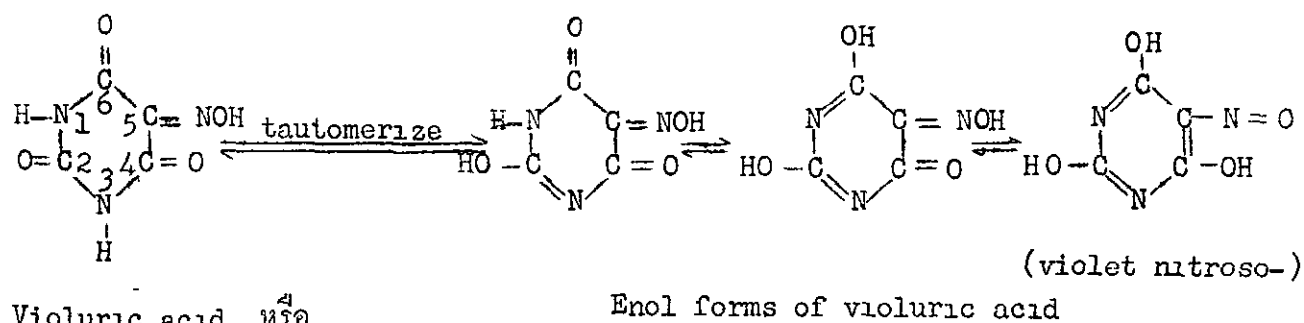


รูป 2 Chromatoplate แสดงการแยก cations group 2

- |                             |                                 |
|-----------------------------|---------------------------------|
| 1. $\text{Fe}^{3+}$ ม่วงดำ  | 5. $\text{Mn}^{2+}$ ม่วงน้ำเงิน |
| 2. $\text{Zn}^{2+}$ ม่วง    | 6. $\text{Ni}^{2+}$ ม่วงน้ำเงิน |
| 3. $\text{Co}^{2+}$ น้ำเงิน | 7. $\text{Cr}^{3+}$ ม่วงอ่อน    |
| 4. $\text{Al}^{3+}$ แดง     | 8. Mixture                      |

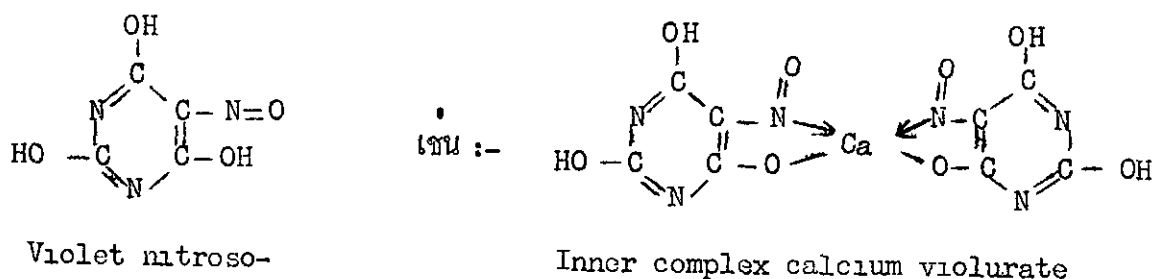
### โลหะไอออน groups 3

เมื่อ spray chromatogram ด้วยสารละลาย violuric acid แล้วนำไปอบ จะเห็นสีของ spot เกิดขึ้น ซึ่งเป็นสีของโลหะไอออน form เป็น salts กับ violuric acid ทั้งนี้ เพราะ violuric acid ในลักษณะของแข็งจะเป็นผลึกไม่มีสี เมื่อละลายน้ำจะ tautomerize จาก isonitroso- ไปเป็น violet nitroso- และเป็น characteristic colored salts (20) ดังนี้ :-



5 - isonitroso - barbituric acid

Violuric acid ในลักษณะ violet nitroso- เมื่อ form salts กับโลหะไอออนบางชนิด จะให้สารที่มีสี เนื่องจากโมเลกุลของมันอยู่ในลักษณะ crossed- หรือ branched-conjugated double bonds (13) มีสูตรทั่ว ๆ ไปดังนี้ :-



สีของ spot ที่เกิดขึ้น และลำดับในการเคลื่อนที่ของโลหะไอออน แสดงถึงรูป 3 (หน้า 32) สำหรับ glacial acetic acid ที่ spot ลงไปนั้นเพื่อกำจัดทางของ spot ให้สั้น ส่วน ethanol ที่ใช้ในการทดลอง จะต้องเข้มข้น 95% จริง ๆ การทดลองจึงจะได้ผลดี ในการทดลอง

