

铱配合物的合成及性质表征 ——一个综合化学实验

宋忠明*, 马欣婷, 李抒情, 阿晟然, 张玉洋, 唐婧, 姚悦, 毛月圆, 郑胜彪, 姚湾湾*
安徽科技学院化学与材料工程学院, 安徽 蚌埠 233030

摘要: 为培养本科生的综合实践能力, 本综合实验基于有机合成方法制备了一个金属有机铱配合物, 探究了铱配合物的光物理性质。实验方案包括材料合成、分离提纯、结构表征、性质表征。实验内容涉及面广, 知识体系较为丰富。希望通过此实验系统锻炼学生的科研动手能力, 培养学生研究有机光电功能材料的基本素质, 拓宽学生的知识范围。

关键词: 铱配合物; 有机合成; 聚集诱导发光; 综合化学实验

中图分类号: G64; O6

Synthesis and Characterization of Iridium Complex: A Comprehensive Chemistry Experiment

Zhongming Song*, Xingting Ma, Shuqing Li, Shengran A, Yuyang Zhang, Jing Tang, Yue Yao,
Yueyuan Mao, Shengbiao Zheng, Wanwan Yao*

College of Chemistry and Materials Engineering, Anhui Science and Technology University, Bengbu 233030,
Anhui Province, China.

Abstract: To enhance undergraduate students' practical skills, this comprehensive experiment involves the synthesis of an organometallic iridium complex through organic synthesis, followed by an investigation of its photophysical properties. The experimental procedures encompass material synthesis, separation and purification, structure and property characterization. This multifaceted experiment covers a broad range of topics and provides a rich knowledge base. Our objective is to systematically develop students' research skills, cultivate their understanding of the structure-performance relationships in organic optoelectronic materials, and broaden their academic horizons.

Key Words: Iridium complex; Organic synthesis; Aggregation-induced emission;
Comprehensive chemistry experiment

三双齿型铱配合物是一类通常含环金属配体和辅助配体的金属有机配合物, 是有机光电功能材料的重要组成部分^[1]。通过对铱配合物的环金属配体和辅助配体进行结构修饰, 能够有效调控铱配合物的光物理性能。该类配合物具有化学结构易修饰、合成方法简单且收率较高、发光性质优良等优点^[2]。

聚集诱导发光(Aggregation-induced Emission, AIE)可以有效增强有机分子的辐射跃迁通道, 显

收稿: 2024-05-13; 录用: 2024-07-24; 网络发表: 2024-08-22

*通讯作者, Emails: yaoww@ahstu.edu.cn (姚湾湾); songzhm@ahstu.edu.cn (宋忠明)

基金资助: 安徽科技学院质量工程项目(Xj2023027, Xj2022187, Xj2023100, Xj2023041); 安徽省质量工程项目(2022sykc009, 2023jcjs110, 2023sysx017, 2023syyj040); 教育部高教司协同育人项目(221000650095735)

著提高材料的发光效率,对新型光电功能材料的开发和应用具有重要意义^[3]。因而,AIE材料的探索一直倍受关注。近些年来,国内外学者热衷于AIE铱配合物的探究^[4],在拓宽铱配合物的种类和应用前景的同时,也促使其成为化学学科的热点研究领域。目前,AIE铱配合物被广泛应用于化学反应催化^[5]、有机电致发光^[6]、生物成像^[7]、化学传感^[8]等领域。

根据以上研究背景,本实验方案将AIE铱配合物前沿科研成果转化为本科实验课程教学内容,探究AIE铱配合物化学结构和光物理性质之间的关系,让学生掌握有机合成反应与分离提纯实验的基本操作和仪器使用、学会使用核磁共振波谱与高分辨质谱分析有机分子结构的方法、掌握荧光光谱和紫外-可见吸收光谱表征有机光电功能材料性质的技术。本实验内容丰富,知识涉及面广,适用于48学时化学方向的高年级本科综合实验,实践内容的实施有利于提升学生实验操作能力,规范存储和使用危险化学试剂,同时培养学生的科学创新理念,让科研深入反哺教学。

1 实验部分

1.1 实验目的

- (1) 了解AIE铱配合物的基本概念、性能特点及研究进展。
- (2) 掌握铱配合物的实验合成、分离提纯、结构表征方法。
- (3) 掌握铱配合物的荧光发射光谱测试技术与谱图分析方法。
- (4) 掌握铱配合物的高分辨质谱测试技术与谱图分析方法。
- (5) 掌握Origin、ChemDraw等软件的使用。
- (6) 锻炼学生的实验操作能力,培养学生科研创新思维。

1.2 实验原理

1.2.1 铱配合物的合成

如图1所示,铱配合物的合成路线由三部分组成:辅助配体的合成、氯桥二聚体的合成、终产物的合成。其中,辅助配体通过吡啶基苯并咪唑、1,7-二溴庚烷、3,6-二叔丁基咪唑为原料经过两步C-N偶联反应合成。氯桥二聚体由苯基噻唑与三氯化铱发生金属有机配位反应合成。辅助配体与氯桥二聚体进一步发生配位反应,再通过加入KPF₆引入对离子六氟磷酸根,最终合成终产物。反应装置、产物柱层析分离装置,如图2所示。

1.2.2 铱配合物的AIE性质表征

铱配合物的AIE性质发光机理如图3所示。根据分子内旋转受限机制^[9],在稀溶液中(不良溶剂含水量为0%)分子之间的相互作用较弱,分子中的烷基链、叔丁基咪唑等基团能够自由转动或振动,在受到光激发后自身的能量以非辐射跃迁的形式耗散,溶液的发光强度较弱;在聚集态(不良溶剂的四氢呋喃含量为90%)由于分子空间位阻和分子相互作用力增强,分子基团旋转或振动受到抑制,发光强度将会增强。因此,配制一定浓度($1.0 \times 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)含水量不同的(0-90%)系列铱配合物的四氢呋喃溶液,通过荧光光谱仪可以测试其发光强度的变化,进而表征铱配合物的AIE性质。

