·教育与教学·

前沿研究热点牵引的本科创新实验设计
——纤维素纳米晶体的结构色复合膜制备及其比色传感检测

白 蓝 王 芳 胡春燕 汪子力 宋 飞*

(四川大学化学学院 成都 610064)

摘要：将纤维素纳米晶体(CNC)结构色复合膜的制备及其乙酸比色传感检测的前沿科研内容引入本科实验教学，设计了一套面向高分子、化学及材料相关专业高年级学生的综合性创新实验。实验以棉花酸解制备CNC，并与羟丙基-β-环糊精(HPCD)通过溶液共混和蒸发诱导自组装构筑CNC-CD胆甾型液晶复合薄膜；通过紫外−可见光谱、扫描电子显微镜等表征手段，研究材料的微观结构、结构色特征及其对乙酸的比色响应行为。该实验将生物质资源利用、结构色材料构筑与化学传感有机结合，结合了高分子化学、材料结构表征和性能分析等教学内容，有助于学生建立“结构—性能—功能”认识框架，提升科研兴趣、实验实践能力与创新思维，强化绿色化学与可持续发展理念。

关键词：纤维素纳米晶；结构色；比色检测；创新实验；可持续性

Frontier Research-oriented Undergraduate Innovative Experiment Design
—Preparation of Structural Color Composite Films Based on Cellulose Nanocrystals and Their Application in Colorimetric Sensing

BAI Lan, WANG Fang, HU Chun-yan, WANG Zi-li, SONG Fei*

(*College of Chemistry, Sichuan University, Chengdu 610064*)

Abstract: The frontier research on the preparation of structural color composite films based on cellulose nanocrystals (CNCs) and their application in colorimetric sensing of acetic acid was introduced into undergraduate experimental teaching. A series of comprehensive innovative experiments were designed for senior undergraduates majoring in polymer science, chemistry, materials science, and related disciplines. In this experiment, CNCs were prepared by acid hydrolysis of cotton and then combined with hydroxypropyl-β-cyclodextrin (HPCD) through solution blending and evaporation-induced self-assembly to construct CNC-CD cholesteric liquid crystal composite films. The microstructure, structural color characteristics, and colorimetric response behavior toward acetic acid were investigated using ultraviolet-visible spectroscopy, scanning electron microscopy, and other characterization methods. This experiment integrates biomass resource utilization, construction of structural color materials, and chemical sensing, while connecting the teaching contents of polymer chemistry, material structure characterization, and performance analysis. This helps students establish a “structure–property–function” cognitive framework, improve their research interest, experimental practice ability, and innovative thinking, and strengthen their awareness of green chemistry and sustainable development.

2026-05-15 收稿，2026-07-30 录用
基金项目：四川大学人工智能赋能创新型实践教育综合改革研究项目(项目号 2025-27)，国家自然科学基金(基金号 U21A2096)
* 通信联系人：宋飞，E-mail: songfei@scu.edu.cn
doi: 10.14028/j.cnki.1003-3726.2026.26.250

Keywords: Cellulose nanocrystals; Structural color; Colorimetric detection; Innovative experiment; Sustainability

引用：白蓝，王芳，胡春燕，汪子力，宋飞. 前沿研究热点牵引的本科创新实验设计：纤维素纳米晶体的结构色复合膜制备及其比色传感检测. 高分子通报, doi: 10.14028/j.cnki.1003-3726.2026.26.250

Citation: Bai, L.; Wang, F.; Hu, C. Y.; Wang, Z. L.; Song, F. Frontier research-oriented undergraduate innovative experiment design—preparation of structural color composite films based on cellulose nanocrystals and their application in colorimetric sensing. *Polym. Bull.* (in Chinese), doi: 10.14028/j.cnki.1003-3726.2026.26.250