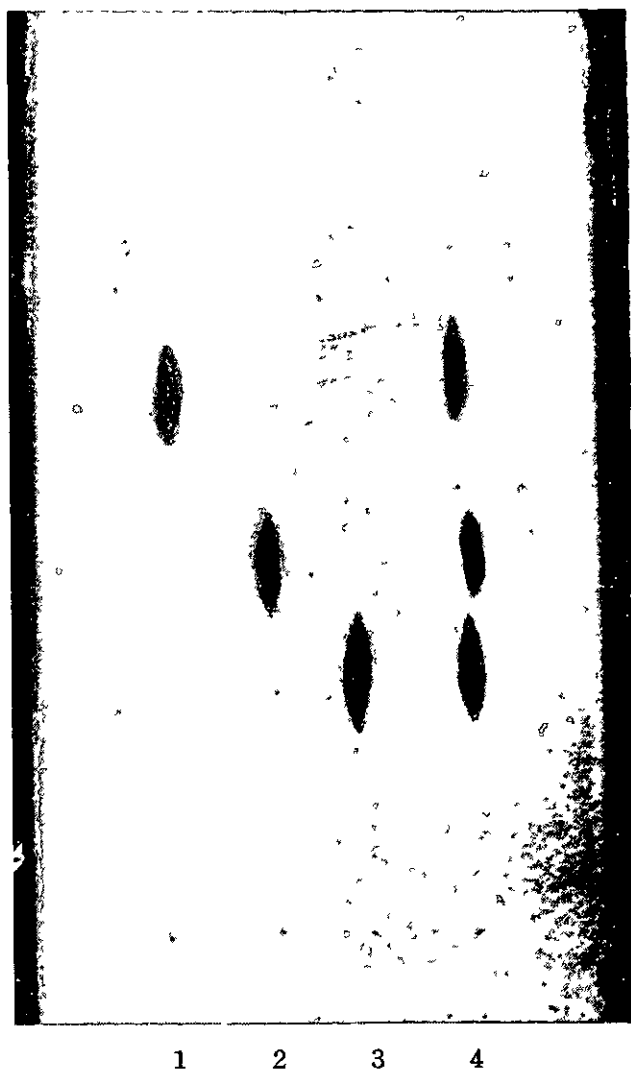
จึงนำ ethanol ขรรมคาที่บรรจุอยู่ในถัง (เข้มข้น 92%) มาทำให้เป็น ethanol 95% โดยเติม quicklime ลงไป น้ำที่อยู่ใน ethanol จะถูกดูดไปรวมตัวเป็น calcium hydroxide แล้วนำไปกลั่นเอา ethanol ออกจาก quicklime จะได้ absolute ethanol (18) จากนั้นนำไป dilute ให้เป็น ethanol 95%

Solvent system ที่ใช้แตกต่างจากของ Sellaer (15) ส่วน detecting reagent นั้น ใช้เหมือนกัน เวลาที่ใช้ในการ develop นั้น น้อยกว่าของ Sellaer (ดูรายละเอียดหน้า 12) spot ที่ได้จากการทดลองนี้ ก็แยกออกจากกันชัดเจนคือ ส่วนของ Sellaer ยังมี overlap เล็กน้อย

ตาราง 9 แสดงค่า  $R_F$  ของโลหะไอออน (หรือ cation)\*

| Group | Cation    | Color       | $R_F \times 1000$ |
|-------|-----------|-------------|-------------------|
| 3     | $Ca^{2+}$ | สีเหลืองส้ม | 598               |
|       | $Sr^{2+}$ | สีชมพู      | 366               |
|       | $Ba^{2+}$ | สีแดงม่วง   | 203               |

\* ค่า  $R_F$  นี้ ได้จากการเฉลี่ยสิบครั้ง



รูป 3 Chromatoplate แสดงการแยก cations group 3

|                               |                             |
|-------------------------------|-----------------------------|
| 1. $\text{Ca}^{2+}$ เหลืองส้ม | 3. $\text{Ba}^{2+}$ แดงม่วง |
| 2. $\text{Sr}^{2+}$ ชมพู      | 4. Mixture                  |

