

หัวข้อวิทยานิพนธ์      การศึกษาสมบัติทางเคมี และ สเปกตรัมของสารประกอบแลน-  
ทาไนด์ โดยวิธีสเปกโตรฟลูออริเมตรี

วิทยานิพนธ์      วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต (สาขาเคมี) มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ 2524

ชื่อผู้ทำ      บัณฑิต      สี่ละศาสตร์

บทคัดย่อ

การวิจัยนี้เป็นการศึกษา ฟลูออเรสเซนส์สเปกตรัม และ อุลตราไวโอเล็ต-  
สเปกตรัม ของสารประกอบเชิงซ้อน ยูโรเปียม(III) ที่ไนอีลไทรฟลูออโรอะซิโตน  
 $\text{Eu}(\text{TTA})_3^{3+}$  ในตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์(DMF) และ กลีเซอรีน  
(III) ซัลเฟต  $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  ในกรดซัลฟูริก เข้มข้น 0.4 โมลาร์

ผลการศึกษา ฟลูออเรสเซนส์สเปกตรัม ของสารประกอบเชิงซ้อน  
 $\text{Eu}(\text{TTA})_3^{3+}$  ใช้ความยาวคลื่นในการกระตุ้นสารที่ 390 nm และแสงเรืองที่คายออกมา  
ที่มีความยาวคลื่น 615 nm และได้ช่วงความเข้มข้น ที่เป็นเส้นตรง สำหรับ cali-  
bration curve ของสารเชิงซ้อน อยู่ระหว่าง  $2.67 \times 10^{-4}$  ถึง  $3.17 \times 10^{-7}$   
โมลาร์ ณ อุณหภูมิห้อง ( $27.0^\circ\text{C}$ ) การเตรียมสารเชิงซ้อนนี้ ต้องควบคุม pH  
สารละลายที่ 7.0 - 7.5 อุณหภูมิที่เหมาะสมควรอยู่ระหว่าง  $25.0-28.0^\circ\text{C}$   
ถ้าอุณหภูมิสูงกว่า  $28.0^\circ\text{C}$  ความเข้มของแสงที่คายออกมาจะลดลง และความดันของ  
เส้นกราฟจะลดลงด้วย ผลของ quencher  $\text{F}^-$  จะทำให้การเรืองแสงของสารเชิง-  
ซ้อนลดลง ถ้าอัตราส่วนของสารเชิงซ้อนต่อ  $\text{F}^-$  มีจำนวนโมลเป็น 1 : 3 การดูดกลืน  
แสงในช่วง UV ของ  $\text{Eu}(\text{TTA})_3^{3+}$  ที่ความยาวคลื่น 270, 290, 340 nm ให้ peak  
ที่มีความเข้มต่ำ ซึ่งมีลักษณะไม่เหมือน excitation spectrum ได้หาค่า percent  
recovery ของการวิเคราะห์  $\text{Eu}(\text{TTA})_3^{3+}$  โดยวิธี standard addition ที่อุณหภูมิ  
ห้อง ( $27.0^\circ\text{C}$ ) มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 99.86 % แสดงถึงความสามารถของ  $\text{Eu}^{3+}$  ใน  
การเกิดสารเชิงซ้อนกับ TTA มี accuracy เท่ากับ  $\pm 0.14 \%$