实验教学是培养高分子专业未来科研与技术人才的重要环节，然而当前本科实验教学存在若干共性问题：一是部分实验内容偏重按照既定步骤完成操作，学生对实验设计依据、关键变量及结果解释的理解不够深入；二是内容设置较为分割，导致高分子材料表征和应用分析之间衔接不足，学生较难形成系统性的专业认知；三是实验教学中“重制备、轻表征”“重现象、轻机制”的情况普遍存在，难以有效支撑学生科研思维、工程意识和创新能力的协同培养。这些问题使得传统的实验教学内容和模式在激发学生创新潜能、适应前沿科研与产业需求方面显得力不从心。围绕真实材料问题组织教学内容，促使学生在材料制备、结构表征、性能分析与应用评价的连续链条中理解高分子材料“结构—性能—功能”关系，开发兼具学科前沿性、综合训练性和可实施性的实验项目，具有积极的教学意义[1,2]。

近年来，新材料、绿色制造与智能传感等领域快速发展，将相关科研前沿成果转化为适合本科教学的综合实验项目，已成为高分子实验教学改革的重要方向[2,3]。基于在纤维素纳米晶体(CNC)复合传感材料方面多年的科研经验和成果，我们设计并开发了“纤维素纳米晶结构色复合膜的制备及其乙酸比色检测”这一综合创新实验。结构色是一种由微观物理结构与光相互作用(如干涉、衍射)而产生的颜色，广泛存在于自然界，因其环保、稳定和动态响应特性，在绿色光子材料与传感领域展现出巨大潜力。CNC作为一种源于天然纤维素、可通过蒸发诱导自组装(EISA)形成具有手性向列结构的光子晶体材料，是连接可持续化学与先进材料科学的理想桥梁。

在本实验中，学生将CNC与同样来源于生物质原料的2-羟丙基-β-环糊精(HPCD)溶解共混，经EISA过程制备具有刺激响应性的CNC-CD复合薄膜，并综合运用紫外−可见光谱(UV-Vis)、扫描电子显微镜(SEM)等手段分析其光学性能与微观结构，进一步研究其对乙酸的比色响应行为(图1)。该实验有机地融合了高分子化学(纤维素结构与改性)、胶体与界面科学(自组装驱动力)、固体物理(光子晶体与光子带隙理论)以及分析化学(比色检测原理)，使学生能够在实践中强化理论知识、提升实验技能、激发创新思维，为未来从事高

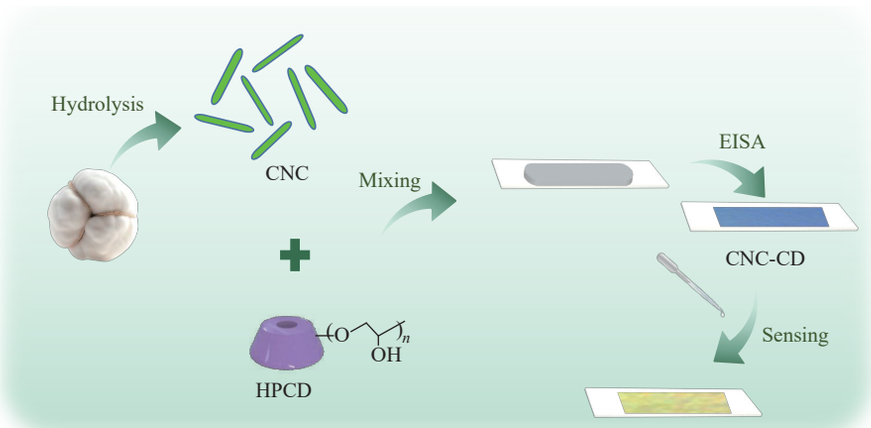

图 1 “纤维素纳米晶结构色复合膜的制备及其乙酸比色检测”综合创新实验内容示意图

Figure 1 Schematic diagram of the comprehensive innovation experiment: “preparation of cellulose nanocrystal structural color composite film and its acetic acid colorimetric detection”

分子、化学、材料、传感及相关交叉学科的研究与开发奠定基础[4,5]。

1　实验部分

1.1　实验目的

(1)理解纤维素纳米晶体(CNC)作为典型天然高分子纳米材料的结构特征、表面化学性质及其液晶自组装行为，认识天然高分子资源在功能材料构筑中的应用价值。

(2)了解CNC手性向列液晶膜结构色的形成机制，以及外界刺激引起膜周期性层状结构和反射波长变化的响应原理，建立“天然高分子结构—自组装行为—光学性能”之间的联系。