### โลหะอัลคาไล group 4

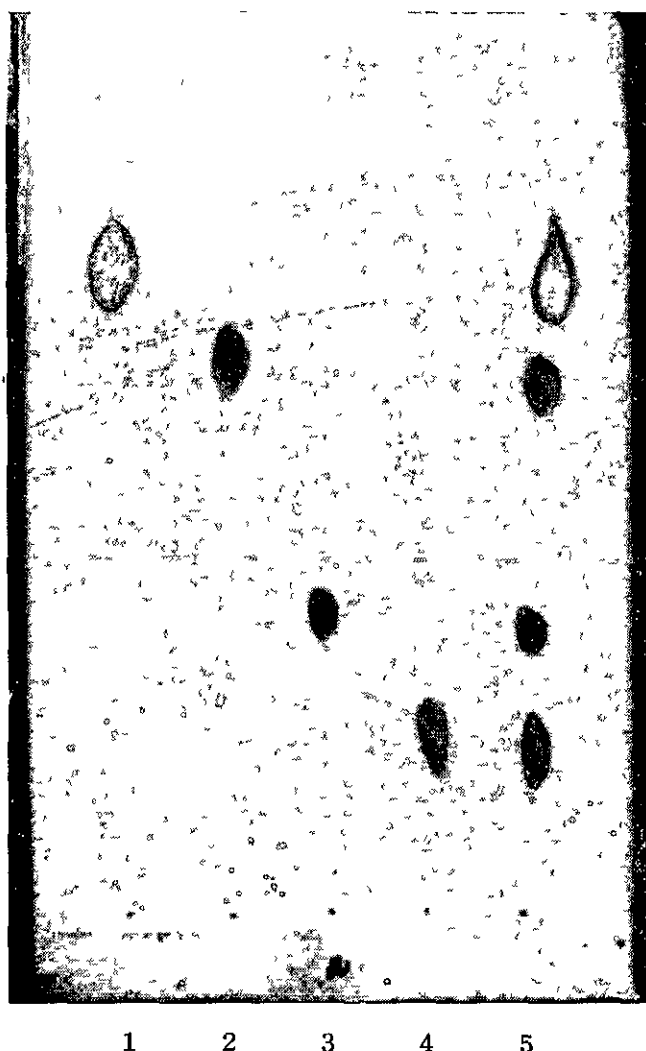
สีที่เกิดขึ้นและลำดับการเคลื่อนที่ของโลหะอัลคาไล แสดงดังรูป 4 (หน้า 34) สำหรับการเกิดสีของโลหะอัลคาไล กับ violuric acid ก็อธิบายในทำนองเดียวกับ group 3

ผลการทดลอง เมื่อเปรียบเทียบกับ Seiler จะได้ผลดีกว่าในแง่ solvent ที่ใช้ราคาถูกกว่า เพราะไม่ต้องใช้ absolute ethanol และเวลาที่ใช้ในการ develop ก็น้อยกว่ากัน Seiler ใช้เวลาประมาณ 50 นาที ส่วนในการทดลองนี้ ใช้เวลาประมาณ 20 นาที spot ที่แยกได้ก็ชัดเจน

ตาราง 10 แสดงค่า  $R_f$  ของโลหะอัลคาไล (หรือ cation)

| Group | Cation    | Color         | $R_f \times 1000$ |
|-------|-----------|---------------|-------------------|
| 4     | $Mg^{2+}$ | สีเหลืองส้ม   | 766               |
|       | $Li^+$    | สีแดงอ่อน     | 665               |
|       | $Na^+$    | สีแสดม่วง     | 386               |
|       | $K^+$     | สีน้ำเงินม่วง | 248               |

\* ค่า  $R_f$  นี้ได้จากการเฉลี่ยสิบครั้ง



รูป 4 Chromatoplate แสดงการแยก cations group 4

|                        |                      |
|------------------------|----------------------|
| 1. $Mg^{2+}$ เหลืองส้ม | 4. $K^+$ น้ำเงินม่วง |
| 2. $Li^+$ แดงอ่อน      | 5. Mixture           |
| 3. $Na^+$ แดงม่วง      |                      |