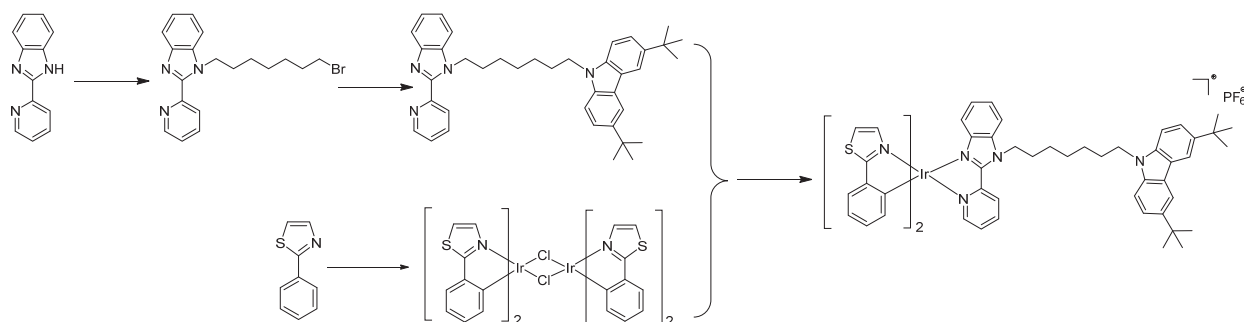


图1 铱配合物中间体、配体、终产物的合成路线

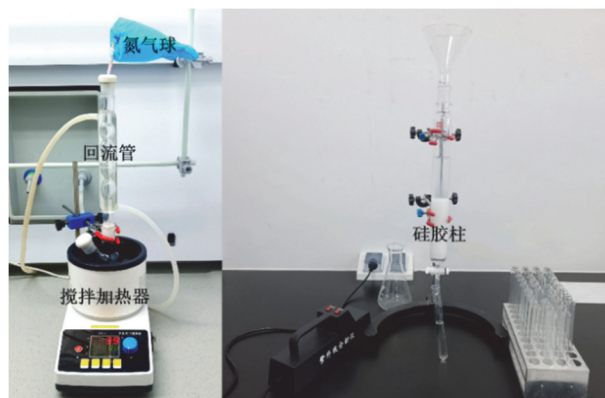


图2 反应装置、产物柱层析分离装置示意图

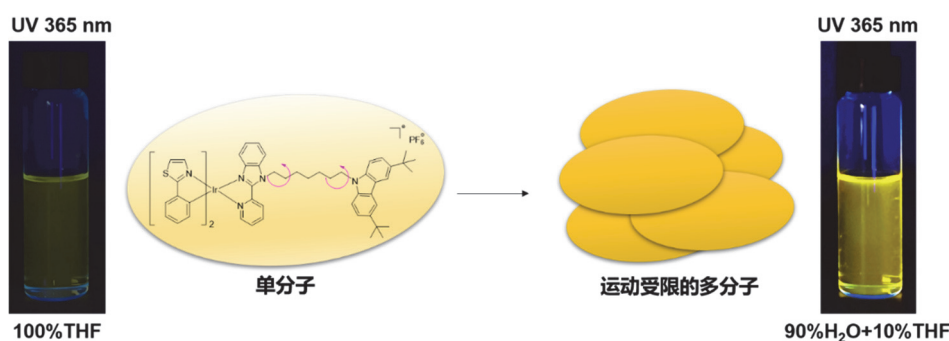


图3 AIE镍配合物的发光机理及颜色变化

1.3 实验试剂与仪器

1.3.1 试剂与耗材

1,7-二溴庚烷(98%)、氢氧化钠(60%)、3,6-二叔丁基咪唑(*t*BCz, 98%)、四丁基溴化铵(98%)、甲苯(AR)、氢氧化钾(95%)、2-苯基咪唑(98%)、吡啶基苯并咪唑(Pybimi, 97%)、水合三氯化铈(99%)、2-乙二醇乙醚(99%)、六氟磷酸钾(99%)、石油醚(60–90 °C, PE)、正己烷(AR, Hex)、二氯甲烷(AR, DCM)、四氢呋喃(超干溶剂, THF)、乙腈(AR, ACN)、甲醇(AR, MeOH)、硅胶粉(200–300目)、硅胶板(GF254)、注射器(10 mL)、高纯氮气、毛细管、离心管、称量纸、定性滤纸。

1.3.2 仪器

两口圆底烧瓶(50 mL)、试管、烧杯(500 mL)、锥形瓶(500 mL)、玻璃漏斗、玻璃棒、量筒(100 mL)、球形冷凝管、容量瓶(100 mL)、层析柱、磁力搅拌子、胶头滴管、布氏漏斗、抽滤瓶、分析天平(上海精其仪器有限公司FA1104N)、磁力加热搅拌器(上海越众仪器设备有限公司ZNCL-TS)、循环水真空泵(上海亚荣生化仪器厂SHZ-III)、旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂RE-52A)、核磁共振波谱仪(德国Bruker Avance III HD 400 MHz)、手提式紫外分析仪(杭州齐威仪器有限公司WFH-204B)、液质联用仪(美国Thermo Scientific LTQ Orbitrap XL)、紫外可见分光光度仪(日本Shimadzu UV-3600)、荧光光谱仪(美国PerkinElmer LS-55)。

1.4 合成实验

1.4.1 中间体Pybimi-C7-Br的合成

称取氢氧化钠(0.30 g, 12.50 mmol)于干燥的圆底烧瓶, 氮气保护移除圆底烧瓶内氧气。将圆底烧瓶放置在冰浴环境降温至0 °C, 注入无水THF (10.00 mL)并搅拌。称量原料吡啶基苯并咪唑(0.35 g, 1.79 mmol)溶解于10.00 mL THF, 随后用注射器注入圆底烧瓶, 保证反应在低温搅拌的条件下反应15 min, 可以观察到圆底烧瓶内液体有气泡产生, 反应溶液由无色变为灰白色。将原料1,7-二溴庚烷