ผลการศึกษาฟลูออเรสเซนส์เปกตรัมของสารละลาย  $Ce^{3+}$  อิสระในตัว  
ทำละลาย 0.4 โมลาร์  $H_2SO_4$  โดยไม่ต้องรวมกับ ligand ใดๆ เนื่องจากอิออน  
อิสระของ  $Ce^{3+}$  มีค่า R ในการเรืองแสงสูงมาก ได้ความยาวคลื่นที่ใช้กระตุ้น  $Ce^{3+}$   
ที่มีความยาวคลื่น 255 nm และความยาวคลื่นที่คายแสงเรืองที่ 350 nm ช่วงความเข้ม  
ขั้นที่เป็นเส้นตรงใน calibration curve ณ อุณหภูมิห้อง ( $30.0^{\circ}C$ ) อยู่ระหว่าง  
 $5.0 \times 10^{-8}$  ถึง  $5.0 \times 10^{-4}$  โมลาร์ ในการศึกษา  $Ce^{3+}$  pH จะต้องน้อยกว่า 3.5  
เมื่อเปลี่ยนอุณหภูมิให้สูงขึ้นเป็น  $50.0^{\circ}C$  ค่า R ของการเรืองแสงไม่เปลี่ยนแปลง ผล  
จากการเติม  $F^-$  เป็น quencher ค่า R ก็ไม่เปลี่ยนแปลงให้เห็นชัดเจน การดูดกลืน  
แสงในช่วง UV ของ  $Ce^{3+}$  จะดูดกลืนแสงมากที่สุด ที่ความยาวคลื่น 255 nm ซึ่งมี  
ลักษณะสเปกตรัมเหมือนกับ excitation spectrum ในช่วงความยาวคลื่น 230-270  
nm สำหรับค่า percent recovery ของสารละลาย  $Ce^{3+}$  ทุกๆ สารละลายมีค่ามาก  
กว่า 100% ที่อุณหภูมิห้อง ( $30.0^{\circ}C$ )

TITLE CHEMICAL AND SPECTRAL STUDIES OF LANTHANIDE  
COMPOUNDS BY SPECTROFLUORIMETRY

THESIS MASTER OF SCIENCE (CHEMISTRY) CHIANGMAI  
UNIVERSITY 1981

NAME BUNDIT LEELASART

Abstract

This research project is a study of the fluorescence spectra and ultraviolet spectra of europium(III)thencyltrifluoroacetone,  $\text{Eu}(\text{TTA})_3^{3+}$  in dimethylformamide as solvent and cerium (III) sulfate in 0.4 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

The fluorescence spectra of tris complex,  $\text{Eu}(\text{TTA})_3^{3+}$  show that the excitation wavelength and emission wavelength are at 390 nm and 615 nm respectively. The linearity of calibration curve was found to be in the concentration region of  $2.67 \times 10^{-4}$  to  $3.17 \times 10^{-7}$  M at room temperature ( $27.0^\circ\text{C}$ ). In the preparations of  $\text{Eu}(\text{TTA})_3^{3+}$ , it has been found that the pH must be controlled between 7.0 - 7.5. At higher temperature, the relative intensity of fluorescence and also the slope of calibration curve were found to be decreased with increasing temperature. It has been found that  $\text{F}^-$  is a quencher of  $\text{Eu}(\text{III})$  complex, because it can reduce the fluorescence intensity of the complex. The shapes of excitation spectrum and UV absorption spectrum are not the same for the complex. The percentage

recovery of the analysis of  $\text{Eu}(\text{TTA})_3^{3+}$  by using the standard addition method was found to be 99.86 % .

The fluorescence spectra of cerium(III) in 0.4 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  as solvent have been studied. No ligand is needed to form complexes with Ce(III) in aqueous solution because free  $\text{Ce}^{3+}$  ion shows high fluorescence intensity. Using the excitation wavelength at 255 nm for  $\text{Ce}^{3+}$ , the emission wavelength is at 350 nm . The linearity of calibration curve at room temperature ( $30.0^\circ\text{C}$ ) was found to be in the concentration region of  $5.0 \times 10^{-8}$  to  $5.0 \times 10^{-4}$  M . At pH less than 3.5, the acidified solution of  $\text{Ce}^{3+}$  shows high fluorescence intensity . It has been found that temperature and  $\text{F}^-$  quencher have little effect on Ce(III) fluorescence spectrum. The shapes of UV absorption spectra and excitation spectra are alike in the wavelength region of 230- 270 nm. The percentage recovery for the analysis of  $\text{Ce}^{3+}$  in aqueous solution was found to be over 100% .

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved