

发光材料在化工专业本科教学中的应用与实践

李树珍* 李金洁 赵东璞

河南工业大学 河南 郑州 450001

【摘要】：由于过度开发和利用化石能源，能源枯竭以及环境污染等问题日益严重，发展新的可持续能源转换体系已经迫在眉睫。新型化工材料在节约能源和环保化工的前进扮演着重要的角色，为了响应当下节能减排的环境下，探索效率更高的发光材料，我们研究出异质结发光材料作为一种新型的光电子材料，近年来其在显示、照明和光通信等领域逐渐进入了大众的视野中。因此探究更好更优的异质结发光材料已成为当前研究的关键。当前异质结发光材料面临的挑战，如界面缺陷、材料稳定性不足等问题。本文采用反式二苯乙烯(TSB)为主体，以四氟对苯二甲腈为配体制备有机共晶，通过显微镜观察其形貌，其表现出明显的异质结现象。

【关键词】：反式二苯乙烯；异质结；发光材料

DOI:10.12417/3083-5526.26.02.026

外延生长异质结发光材料属于新型半导体材料，在光电子学领域呈现出巨大应用潜力，其独特结构与性能，使其在发光二极管^[1]、激光二极管^[2]以及光探测器^[3]等器件方面有明显优势。借助外延生长技术，可精准把控材料的组成、结构以及形貌，达成对其发光性能的精准调控。异质结构的加入，丰富了材料的物理与化学性质，为研发高性能光电子器件开辟了新路径。随着材料科学和纳米制造技术的进步，有机核/壳微线的层次化集成将进一步推动光子学的发展。例如，通过硅-有机杂化技术(SOH)^[4]，可以将有机微线与硅基光子器件结合，实现高性能光子集成电路。此外，磁控组装^[5]等新型方法也为有机光子材料的制备提供了更多可能。研究外延生长异质结发光材料，既有关键理论意义，又存在广阔应用前景。

本实验制备出以反式二苯乙烯为主体的有机晶体材料，通过显微镜观察其具有明显异质结现象，通过一系列表征证明其独特性，并对其发光特性进行探索研究，使其能在实际生活中得以应用。

1 实验目的

- ①了解晶体生长的方法及原理，掌握溶剂挥发法的制备过程。
- ②了解显微镜放大原理，掌握显微镜使用方法。能够在显微镜下直观辨别异质结现象，识别不同颜色晶体的生长状态。
- ③了解荧光光谱测试的过程，学会分析荧光光谱图。
- ④培养学生的动手能力和科研想象能力，践行人才培养的要求。

2 实验原理

本实验以反式二苯乙烯(TSB)为主要原料，以四氟对苯二

甲腈(A)作为配体。两种材料均为苯环，存在一定的 $\pi-\pi$ 相互作用；此外，配体材料还存在卤素元素^[6]，有利于共晶的形成。两种药品均可溶于无水乙醇，所以采用无水乙醇溶解挥发的挥发法制备共晶，挥发法制备共晶的液相法操作简单，合成便捷，价格低廉，是制备共晶的常用手段之一^[7]。

3 实验部分

3.1 试剂及仪器

3.1.1 试剂

表1 实验试剂及规格

| 试剂名称 | 分子式 | 分子量 | 试剂级别 | 生产厂家 |
|---------|----------------------------------------------|--------|------|---------------|
| 反式二苯乙烯 | C ₁₄ H ₁₂ | 180.25 | 分析纯 | 北京伊诺凯科技有限公司 |
| 四氟对苯二甲腈 | C ₈ F ₄ N ₂ | 200.9 | 分析纯 | 北京百灵威科技有限公司 |
| 甲醇 | CH ₄ O | 32.04 | 分析纯 | 天津市富宇精细化工有限公司 |

3.1.2 仪器

表2 实验所用仪器信息

| 设备名称 | 型号 | 生产厂家 |
|----------|--------------------|--------------|
| 超声波清洗机 | YM-030S | 深圳市方昊微电子有限公司 |
| 傅里叶红外光谱仪 | Spectrum Two FT-IR | 美国珀金埃尔默仪器公司 |
| 荧光分光光度仪 | F-7000 | 重庆重光实业有限公司 |
| X-射线仪器 | Rigaku 2500VB2-P | 日本理学公司 |
| 体视显微镜 | ZSA0950 | 重庆重光实业有限公司 |
| 电热鼓风干燥箱 | FXB101-1 | 上海树立仪器仪表有限公司 |

通讯作者：李树珍(1990—)，女，博士研究生，副教授，主要从事光电功能材料的制备及研究。

基金项目：本科教育教学改革研究与实践项目(HGJY2512, HGJY2510)；河南工业大学青年优秀人才培养项目(21421356)；河南工业大学青年骨干教师(21421252, 21421330)；河南省面上科学基金项目(262300421671)；河南省科技厅重点研发与推广项目(242102231075)。

3.2 反应步骤

使用电子天平称取化学计量比为 1:1 的反式二苯乙烯 (18 mg) 和四氟对苯二甲腈 A (40 mg) 混合粉末放入 20 ml 石英瓶中,溶解于 10ml 甲醇溶剂中,超声处理 30min 使其混合均匀,在样品瓶上覆盖一层封口膜,扎适量的孔,放在 60℃ 电热鼓风干燥箱环境下,使其自然结晶。

3.3 后处理步骤

溶液挥发完全后,通过使用药勺从石英瓶中挑出晶体样貌完整的晶体;可以通过显微镜来观测晶体的异质结特征,使用挑选出的晶体进行粉末 XRD、傅里叶红外谱及荧光图谱分析。

4 结果与讨论

4.1 显微镜下形貌



图 1 TSB+A 晶体材料显微镜下异质结形貌

如图 1 所示,通过显微镜放大 50 倍可知,异质结是由浅蓝色晶体和紫色晶体左右连接在一起的,且长出的异质结质量较好,异质结大都长在样品瓶底下,结出的晶体厚度比较厚,品相好,

4.2 粉末 XRD 图

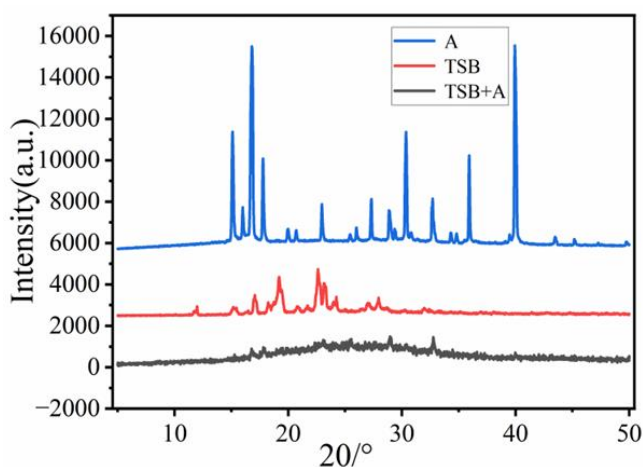


图 2 原料及共晶材料的 XRD 图

从图 2 中的 XRD 图像可知,对主体 A 和客体 B 的衍射峰进行观察,可以发现这些衍射峰的形态尤为尖锐,且其衍射强

度较显著,这一点充分表明主客体材料具有良好的结晶性和晶体结构的卓越性。共晶体 TSB+A 的衍射并非主体 A 与客体 B 简单的峰值叠加表明在共晶过程中形成了新的结构,即共晶体 TSB+A 具有除了 TSB、A 之外新的性质。

4.3 傅里叶红外谱图分析

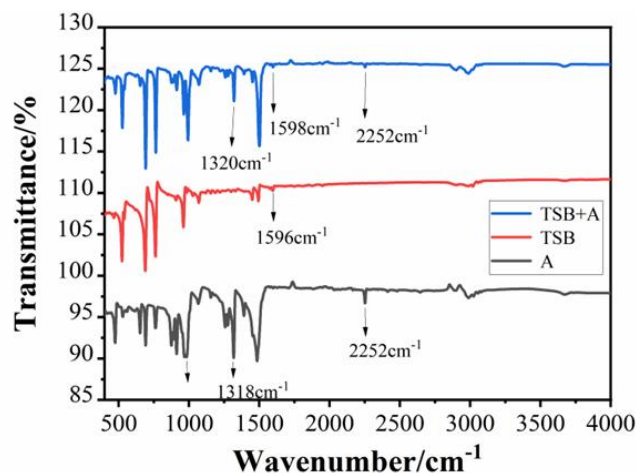


图 3 原料及共晶材料的傅里叶红外谱图

如图 3 所示的红外光谱,TSB 在 1596cm-1 有一个明显的特征吸收峰,是 TSB 的碳碳双键特征吸收峰,A 在 1318cm-1 和 2252cm-1 有明显的吸收峰,其分别为 A 的 C-F 特征吸收峰和 C≡N 特征吸收峰。TSB+A 的红外吸收曲线分别在 1320cm-1、1598cm-1 和 2252cm-1 有明显的特征吸收峰,它同时拥有 TSB 和 A 两种原料共有的特征吸收峰。