### เปรียบเทียบวิธีการแยกโลหะไอออนโดย TLC กับ Chemical Method

การวิเคราะห์โลหะไอออน โดย Chemical Method (4) นั้น แบ่งออกเป็นสองตอน ตอนแรกแยกโลหะไอออนผสม (หรือ cations mixture) ออกเป็น 5 groups ตามวิธี classical hydrogen sulphide (ใน group 2 ยังแยกเป็น Arsenic subgroup กับ Copper subgroup ส่วน group 3 แยกเป็น Nickel subgroup, Iron subgroup และ Aluminium subgroup) แล้วจึงแยกโลหะไอออนในแต่ละ group ออกจากกันโดยการตกตะกอนอีกครั้ง จากนั้นทดสอบด้วย specific reagent สำหรับโลหะไอออนแต่ละชนิด รวมใช้สารเคมีในการแยกโลหะไอออนผสม 19 ชนิด (หลังจากแยก group แล้ว การทดลองนี้ไม่มีโลหะไอออนใน Arsenic subgroup) ออกจากกันเป็นเงินประมาณ 701.00 บาท รายละเอียดการราคาสารเคมีที่ใช้ดูในภาคผนวก ข. (หน้า 47) ปริมาณของสารเคมีที่กล่าวไว้ในภาคผนวกนี้ พอใช้สำหรับชั้นเรียนที่มีผู้เรียนไม่เกิน 30 คน เฉลี่ยค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์โลหะไอออนผสมเป็นรายบุคคล ประมาณ 23.00 บาท

การวิเคราะห์โลหะไอออนผสมโดย TLC นั้นยังต้องแยกโลหะไอออนผสมออกเป็น 4 groups ตามวิธี classical hydrogen sulphide ที่ปรับปรุงใหม่ (การทดลองนี้ไม่มีโลหะไอออนใน Arsenic subgroup) แล้วจึงแยกโลหะไอออนในแต่ละ group ด้วย TLC ซึ่ง develop ด้วย solvent mixture 4 systems และ detect ด้วย reagent 3 ชนิด (รายละเอียดดูในบทที่ 3 ข้อ 2.2 หน้า 19) รวมใช้สารเคมีในการแยกโลหะไอออน (หลังจากแยกออกเป็น group แล้ว) ออกจากกันเป็นเงินประมาณ 531.00 บาท รายละเอียดการราคาสารเคมีที่ใช้ดูในภาคผนวก ข. (หน้า 46) ปริมาณของสารเคมีที่กล่าวไว้นั้นพอใช้สำหรับชั้นเรียนที่มีผู้เรียนไม่เกิน 30 คน เฉลี่ยค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์โลหะไอออนผสมเป็นรายบุคคล ประมาณ 18.00 บาท

เพื่อความสะดวกในการ develop ทำได้โดย เตรียม solvent system ทั้ง 4 ชนิด ขึ้นก่อน ดังนี้ :-

solvent system 1, n-butanol:glacial acetic acid:H<sub>2</sub>O=55:30:5 v/v

solvent system 2, glacial acetic acid : hydrochloric acid : pyridine  
= 80 : 10 : 10 v/v

solvent system 3, ethanol : n-propanol :  $H_2O$  : acetylacetone

$$= 37 : 38 : 4 : 1 \text{ v/v}$$

solvent system 4, acetone : ethanol : acetylacetone

$$= 45 : 33 : 2 \text{ v/v}$$

ปล่อยให้ solvent system เหล่านี้ settle แล้วนำแต่ละ system มาแบ่งใส่ Tank โดยให้แบ่ง 1 system ออกเป็น 3 Tanks จะได้ทั้งหมด 12 Tanks ใน Tank หนึ่ง ๆ จะมี solvent ประมาณ 30 ml. ซึ่งสามารถ develop plate ได้พร้อมกันครั้งละ 3 แผ่น ในการทดลองเพื่อไม่ให้ผู้เรียนต้องรอคอยการ develop จึงแบ่งผู้เรียนออกเป็น 4 groups (ผู้เรียนไม่เกิน 30 คน) ให้ group 1 develop ใน Tank ที่มี solvent system 1 และ group 2, 3, 4 develop ใน Tank ที่มี solvent system 2, 3, 4 ตามลำดับ จากนั้น สับเปลี่ยนกัน develop จนครบทุก system ก็จะแยกและวิเคราะห์โลหะไอออนได้ทุกชนิด