(0.51 g, 1.97 mmol)一次性注入圆底烧瓶,同时体系升温至25 °C并搅拌10 min。随后逐渐升温至90 °C,回流反应4 h。期间使用薄层色谱(TLC)监测反应进程(展开剂为 $V_{PE} : V_{DCM} = 1 : 1$)。反应结束后溶液呈透明微黄色。用柱层析法(洗脱剂为 $V_{PE} : V_{DCM} = 3 : 1$)对产物进行分离提纯得到微黄粘稠液体0.62 g,产率为93%。核磁共振氢谱确定目标产物结构。中间体Pybimi-C7-Br的合成见图4。

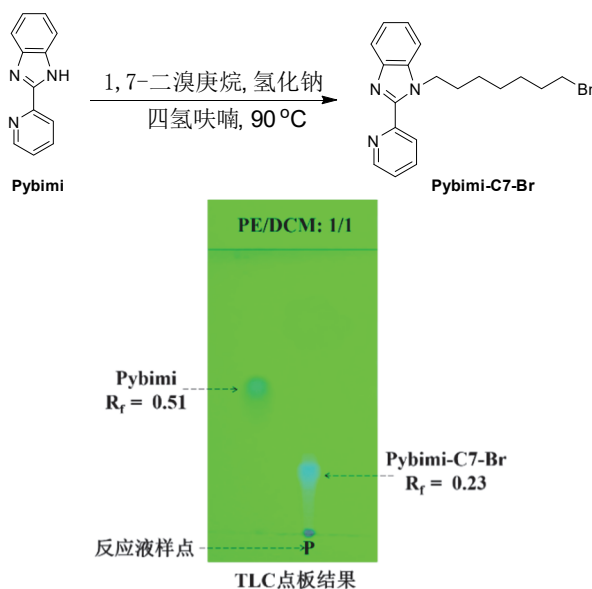


图4 中间体Pybimi-C7-Br的合成及254 nm紫外光下TLC点板结果

1.4.2 配体Pybimi-C7-tBCz的合成

称量Pybimi-C7-Br (0.10 g, 0.29 mmol)、3,6-二叔丁基咪唑(0.10 g, 0.35 mmol)和四丁基溴化铵(0.01 g, 0.03 mmol)放入圆底烧瓶,氮气保护移除圆底烧瓶内的氧气。量取15.00 mL甲苯注入圆底烧瓶,搅拌使原料充分溶解。称取氢氧化钾(0.07 g, 1.16 mmol)溶解于5.00 mL水中,使用注射器将氢氧化钾溶液注入圆底烧瓶。体系温度逐渐升至110 °C,搅拌并回流反应4 h。期间使用TLC监测反应进程(展开剂为 $V_{PE} : V_{DCM} = 1 : 1$)。反应结束后用柱层析法(洗脱剂为 $V_{PE} : V_{DCM} = 3 : 1$)对产物进行分离提纯,提纯后得到无色透明粘稠液体0.15 g,产率为90%。中间体Pybimi-C7-tBCz的合成见图5。

1.4.3 氯桥二聚体的合成

参考文献方法^[10]:称量2-苯基咪唑(1.00 g, 6.20 mmol)和水合三氯化铱(1.09 g, 3.10 mmol)并放入圆底烧瓶,氮气保护移除圆底烧瓶内的氧气。量取15.00 mL 2-乙二醇乙醚注入烧瓶,搅拌使2-苯基咪唑完全溶解。量取5.00 mL水注入烧瓶,使水合三氯化铱完全溶解。将体系温度逐渐升至150 °C,搅拌回流反应12 h。反应结束后可观察到溶液呈黄色。将溶液倒入去离子水中,可看到有大量黄色固体析出。抽滤、烘干得到黄色固体1.70 g,产率为100%。氯桥二聚体的合成见图6。

1.4.4 铱配合物的合成

称量配体Pybimi-C7-tBCz (0.10 g, 0.18 mmol)和氯桥二聚体(0.10 g, 0.09 mmol)于圆底烧瓶,氮气保护移除圆底烧瓶内的氧气。注入2-乙二醇乙醚15.00 mL,搅拌使原料充分溶解。将体系温度逐渐升至150 °C,回流反应6 h。期间使用TLC监测反应进程(展开剂为 $V_{PE} : V_{DCM} = 2 : 1$)。反应结束后,将体系温度降至室温。称取KPF₆ (0.08 g, 0.45 mmol)溶解于5.00 mL水中,得到的溶液用注射器注入圆底烧瓶,并继续搅拌10 min。用重结晶法($V_{DCM} : V_{Hex} = 1 : 2$)对粗产物分离提纯,抽滤得到黄色固体0.09 g,产率为84%。核磁共振氢谱和高分辨质谱确定目标产物结构。铱配合物的合成见图7。