(3)学习溶液共混和蒸发诱导自组装(EISA)技术，掌握CNC基液晶复合薄膜的制备方法，理解羟丙基-β-环糊精(HPCD)等功能组分对天然高分子复合体系结构与性能的调控作用。

(4)熟悉紫外–可见光谱、扫描电子显微镜等分析表征方法的基本原理与操作流程，掌握结构色薄膜微观形貌、光学响应和比色检测数据的解析与图像分析方法。

(5)掌握有机酸刺激响应比色检测的实验方法，理解CNC基天然高分子结构色材料在挥发性有机物可视化检测、绿色传感和可持续功能材料中的应用潜力。

1.2　实验原理

结构色是一种可见光在材料的亚微米级结构发生干涉而产生的着色，广泛存在于自然界的鸟类羽毛、鱼类鳞片、昆虫角质层中，它能够随着周围环境的变化而可逆地改变颜色，有利于动植物的伪装和信号传输[6]。与传统的化学色素着色不同，结构色源于材料表面的微观周期性结构对入射光的调控，具备稳定性高、环保无污染等优势。

CNC是以木材、棉花等天然产物为原料，通过酸解或酶解等方法去除纤维素中的非晶区得到的具有高结晶性、高模量的棒状晶体[7]。将CNC分散于水中并逐渐蒸发浓缩，当其浓度接近临界值时，棒状CNC逐步发生取向排列，相邻层中CNC的取向方向沿螺旋轴呈周期性旋转，进而自组装形成具有长程有序和层状周期结构的胆甾型(手性向列)液晶薄膜。这种周期性微结构能够选择性反射左旋圆偏振光，从而产生独特的虹彩结构色。具体而言，CNC手性向列结构的形成是晶体间相互作用与蒸发过程共同调控的结果。从热力学角度看，CNC浓度、晶体长径比、表面电荷以及体系离子强度等因素共同影响纳米棒之间的有效相互作用。当水分不断蒸发、CNC浓度逐渐升高时，体系由各向同性分散状态逐步向有序液晶相转变；硫酸水解后，CNC表面所带磺酸基负电荷产生的静电排斥有利于维持其胶体稳定性，而离子强度变化会通过电荷屏蔽作用改变颗粒间的有效排斥距离，从而影响CNC的排列状态和螺旋周期。从动力学角度看，蒸发速率、干燥温度、膜厚及基底表面状态等因素决定CNC在浓缩过程中是否有足够的时间进行取向和重排，并影响最终有序结构的固定过程。较缓慢且均匀的蒸发过程有利于CNC充分重排，而过快的干燥可能使非平衡结构提前固定并增加结构缺陷[8]。

CNC手性向列结构产生的选择性反射可采用Bragg公式进行描述：

$$\lambda_{max}=n_{avg}\times P\times\sin\theta \quad (1)$$

其中，λ_{max}是最大反射波长，n_{avg}是平均折射率，P和θ分别是螺距和入射角[9]。可以看出，在测试条件保持一致时，组成变化、外来分子进入以及自组装条件改变均可能通过调节螺距和平均折射率引起反射峰移动。为了获得可见光范围内的结构色，通常利用水溶性化学物质作为添加剂与CNC共同组装来调节CNC的手性向列螺旋结构的间距(即螺距)[10]。当这些添加剂与外部化学信号(如酸碱度、湿度等)发生反应时，会进一步引发CNC自组装体螺距的变化，从而实现对这些外部化学信号的比色检测。因此，CNC已被用于制造环境友好的比色传感器，用于检测挥发性气体[11]、有害溶剂[12]和潮湿环境[13]等，表现出分析快速、操作简单、肉眼可识别等优点。