เปรียบเทียบจากการทดลองทั้งสองวิธีจะเห็นว่า ถ้าต้องแยกและวิเคราะห์โลหะไอออน (cation) ผสมแล้ว เทคนิคของ TLC จะช่วยประหยัดค่าใช้จ่าย และเวลาที่ใช้ทดลอง รวมทั้งใช้ได้สะดวกกว่า เพราะจากการ develop หนึ่งครั้ง เราจะแยกโลหะไอออนได้ หนึ่ง group solvent system กับ spray reagent ที่ใช้ ก็หาได้ง่าย ราคาไม่แพงนัก นอกจากนี้ยังใช้เป็นจำนวนน้อยอีกด้วย ส่วน Chemical Method นั้น จะแยกโลหะไอออนได้ หนึ่ง group ต้องตกตะกอนแยกโลหะไอออนออกมาทีละชนิด แล้วนำแต่ละชนิดไปทดสอบกับ specific reagent อีกครั้ง ทำให้เสียเวลามากทั้งในการทดลอง และการเตรียม reagent ต่าง ๆ แต่ถ้าแยกโลหะไอออนเพียงชนิดเดียวแล้ว Chemical Method จะแยกได้รวดเร็ว และประหยัดค่าใช้จ่ายกว่า อย่างไรก็ตาม TLC เทคนิค ก็ยังเป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์และแยกโลหะไอออนผสม โลกอนข้างสะดวก รวดเร็ว และให้ผลถูกต้อง ไม่มี interference ระหว่างโลหะไอออน ในแต่ละ group นอกจากนี้ยังสามารถวิเคราะห์หาสารที่มีอยู่จำนวนน้อย ๆ ได้เป็นอย่างดี ดังนั้น TLC เทคนิค จึงเหมาะที่จะนำมาใช้วิเคราะห์ และแยกโลหะไอออนผสมออกจากกัน

บทที่ 5

บทพบ สรุปผล และข้อเสนอแนะ

### การทดลองครั้งนี้มีจุดมุ่งหมายในการทบทวนดังนี้

1. เพื่อศึกษาหาวิธีการแยกและวิเคราะห์ไอออนโลหะ (Metal ions) โดยใช้เทคนิคที่เรียกว่า Thin-Layer Chromatography (TLC)
2. เพื่อศึกษาหาวิธีการง่าย ๆ ที่ใช้สะดวก อุปกรณ์หาง่าย ราคาถูก และใช้ทดลองได้ผลดี เพื่อเสนอแนะให้เป็นที่เทคนิคอันหนึ่ง ที่ใช้สอนวิชาคุณภาพวิเคราะห์ ในสาขาเคมีระดับอุดมศึกษา

### ขอบเขตของการศึกษาค้นคว้า

1. ทำการทบทวนหาวิธีการแยกและวิเคราะห์ไอออนโลหะ 19 ชนิด โดยใช้วิธี Precipitation และ TLC
  - 1.1 การแยกไอออนโลหะออกเป็น group ต่าง ๆ ใช้วิธี Precipitation
  - 1.2 การวิเคราะห์ไอออนโลหะในแต่ละ group ใช้วิธี TLC
2. การวิเคราะห์ครั้งนี้ทำการวิเคราะห์ในคุณภาพวิเคราะห์ (Qualitative Analysis)

### สรุปผลที่ได้จากการศึกษาค้นคว้าครั้งนี้

1. การแยกและวิเคราะห์ ไอออนโลหะผสม จากการทดลองนี้ยังต้องแยกไอออนโลหะผสมออกเป็น group ต่าง ๆ ก่อนโดยวิธีตกตะกอน
2. การแยกไอออนโลหะในแต่ละ group ด้วย TLC นั้น ได้ผลดี spot แยกออกจากกันชัดเจน สีที่เกิดขึ้นก็แตกต่างกัน (ดูรูปหน้า 26, 29, 32, 34)
3. การแยกโดย TLC นี้ นับว่าสะดวกในการทดลอง อุปกรณ์ใช้ก็หาง่าย แต่เวลาที่ใช้ในการทดลอง ยังมากอยู่ ส่วนราคาสารที่ใช้ก็ไม่ค่อยแพงนัก เพราะใช้เป็นจำนวนน้อย

### ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการแยก cations ชนิดอื่น ๆ อีก เช่น  $Ag^+$ ,  $As^{5+}$ ,  $Sn^{4+}$ ,  $Sb^{5+}$  เป็นต้น
2. ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการแยก anions ชนิดต่าง ๆ ที่ใช้สอนในเรื่องคุณภาพวิเคราะห์
3. ศึกษาถึงวิธีการของ Micro Thin-Layer Chromatography เพื่อนำมาใช้แยก common cations
4. ศึกษาถึง Solvent Extraction เพื่อนำมาใช้แยกโลหะไอออน ออกเป็นต่าง ๆ
5. ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับ detecting reagent ชนิดอื่น ๆ เช่น :-  
 $\alpha$ -nitroso -  $\beta$ -naphthol เป็นต้น เพื่อนำมาใช้ detect โลหะไอออนใน group 3-4 แทน violuric acid เนื่องจาก violuric acid ที่ใช้ในการทดลองครั้งนี้ มีราคาแพง และหาได้ยาก
6. เพื่อเป็นการประหยัดค่าใช้จ่าย plate ขนาด 4 x 20 ซม. แทน 10 x 20 ซม. โดย spot โลหะไอออนผสม (known mixture ที่เตรียมไว้เป็น standard samples) ลงบน plate 1 ครั้ง แล้ว spot สาร unknown mixture ลงบน plate นั้น 1 ครั้ง เวียงก็ไปก็สามารถแยกและวิเคราะห์สาร unknown mixture ได้

บรรณานุกรม

## บรรณานุกรม

1. นึกา สะเพียรชัย "การเคลื่อนไหวเกี่ยวกับการปรับปรุงการสอนวิชาเคมี" วิสามัญศึกษา  
3 : 58 - 62 กรกฎาคม 2509.
2. ระวี ภาวิไล "แนวคิดเรื่องวิชาการในมหาวิทยาลัย" วารสารสภาการศึกษา  
4 (11) : 17 - 33 มิถุนายน 2513.
3. สุทธิ ภูมิสมิต การทดลองใช้สารในธรรมชาติสำหรับ Chromatographic Technique  
เพื่อการสอนเคมี ปริญญาโท กศ.ม. วิทยาลัยวิชาการศึกษา ประสานมิตร 2513,  
หน้า 26.
4. Brumblay, Ray U., Qualitative Analysis, Barnes & Noble, Inc., New York,  
1964, pp.51 - 119.
5. Carlton, S.R., Anal. Chem., 22, 1072 (1950).
6. Feigl, Fritz, Spot Tests in Inorganic Analysis, Translated by Ralph  
L. Oesper, Elsevier Publishing Company, Amsterdam, 1958,  
pp. 185 - 186.
7. Goller, E.J., "Cations Analysis with Thin-layer Chromatography",  
J. Chem. Educ., 42 (8), 442 - 443 (1965).
8. Hashmi, M.H. and others, "Application of Circular Thin-layer  
Chromatography to Inorganic Qualitative Analysis", Talanta, 12,  
713 - 719 (1965).
9. Hashmi, M.H. and others, "Identification of Forty Cations and Nineteen  
Anions by Circular Thin-layer Chromatography, Anal. Chem., 38,  
1554 - 1558 (1966).
10. Lederer, Edgar and Lederer, Michel, Chromatography, Elsevier Publishing  
Company, New York, 1957, p.478.

11. Meinhard, J.E. and Hall, N.F., "Surface Chromatography", Anal. Chem., 21 (1), 185 - 188 (1949).
12. Ibid., 22, 344 (1950).
13. Richter, G.H., Text book of Organic Chemistry, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1952, p.720.
14. S. Lincoln, S.H.C.J. and others, "A Thin-layer Chromatography Experiment for General Chemistry", J. Chem. Educ., 47 (5), 401 - 402 (1970).
15. Sella, H. and others, Thin-layer Chromatography A Laboratory Handbook, Academic Press Inc., Publishers, New York, 1965, pp.476 - 480.
16. Ibid., 1965, pp.472 - 474.
17. Ibid., 1965, pp.2 - 3.
18. Vogel, Arthur I., A Text - Book of Practical Organic Chemistry, Longmans, London, 1959, pp.166 - 169.
19. Webster's Third New International Dictionary, G. & C. Merriam Company, Springfield, Massachusetts, 1965, p.53.
20. Ibid., 1965, p.2554.
21. West, P.W. and Mukherji, A.K., "Separation and Micro - Identification of Metallic Ions by Solvent Extraction and Ring Oven Techniques", Anal. Chem., 31 (5), 947 - 950 (1959).
22. Zetlmeisl, M.J. and Harworth, D.T., "The Thin-layer Chromatographic separation of some inorganic cations", J. Chromatog. 30, 637 - 639 (1967).

ភាគធរណី ក.