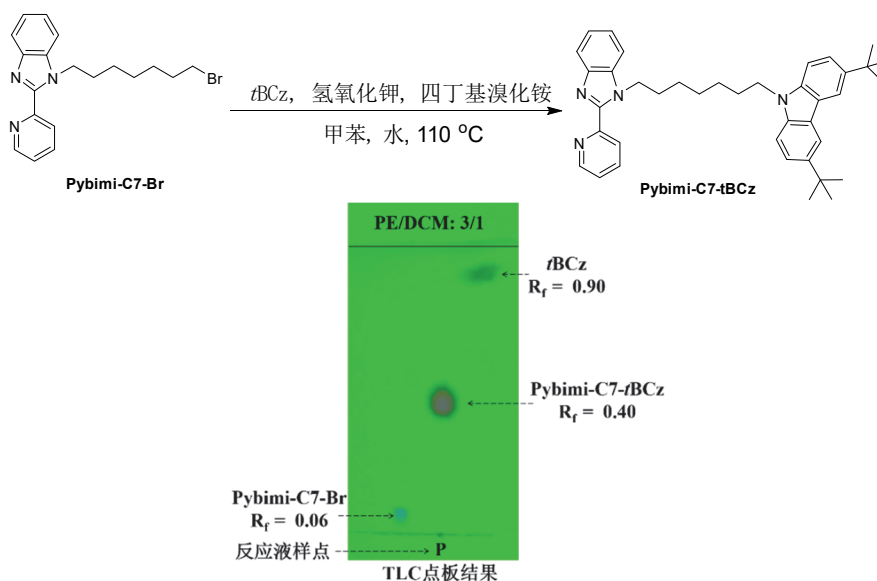


图5 配体Pybimi-C7-tBCz的合成及254 nm紫外光下TLC点板结果

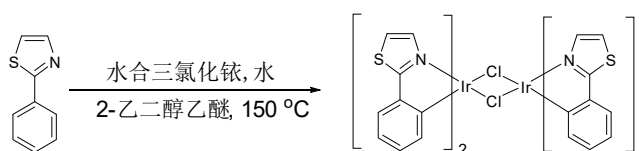


图6 氯桥二聚体的合成

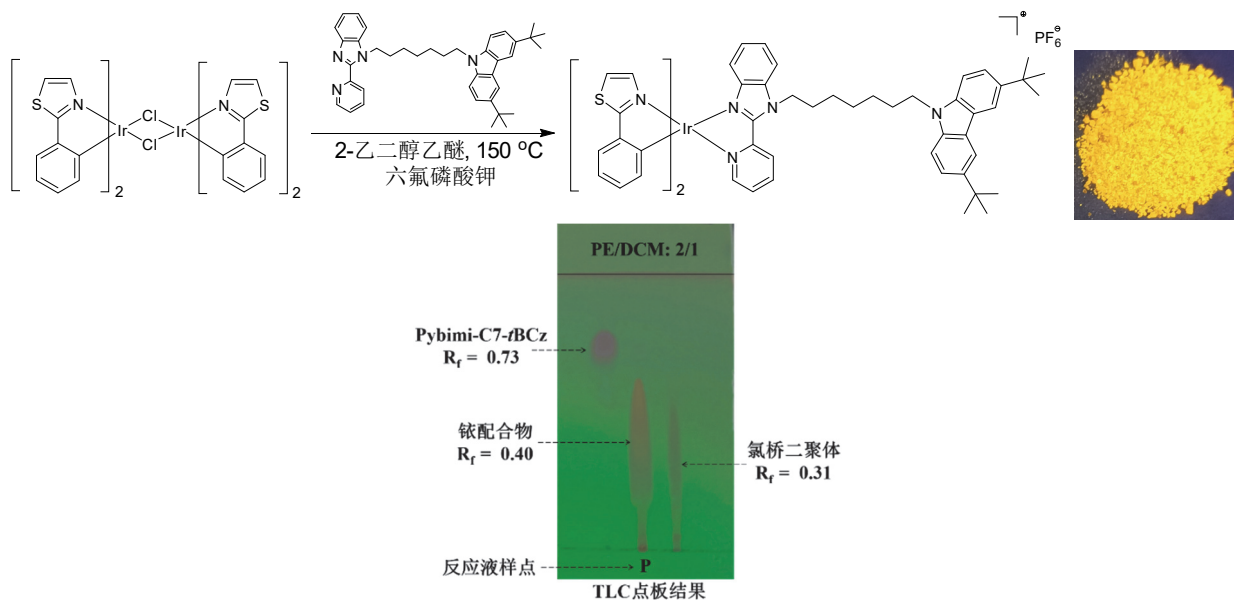


图7 铱配合物的合成及254 nm紫外光下TLC点板结果

2 结果与讨论

2.1 中间体Pybimi-C7-Br的核磁共振氢谱数据

中间体Pybimi-C7-Br核磁共振氢谱见图8。

$^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ 8.68 (d, $J = 4.1$ Hz, 1H), 8.40 (d, $J = 8.0$ Hz, 1H), 7.86 (d, $J = 1.8$ Hz,

1H), 7.83 (dt, $J = 6.2, 2.4$ Hz, 1H), 7.45 (dd, $J = 6.4, 1.8$ Hz, 1H), 7.35–7.27 (m, 3H), 4.82 (t, $J = 7.5$ Hz, 2H), 3.37 (t, $J = 6.8$ Hz, 2H), 1.90–1.77 (m, 4H), 1.40–1.34 (m, 6H)。

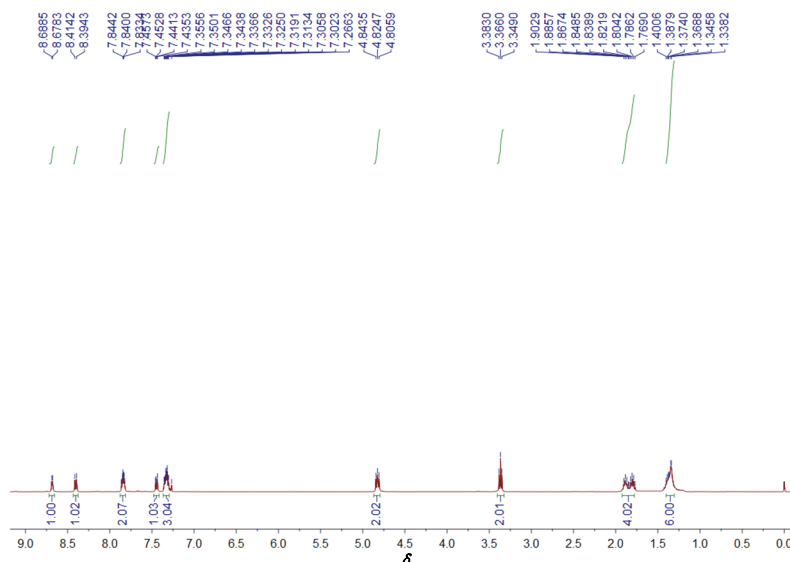


图8 中间体Pybimi-C7-Br在 $CDCl_3$ 溶剂中的核磁共振谱

2.2 配体Pybimi-C7-tBCz的核磁共振氢谱数据

中间体Pybimi-C7-tBCz核磁共振氢谱见图9。

1H NMR (400 MHz, $CDCl_3$) δ 8.64 (dd, $J = 4.8, 0.8$ Hz, 1H), 8.41 (d, $J = 8.0$ Hz, 1H), 8.15 (d, $J = 1.6$ Hz, 2H), 7.89–7.87 (m, 1H), 7.80 (td, $J = 9.5, 1.8$ Hz, 1H), 7.54 (dd, $J = 8.6, 1.9$ Hz, 2H), 7.45–7.43 (m, 1H), 7.36–7.27 (m, 5H), 4.81 (t, $J = 7.5, 2H$), 4.23 (t, $J = 7.1, 2H$), 1.90–1.82 (m, 4H), 1.50–1.36 (m, 24H)。

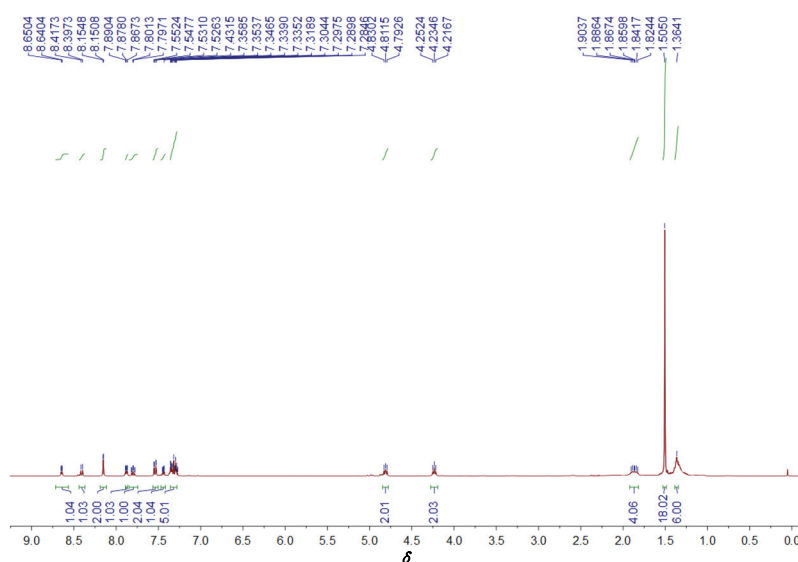


图9 配体Pybimi-C7-tBCz在 $CDCl_3$ 溶剂中的核磁共振谱

2.3 铈配合物的核磁共振氢谱数据

铈配合物核磁共振氢谱见图10。

1H NMR (400 MHz, $DMSO-d_6$) δ 8.57 (d, $J = 8.3$ Hz, 1H), 8.24–8.19 (m, 3H), 8.06 (d, $J = 4.3$ Hz,

1H), 7.89 (d, $J = 8.5$ Hz, 1H), 7.77–7.68 (m, 5H), 7.41 (t, $J = 8.1$ Hz, 1H), 7.33 (dd, $J = 8.6, 1.8$ Hz, 2H), 7.26 (d, $J = 8.6$ Hz, 2H), 7.07 (t, $J = 7.8$ Hz, 2H), 7.02 (dd, $J = 7.5, 1.0$ Hz, 1H), 6.97–6.92 (m, 2H), 6.86 (d, $J = 3.56$ Hz, 1H), 6.74 (d, $J = 3.56$ Hz, 1H), 6.32 (dd, $J = 7.2, 2.0$ Hz, 2H), 6.27 (d, $J = 7.2$ Hz, 1H), 4.89 (t, $J = 6.6$ Hz, 2H), 4.30–4.18 (m, 2H), 2.01–1.79 (m, 4H), 1.39 (s, 18H), 1.31–1.24 (m, 6H)。

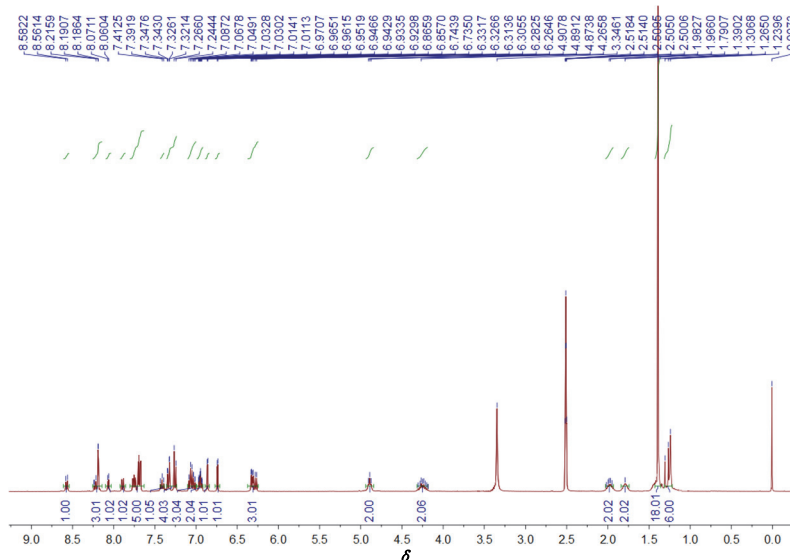


图10 铱配合物在DMSO- d_6 溶剂中的核磁氢谱

2.4 铱配合物的高分辨质谱

铱配合物高分辨质谱见图11。

HRMS {ESI, $C_{50}H_{46}IrN_6^+$, (M) $^+$ }: m/z calcd. 1083.3788; found: 1083.3784。

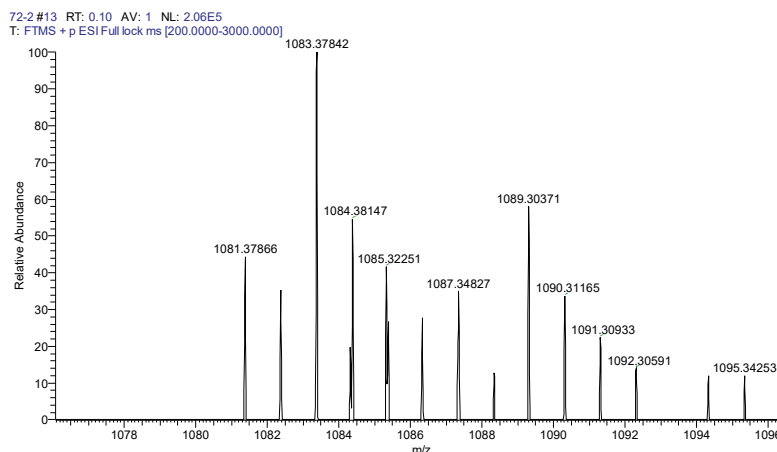


图11 铱配合物的高分辨质谱

2.5 铱配合物紫外-可见吸收光谱

以四氢呋喃为溶剂配制 $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的铱配合物溶液，测得铱配合物的紫外-可见吸收光谱。从图12可以明显观察到铱配合物在350 nm之前有明显的吸收峰，这是由于配体自旋允许的 $\pi-\pi^*$ 跃迁造成；在350 nm以后存在弱的吸收，这是由于单线态自旋允许和自旋禁阻的金属到配体的电荷转移 ($^1\text{MLCT}$)、单线态配体到配体的电荷转移 ($^1\text{LLCT}$)，以及混合态的自旋禁阻的三线态金属到配体的电荷转移 ($^3\text{MLCT}$)、三线态配体到配体的电荷转移 ($^3\text{LLCT}$) 或者三线态配体内的 $^3\pi-\pi^*$ 跃迁所造成。

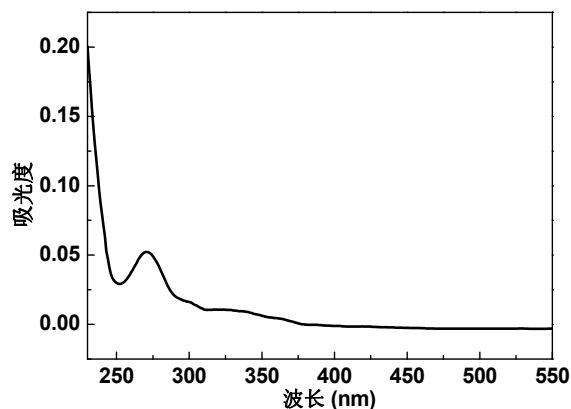


图12 铈配合物在四氢呋喃溶剂中的紫外-可见吸收光谱

2.6 铈配合物溶剂化效应的发射光谱

如图13(a)所示, 在短波长(360–490 nm)范围内铈配合物在不同溶剂中的发射光谱图, 激发波长为350 nm, 并且正己烷、二氯甲烷、四氢呋喃、乙腈、甲醇的溶剂极性逐渐增大。从谱图中可看出, 正己烷作为溶剂时铈配合物发射光谱有三个峰和一个肩峰, 最大峰在391 nm, 其余两个峰分别在401 nm和425 nm, 肩峰范围438–460 nm。二氯甲烷作为溶剂时铈配合物发射光谱有三个峰和一个肩峰, 最大峰在403 nm, 其余两个峰分别在394 nm和421 nm, 肩峰范围438–460 nm; 四氢呋喃作为溶剂时铈配合物发射光谱最大峰在391 nm。乙腈作为溶剂时铈配合物发射光谱有一个最大峰和一个肩峰, 最大峰在395 nm, 肩峰范围400–425 nm。甲醇作为溶剂时铈配合物发射光谱有三个峰和一个肩峰, 最大峰在391 nm, 其余两个峰分别在367 nm和424 nm, 肩峰范围438–460 nm。最大发射峰处, 二氯甲烷比正己烷红移12 nm, 乙腈比四氢呋喃红移4 nm。因此短波长范围内随着溶剂的极性增大, 激发态电荷分离明显, 发射光谱呈现微弱的红移趋势。

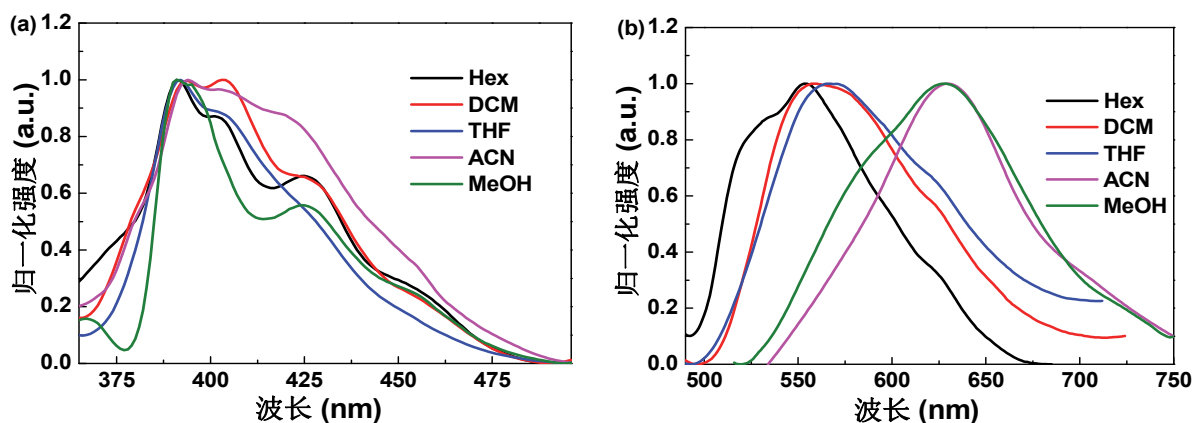


图13 铈配合物在不同溶剂中的发射光谱

电子版为彩图, 下同

如图13(b)所示, 在长波长(480–750 nm)范围内铈配合物的溶剂化效应发射光谱图, 激发波长为390 nm。其中, 正己烷作为溶剂时铈配合物发射波长范围在490–685 nm, 有一个最大峰和一个肩峰, 最大峰在553 nm, 肩峰范围500–550 nm。二氯甲烷作为溶剂时铈配合物发射波长范围在500–730 nm, 最大峰在559 nm; 四氢呋喃、乙腈、甲醇作为溶剂时, 铈配合物发射波长范围分别在500–720 nm、540–750 nm、530–750 nm, 最大峰分别在566、630、628 nm。在最大峰值的比较中, 二氯甲烷比正

己烷红移了6 nm, 四氢呋喃比二氯甲烷红移了7 nm, 乙腈比四氢呋喃红移了64 nm。因此, 在长波长范围内随着溶剂极性增大, 激发态电荷分离比基态明显, 发射光谱整体呈现明显红移。

综上所述, 随着溶剂极性增大, 在短波长范围内发生微弱红移, 在长波长范围内发生明显红移, 激发态电荷分离比基态明显, 这与铈配合物配体内的电荷转移(ILCT)产生有关。

2.7 铈配合物的AIE光谱

图14(a)为短波长范围内(360–490 nm)铈配合物在不同水含量(0–90%)四氢呋喃溶液中的发射光谱图, 激发波长为350 nm。图15(a)是与之对应的最大发射强度的变化趋势图。结合图14(a)与图15(a)可以看出, 随着水含量的增加, 铈配合物的发光强度减弱, 因此铈配合物现的是聚集导致淬灭(ACQ)。推测这一现象可能由于水的加入使得溶液的极性增大, 分子产生ILCT。此外, 由于3,6-二叔丁基咪唑平面性较大, 随着水含量增大3,6-二叔丁基咪唑逐渐聚集, 基团的 π 键形成 $\pi\cdots\pi$ 相互作用, 导致发光强度减弱。

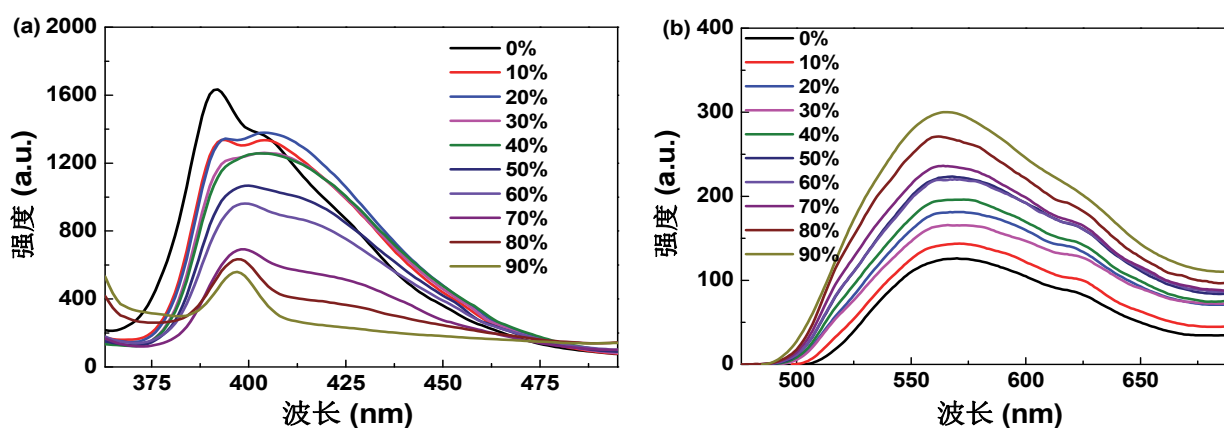


图14 铈配合物在不同水含量(0–90%)四氢呋喃溶液中的发射光谱

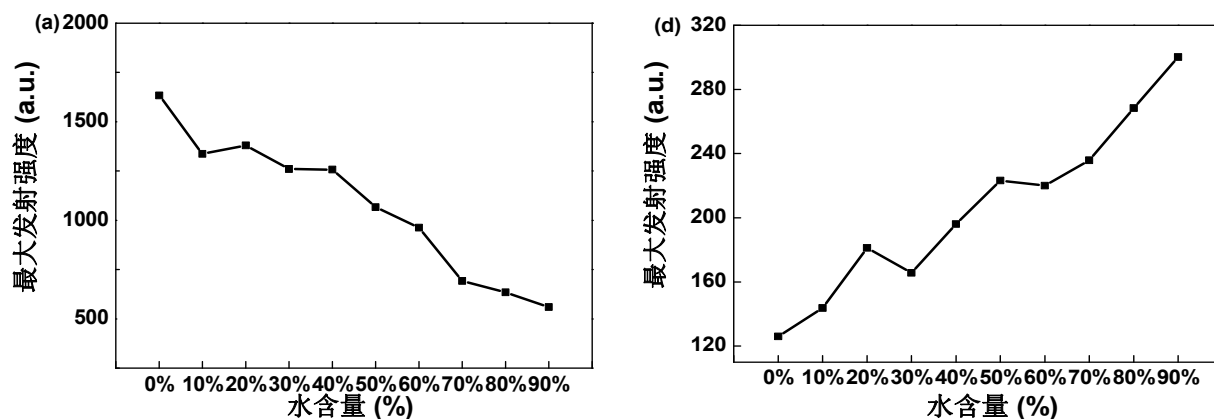


图15 铈配合物在不同水含量(0–90%)四氢呋喃溶液中发光强度变化趋势

图14(b)为长波长范围内(475–700 nm)铈配合物在不同水含量(0–90%)四氢呋喃溶液中的发射光谱图, 激发波长为390 nm。图15(b)是与之对应的最大发射强度的变化趋势图。结合图14(b)与图15(b)可以看出, 随着水含量的增加, 铈配合物的发光强度增强, 因此铈配合物具有AIE性质。推测可能是由于溶液内逐渐形成纳米聚集体, 限制分子的自由运动, 有利于辐射跃迁, 发光强度增强。

综上所述, 铈配合物的发光强度在短波长范围内随着水含量增加而减弱, 表现出ACQ性质; 在长波长范围内随着水含量增加而增强, 表现出AIE性质。

3 教学实施与注意事项

本综合实验的教学内容按表1实验进程分配实施。

表1 实验进程安排表

教学阶段	教学内容	时间安排
课前预习	文献调研、视频观看、实验方案制定、预习报告	开课前一周
课中实验	中间体Pybimi-C7-Br的合成、提纯、表征	12课时
	配体Pybimi-C7-rBCz的合成、提纯、表征	12课时
	铱配合物的合成、提纯、表征	12课时
	铱配合物溶剂化效应的紫外可见吸收性质表征	2学时
	铱配合物溶剂化效应的发射性质表征	4课时
课后总结	铱配合物的聚集诱导发射性质表征	6课时
	数据处理、完成实验报告	结课一周内

3.1 课前预习

课前预习任务提前一周在智慧教学平台的班级发布视频任务，对学生的基本技能进行培训，包括本实验所涉及的基本原理和方法：文献查阅、薄层色谱法监测反应、柱色谱提纯物质、旋转蒸发器、真空抽滤、重结晶提纯物质、无水无氧反应操作、核磁共振波谱仪、液质联用仪、荧光仪。完成在线视频任务后，学生需要根据本实验内容制定出可行的实验方案，并完成预习报告。

3.2 课中实验

本实验教学过程按照4人/小组的方案进行分组，每组学生完成合成实验和AIE性质表征实验。每次实验结束后，学生需要根据实验结果进行讨论，归纳总结实验数据，得出影响实验结果的主要因素。值得一提的是，合成实验中所需试剂的用量可根据实际情况进行调整。实验流程如下：

(1) 合成实验：按实验方案的药品的投料比和剂量称取药品，搭建实验装置，进行对反应体系无水无氧操作移除氧气后，升温回流反应。反应结束后，经萃取、柱色谱分离等后处理操作，获得纯度较高的目标产物。通过核磁氢谱、高分辨质谱表征分子的化学结构。

(2) 性质表征实验：配制铱配合物在不同有机溶剂中浓度为 $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液，通过紫外-可见分光光度仪、荧光仪(选取合适的激发波长)测试铱配合物的吸收与发射性质。此外，测试铱配合物的AIE性质时，需要事先配制铱配合物浓度为 $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的四氢呋喃/水系列混合溶液，其中水含量分别为0%、10%、20%、30%、40%、50%、60%、70%、80%、90%。

3.3 课后总结

实验结束后，学生需要对获得实验数据和结果进行系统分析研究，明确影响实验结果的主要因素，了解AIE铱配合物的课题研究状况，基本明确铱配合物结构和AIE发光性质之间的关系。此外，学生需要通过学习通等智慧教学平台对本实验反馈实验中遇到的具体问题，提出相关的设想和建议。

3.4 注意事项

(1) 中间体Pybimi-C7-Br合成实验中，使用NaH要远离水源、氧化剂，玻璃仪器要烘干，溶剂THF要经过严格除水，并在干燥环境中取用。

(2) 甲苯属于危化品，要按照相关规定取用。

(3) 所有样品要在真空干燥箱中进行充分干燥再使用。

4 结语

本综合实验适用于化学专业的高年级本科生的实践类课程教学，属于涉及面广、内容丰富、综

合性强的探索性实验。实验涉及铈配合物的合成与提纯、化学结构表征、发光性质表征、数据处理与结构分析、实验报告撰写几个方面。实验要求学生系统掌握科研文献的调研方法、危化品使用与存储基本知识、反应监控的薄层色谱技术、柱层析色谱分离提纯技术、无水无氧合成反应操作技术、核磁共振波谱和高分辨质谱测试与解析技术、稀溶液定量配制技术、荧光光谱测试与分析技术、Origin和ChemDraw等软件的使用等，总计需要两周(48学时)时间完成。实验教学过程基于学习通、雨课堂等智慧教学平台采取线上线下相结合的方式进行。

参 考 文 献

- [1] 宋玮琳. 基于二氟苯基吡唑为环金属配体的铈配合物的设计合成及其光电性质研究[博士学位论文]. 长春: 吉林大学, 2023.
- [2] 侯雪刚. 具有聚集诱导发光性质的铈配合物的设计合成及其光电功能性质研究[博士学位论文]. 长春: 东北师范大学, 2016.
- [3] Chen, H. Y.; Lam, J. W. Y.; Tang, B. Z. *Chem. Commun.* **2009**, *29*, 4332.
- [4] 秦成远, 苗金玲, 聂永, 刘威, 高迎, 李天瑞, 蒋绪川. *有机化学*, **2021**, *41* (2), 504.
- [5] Wang, Y.; Zhao, X. Y.; Zhao, Y. N.; Yang, T. Z.; Liu, X. M.; Xie, J. X.; Li, G. F.; Zhu, D. X.; Tan, H. Q.; Su, Z. M. *Dyes Pigments* **2019**, *170*, 107547.
- [6] Mackenzie, C. F. R.; Zhang, L.; Cordes, D. B.; Slawin, A. M. Z.; Samuel, I. D. W.; Zysman-Colman, E. *Adv. Opt. Mater.* **2023**, *11* (2), 2201495.
- [7] Zhong, M.; He, J.; Zhang, B. X.; Liu, Q.; Fang, J. G. *Free Radical Bio. Med.* **2023**, *195*, 121.
- [8] Li, G. Y.; Lin, Q.; Sun, L. L.; Feng, C. S.; Zhang, P. Y.; Yu, B. L.; Chen, Y.; Wen, Y.; Wang, H.; Ji, L. N.; *et al.* *Biomaterials* **2015**, *53*, 285.
- [9] Mei, J.; Leung, N. L. C.; Kwok, R. T. K.; Lam, J. W. Y.; Tang, B. Z. *Chem. Rev.* **2015**, *115* (21), 11718.
- [10] Song, Z. M.; Liu, R.; Li, X.; Zhu, H. B.; Lu, Y. H.; Zhu, H. J. *J. Mater. Chem. C* **2018**, *6* (40), 10910.