4.4 荧光图

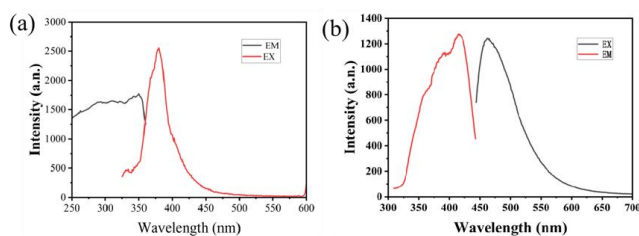


图 4 两种异质结晶体的荧光图

TSB 分别和四氟对苯二甲腈 A 按配比 1:1 用溶液挥发法长出两种有荧光的晶体并进行荧光粉末测试。如图 4 所示,紫色晶体最佳激发点、最佳发射点分别为 349nm 和 381nm。与显微镜观察到的紫色相对应。浅蓝色晶体的最佳激发、发射点为 410nm、460nm。与显微镜下观察到的浅蓝色相符合。

5 实验教学实施及效果

异质结晶体形貌观测及性能研究是创新性实验,本实验课时为 10 学时。

(1) 课前提前安排学生通过文献查阅了解,课堂进行系统性概括晶体生长的历史、显微镜的运用及实验安全注意事项

(0.5学时)。

(2) 来到实验台后，以两组为一组分组并教导实验流程。每组同学合作配置两份材料，一份放烘箱挥发，另一份放室温作对比；利用挥发时间，学生学习粉末 X 射线衍射仪、傅里叶红外光谱仪、固体紫外仪及稳态/瞬态荧光光谱仪学习原理及操作流程(5学时)。

(3) 待溶液挥发为晶体后，一个同学负责挑晶体，另一个同学负责用显微镜观察其异质结现象(1学时)。

(4) 用挑出的晶体进行粉末 X 射线衍射、傅里叶红外光谱、固体紫外、稳态/瞬态荧光光谱测试，最后进行数据收集处理及提交实验结果(3.5学时)。

(5) 通过本实验学习，学生能够深入了解晶体生长过程的原理及晶体生长的方法，并系统性的学习显微镜的使用方法以及各种测试仪器。此外，本实验能够满足学生对显微镜的好奇，增加学生对知识的渴求。

参考文献：

- [1] Behrman K,Kymissis I.Micro light-emitting diodes[J].Nature Electronics,2022,5(9):564-573.
- [2] Gunnarsson W B,Roh K,Zhao L,et al.Toward nonepitaxial laser diodes[J].Chemical Reviews,2023,123(12):7548-7584.
- [3] Lian X,Luo L,Dong M,et al.A review on the recent progress on photodetectors[J].Journal of Materials Science,2024,59(47):21581-21604.
- [4] Leuthold J,Freude W,Brosi J M,et al.Silicon organic hybrid technology—A platform for practical nonlinear optics[J].Proceedings of the IEEE,2009,97(7):1304-1316.
- [5] Xu L,Jia H,Zhang C,et al.Magnetically controlled assembly:a new approach to organic integrated photonics[J].Chemical Science,2023,14(33):8723-8742.
- [6] Singh M,Liu K,Qu S,et al.Recent advances of cocrystals with room temperature phosphorescence[J].Advanced Optical Materials,2021,9(10):2002197.
- [7] 余盼盼.有机共晶的制备及其光电性能研究[D].天津,天津大学,2021.

6 思考题

- ①怎么先找清晰视野？为什么一开始看什么都没有？
- ②高倍物镜下看不清，应该先调什么？
- ③为什么换高倍后视野变暗？
- ④能列举其他表征测试吗？

7 总结

本论文设计了一个极具综合性与创新性的光电子材料实验方案。该实验通过制备反式二苯乙烯（TSB）与四氟对苯二甲腈（A）的有机共晶异质结，将显微镜观测置于“制备之后、表征之前”的枢纽位置，起到了“所见即所得”的验证作用：将前沿材料科学研究转化为可操作的教学实践，重点在于培养学生的科研素养与精密仪器操作能力。该方案不仅涵盖了材料合成的基础理论，更通过多维度的表征手段将科研前沿技术转化为可感、可学的教学实践。在培养学生动手能力、科研想象力及人才培养要求的践行方面具有显著的示范意义。