ตาราง 11 แสดงค่า  $R_f$  ของ Metal Ions

| Cation           | $R_f \times 1000$ |     |     |     |     |     |     |     |     |     | เฉลี่ย |
|------------------|-------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|--------|
|                  | 1                 | 2   | 3   | 4   | 5   | 6   | 7   | 8   | 9   | 10  |        |
| Group 1          |                   |     |     |     |     |     |     |     |     |     |        |
| Hg <sup>2+</sup> | 680               | 640 | 740 | 630 | 610 | 670 | 610 | 560 | 580 | 650 | 637    |
| Bi <sup>3+</sup> | 490               | 450 | 590 | 490 | 510 | 540 | 510 | 440 | 470 | 510 | 500    |
| Cu <sup>2+</sup> | 200               | 210 | 300 | 190 | 250 | 240 | 260 | 230 | 240 | 310 | 243    |
| Cd <sup>2+</sup> | 170               | 180 | 230 | 170 | 220 | 210 | 220 | 210 | 220 | 270 | 210    |
| Pb <sup>2+</sup> | 90                | 120 | 140 | 90  | 140 | 100 | 140 | 120 | 110 | 160 | 112    |
| Group 2          |                   |     |     |     |     |     |     |     |     |     |        |
| Fe <sup>3+</sup> | 972               | 932 | 925 | 947 | 971 | 985 | 962 | 954 | 985 | 945 | 958    |
| Zn <sup>2+</sup> | 862               | 842 | 862 | 867 | 848 | 869 | 827 | 863 | 845 | 813 | 849    |
| Co <sup>2+</sup> | 738               | 664 | 658 | 673 | 724 | 745 | 731 | 687 | 704 | 713 | 704    |
| Al <sup>3+</sup> | 628               | 575 | 596 | 600 | 619 | 642 | 615 | 641 | 627 | 613 | 616    |
| Mn <sup>2+</sup> | 503               | 466 | 486 | 493 | 495 | 504 | 490 | 496 | 486 | 493 | 491    |
| Ni <sup>2+</sup> | 283               | 288 | 282 | 287 | 295 | 292 | 279 | 204 | 256 | 290 | 247    |
| Cr <sup>3+</sup> | 110               | 116 | 123 | 107 | 114 | 102 | 96  | 137 | 86  | 110 | 110    |

ตาราง 12 แสดงค่า  $R_F$  ของ Metal Ions

| Cation           | $R_F \times 1000$ |     |     |     |     |     |     |     |     |     | เฉลี่ย |
|------------------|-------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|--------|
|                  | 1                 | 2   | 3   | 4   | 5   | 6   | 7   | 8   | 9   | 10  |        |
| Group 3          |                   |     |     |     |     |     |     |     |     |     |        |
| $\text{Ca}^{2+}$ | 633               | 613 | 593 | 626 | 566 | 560 | 560 | 626 | 620 | 586 | 598    |
| $\text{Sr}^{2+}$ | 346               | 346 | 373 | 353 | 360 | 360 | 353 | 386 | 373 | 400 | 366    |
| $\text{Ba}^{2+}$ | 193               | 173 | 213 | 206 | 213 | 180 | 186 | 220 | 226 | 220 | 203    |
| Group 4          |                   |     |     |     |     |     |     |     |     |     |        |
| $\text{Mg}^{2+}$ | 726               | 746 | 773 | 780 | 753 | 773 | 780 | 760 | 793 | 780 | 766    |
| $\text{Li}^+$    | 620               | 640 | 680 | 633 | 653 | 680 | 700 | 660 | 680 | 706 | 665    |
| $\text{Na}^+$    | 360               | 373 | 400 | 346 | 360 | 426 | 413 | 406 | 386 | 393 | 386    |
| $\text{K}^+$     | 233               | 220 | 266 | 220 | 226 | 253 | 266 | 266 | 260 | 273 | 248    |

အာဂဏ္ဏ ၁.

รายชื่อ และราคาสารเคมี ที่ใช้ในการทดลองควบ TLC

|                               |         |             |            |
|-------------------------------|---------|-------------|------------|
| 1. cellulose 500 g.           | 425 บาท | ใช้ 500 g.  | 425.00 บาท |
| 2. sodium sulphide 1000 g.    | 160 บาท | ใช้ 2 g.    | 0.32 "     |
| 3. alizarin 25 g.             | 124 บาท | ใช้ 0.5 g.  | 2.50 "     |
| 4. violuric acid 10 g.        | 240 บาท | ใช้ 1.5 g.  | 36.00 "    |
| 5. n-butanol กรึ่งลิตร 70 บาท |         | ใช้ 55 ml.  | 7.70 "     |
| 6. glacial acetic acid 1 ลิตร | 20 บาท  | ใช้ 120 ml. | 2.40 "     |
| 7. hydrochloric acid 1 ลิตร   | 70 บาท  | ใช้ 20 ml.  | 1.40 "     |
| 8. pyridine 1 ลิตร            | 360 บาท | ใช้ 10 ml.  | 3.60 "     |
| 9. n-propanol 2 ลิตร          | 320 บาท | ใช้ 38 ml.  | 6.08 "     |
| 10. acetyl acetone 200 ml.    | 300 บาท | ใช้ 3 ml.   | 4.50 "     |
| 11. acetone 1 ลิตร            | 92 บาท  | ใช้ 45 ml.  | 41.40 "    |
| 12. ethanol 1 ถัง (19 ลิตร)   | 350 บาท | ใช้ 300 ml. | 5.50 "     |
| รวมเป็นเงินประมาณ             |         |             | 531.00 บาท |

หมายเหตุ ข้อมูลนี้ไ้จากการทดลองของผู้เขียนเอง ซึ่งทำการทดลองซ้ำหลาย ๆ ครั้งจน  
 แน่ใจว่า จำนวนสารเคมีที่รายงานไว้นี้ พอใช้สำหรับชั้นเรียนที่มีผู้เรียนไม่เกิน  
 30 คน

รายชื่อและราคาสารเคมีที่ใช้ในการทดลองด้วย Chemical Method

|                                              |      |           |
|----------------------------------------------|------|-----------|
| 1. potassium chromate 97 g.                  | ราคา | 18.43 บาท |
| 2. conc. sulfuric acid 165 ml.               | "    | 11.05 "   |
| 3. conc. nitric acid 375 ml.                 | "    | 30.00 "   |
| 4. stannous chloride 100 g.                  | "    | 40.00 "   |
| 5. ammonium acetate 250                      | "    | 60.00 "   |
| 6. conc. ammonia solution 1000 ml.           | "    | 65.00 "   |
| 7. sodium stannite 20 g.                     | "    | 5.40 "    |
| 8. glacial acetic acid 500 ml.               | "    | 60.00 "   |
| 9. potassium ferro cyanide 100 g.            | "    | 17.00 "   |
| 10. potassium sodium tartrate 100 g.         | "    | 15.00 "   |
| 11. sodium hydroxide 1000 ml.                | "    | 18.00 "   |
| 12. ammonium chloride 1000 ml.               | "    | 96.30 "   |
| 13. hydrogen peroxide 10 ml.                 | "    | 1.65 "    |
| 14. $\alpha$ -nitroso $\beta$ -naphthol 2 g. | "    | 1.98 "    |
| 15. dimethyl glyoxime 1 g.                   | "    | 2.80 "    |
| 16. ethanol 110 ml.                          | "    | 2.02 "    |
| 17. potassium thiocyanate 105 g.             | "    | 28.35 "   |
| 18. conc. phosphoric acid 100 ml.            | "    | 8.50 "    |
| 19. ammonium acetate 250 g.                  | "    | 60.00 "   |
| 20. aluminon 1 g.                            | "    | 6.00 "    |
| 21. barium acetate 5 g.                      | "    | 1.40 "    |
| 22. ether 50 ml.                             | "    | 6.00 "    |
| 23. ammonium carbonate 250 g.                | "    | 37.50 "   |

|                                   |      |        |     |
|-----------------------------------|------|--------|-----|
| 24. ammonium sulfate 132 g.       | ราคา | 15.84  | บาท |
| 25. ammonium oxalate 40 g.        | "    | 8.80   | "   |
| 26. sodium biphosphate 107 g.     | "    | 27.80  | "   |
| 27. sodium cobaltinitrite 17 g.   | "    | 48.96  | "   |
| 28. uranyl magnesium acetate 1 g. | "    | 7.40   | "   |
| รวมเป็นเงินประมาณ                 |      | 701.00 | บาท |

หมายเหตุ ข้อมูลนี้ได้นำมาจากการเตรียมสารเพื่อใช้สอนในห้องปฏิบัติการวิชา Chem. 413  
Inorganic Chemistry III วิทยาลัยวิชาการศึกษา ประสานมิตร  
ภาคเรียนที่ 3 ปีการศึกษา 2514