由生物基环糊精衍生而来的2-羟丙基-β-环糊精(HPCD)具有良好的水溶性，可与CNC悬浮液稳定共混。同时，CNC和HPCD丰富的羟基使二者具有形成多点氢键相互作用的结构基础，有利于提高体系的相容性并调节CNC自组装层间的局部微环境。更重要的是，HPCD能够与小分子羧酸发生分子间相互作用，为将外界化学刺激转换为复合膜结构变化和光学信号提供了可能。当乙酸进入CNC-CD复合膜后，会改变HPCD分子之间及其与CNC表面之间原有的相互作用和平衡排列状态[14,15]，使CNC周期层状结构发生扩

张，从而引起CNC-CD复合膜螺距(*P*)增大(图2)，导致反射波长红移而产生肉眼可见的结构色变化，因此可以实现对乙酸的比色传感识别。

1.3 实验试剂和仪器

脱脂棉，2-羟丙基-*β*-环糊精(≥98%)，硫酸(98%)，乙酸(分析纯)。LIBRA 200FE透射电子显微镜(ZEISS，美国)，JSM-5900LV扫描电子显微镜(JEOL，日本)，Maya 2000 Pro高灵敏度光谱仪(Ocean Optics，美国)，H1750R高速台式冷冻离心机(湘仪，中国)。

1.4 实验步骤

1.4.1 CNC的制备

冰水浴和搅拌条件下，将160 g浓硫酸逐滴加入100 g去离子水中，得到质量分数约为64%的硫酸溶液。将15 g脱脂棉放入上述硫酸溶液中，55 ℃下以600 r/min的速度搅拌1 h后，将得到的黄褐色黏稠液体倒入5 L烧杯中，加入3 L去离子水进行稀释以停止水解反应。静置12 h后弃去上层清液，将下层淡黄色液体以9000 r/min的转速进行离心分离，收集离心管上层白色浑浊悬浮液，使用1×10^4 Da透析袋透析至透析袋外溶液的pH接近中性。使用旋转蒸发仪浓缩悬浮液，通过冷冻干燥测定悬浮液中CNC的含量，调整悬浮液中CNC质量分数至8%，密封储存在4 ℃条件下备用。

1.4.2 CNC-HPCD薄膜的制备

取1 g制备好的8 wt% CNC悬浮液，向其中加入0.0089 g的HPCD，室温下超声0.5 h混合均匀后，吸取800 μL混合溶液均匀涂覆在亲水性载玻片上，45 ℃烘干，得到载玻片支撑的CNC-CD复合薄膜。

1.4.3 乙酸比色测试

将5 μL乙酸液滴到CNC-CD薄膜上，数码相机记录颜色变化，并进行紫外–可见反射光谱测试。所有样品采用相同的样品固定方式和测试几何条件，测试范围为300~800 nm，入射角为20°，测试光斑直径为5 mm，测试前以铝镜进行反射基线校正，黑色基材作为背景光谱。

1.4.4 形貌表征

使用透射电子显微镜(TEM)观察CNC的形貌，将质量分数为0.3%的CNC悬浮液滴在支撑有碳膜的铜网上，等待10 min，将铜网放置在滤纸上，室温晾干后再放入电镜中进行观察，电压75 kV。

使用扫描电子显微镜(SEM)对CNC-CD复合膜的横截面进行表征。测试前使用液氮将膜淬断，将淬断面粘在样品台上进行喷金处理，在5 kV加速电压的高真空状态下对样品进行扫描拍照。

2 结果与讨论

2.1 CNC-CD复合膜的制备与表征

使用硫酸水解棉纤维时，纤维素非晶区的糖苷键被破坏，从而得到结晶度高的刚性棒状CNC，分散在水中时呈乳白色，有明显的丁达尔现象(图3a)。通过这些宏观现象，学生可初步判断CNC是否被成功提取。硫酸浓度、反应温度和水解时间是影响CNC制备结果的关键工艺参数。水解程度不足时，纤维素非晶区不能得到充分去除，产物中可能残留较长纤维或微米级纤维束，不利于形成均匀稳定的CNC悬浮液；适当提高反应强度有利于非晶区水解和纳米晶区释放，但过高的酸浓度、过高的反应温度或过长的反应时间均可能导致CNC进一步断裂，使其长度和长径比下降，并影响产品收率、胶体稳定性以及后续液晶自组装行为[7,8]。因此，本实验在基础教学模块中采用固定的硫酸浓度、反应温度和水解时间，保障实验成功率和重复性。

若条件允许，可进一步使用TEM对CNC进行微观表征，如图3(b)所示，所制得的CNC为短棒状，长约180 nm，直径约20 nm，学生可查阅文献对比自己所提取的CNC尺寸与文献报道是否

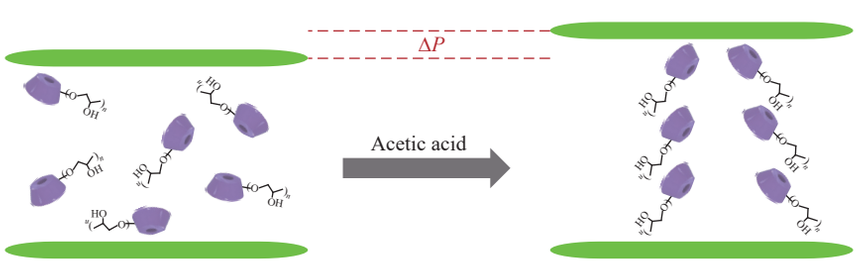

图 2 乙酸作用引起 CNC-CD 复合膜周期结构变化的机制示意图

Figure 2 Schematic illustration of the mechanism for acetic acid-induced structural changes in CNC-CD composite films

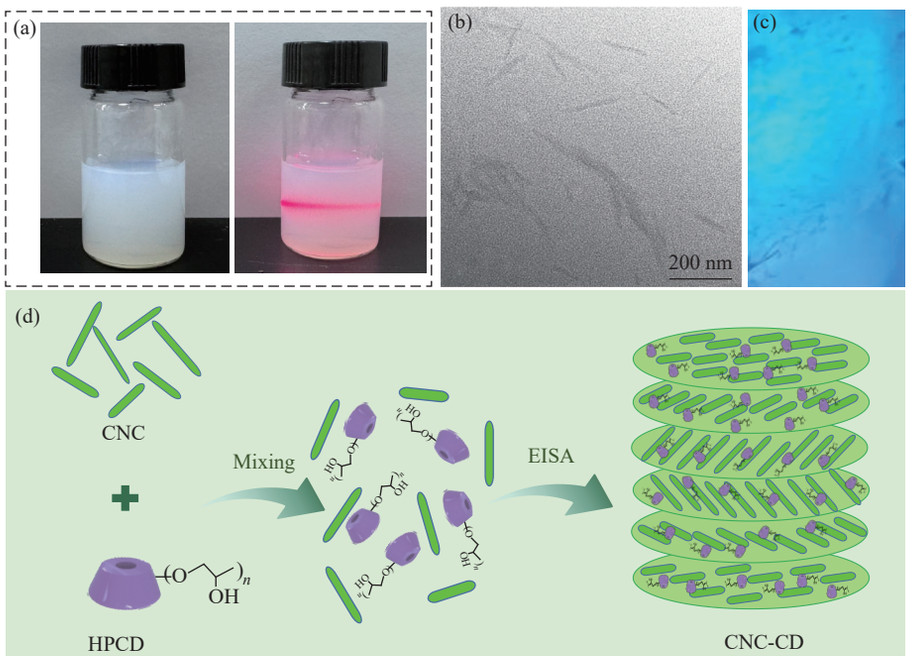

图 3　(a) CNC 悬浮液(左)及其丁达尔现象(右)；(b) CNC 的 TEM 表征结果；(c) CNC-CD 结构色薄膜；(d) CNC-CD 薄膜制备流程

Figure 3　(a) CNC suspension (left) and its Tyndall effect (right); (b) TEM image of CNC; (c) CNC-CD structural color film; (d) Preparation process of CNC-CD film

相符[16]。将CNC与HPCD的悬浮液滴加到玻片上，经EISA得到了具有结构色的纤维素/羟丙基−环糊精(CNC-CD)复合结构色薄膜(图3c)。整个制备过程示意如图3(d)所示。

为了直观了解HPCD的添加对CNC自组装效果的影响，让学生以同样的方法制备了纯CNC薄膜。首先，裸眼即可观察到CNC薄膜呈蓝紫色的结构色，而CNC-CD呈现出蓝色(图4a)。进一步使用仪器对2种膜进行检测，测得纯CNC膜的UV-Vis反射光谱的最大吸收峰波长为365 nm，而复合膜的最大反射峰波长为490 nm (图4b)。这时，学生需要使用公式(1)来解释宏观颜色和光谱波长的变化：λ的增大是由P值的增大引起的，而所谓的螺距P，是手性向列周期结构中的间距。学生在实验原理中已学习到，外部分子如HPCD的插入会“撑大”纯CNC胆甾型自组装结构的螺距，但此时学生对螺距P仍然没有具体和直观的认识，这使他们理解CNC光子晶体膜变色机理仍觉得抽象和困难。因此，对HPCD加入前后的薄膜横截面进行SEM表征。在图4(c)可以观察到明显的周期性分层手性向列结构，图中所标注的两层CNC自组装层的距离就是螺距P。纯CNC膜的螺距约为194 nm，添加HPCD后复合膜仍然保留了与纯CNC薄膜相似的层状结构，螺距增大到了约308 nm。这里从宏观观察递进到微观表征，由实验数据与理论公式相互验证解释的学习过程，让参与实验的同学们系统地经历了“观察—验证—解释”的研究路径，有效锻炼了他们用理论知识解释实验结果的思维能力。

此外，学生可通过改变HPCD添加量进一步考察其对复合膜结构色的调控作用，代表性结果如图5所示。随着HPCD含量增加，CNC-CD-1 (HPCD添加量0.020 g)和CNC-CD-2 (HPCD添加量0.034 g)的最大反射波长进一步红移，结构色依次向黄绿色和黄红色转变，反映了HPCD对CNC周期性层状结构的扩张作用。此时，引导学生考虑，HPCD含量过高会使薄膜初始螺距和反射波长显著增大，从而压缩后续乙酸刺激引起的变化范围，因此，选用HPCD含量较低的CNC-CD膜开展后续响应测试最合适。该样品初始结构扩张程度较小，有利于清晰地呈现乙酸作用引起的反射峰红移和结构色变化，使实验现象更加明显。

2.2　CNC-CD复合膜对乙酸的比色检测性能

在掌握和理解了光子晶体薄膜周期性层状结构间距变化与其宏观颜色及UV-Vis反射光谱改变的原理之后，学生开始系统测试CNC-CD复合

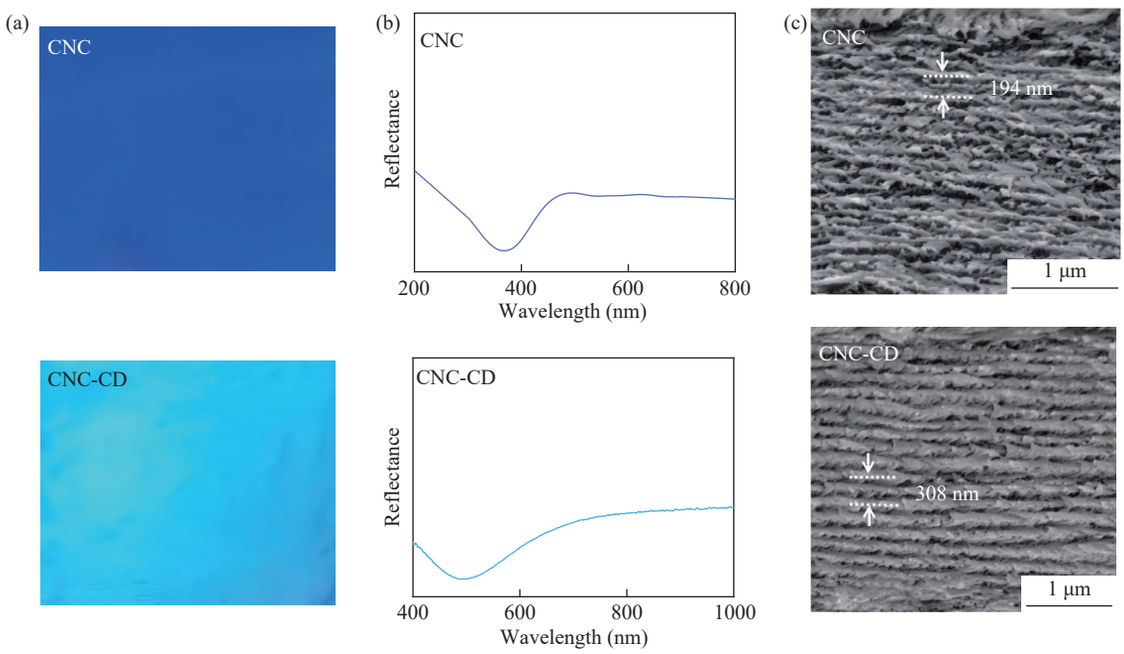

图 4 CNC 膜和 CNC-CD 复合膜的(a)数码照片，(b)反射光谱和(c)截面 SEM 图

Figure 4 (a) Digital photograph, (b) reflectance spectrum, and (c) cross-sectional SEM image of CNC film and CNC-CD composite film

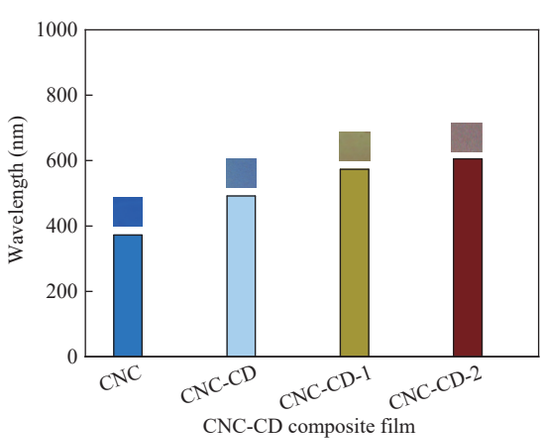

图 5 不同 HPCD 添加量获得的 CNC-CD 复合膜的最大反射波长和结构色变化

Figure 5 Maximum reflectance wavelength and structural color changes of CNC-CD composite films obtained with different HPCD addition amounts

膜对乙酸的比色检测效果，图6(a)为响应速度测试的代表性结果。将乙酸滴加在CNC-CD复合膜上，观察其颜色变化，并用照相机或手机拍照记录。20 s后，已经可以观察到复合膜的结构色由原始的蓝色变为青色；随后复合膜颜色逐渐向暖色变化，50 s时变为黄红色；之后复合膜的颜色变化非常缓慢，伴随着乙酸的逐渐挥发，大约在3 min后基本恢复了原始颜色。接下来，对滴加了乙酸的复合膜样品在更密集的时间间隔用光谱更精细地监控复合膜的变化。如图6(b)所示，复合膜的最大反射波长在20 s左右开始出现明显红移，60 s左右达到最大红移程度，接着在200 s左右逐步恢复原始波长。由此可见，比色观察与仪器表征基本同步反映了复合膜对乙酸的响应过程，但仪器测试结果更加精密准确，这让学生们理解了定性观察与定量测量之间相辅相成的关系，体会到了从感性认知到理性数据之间的升华，有利于树立他们追求精确与严谨的科学态度。此外，对乙酸进入后的CNC-CD复合膜的横截面进行SEM表征(图6c)，学生们可以观察到螺距继续增大到了约373 nm，进一步直观理解了乙酸引起CNC周期性层状结构的变化是结构色发生改变从而实现检测的重要原因。

检测材料的重复使用性与数据稳定性是其实际应用的重要指标，因此学生们进一步进行复合膜对乙酸的重复响应性能测试。将CNC-CD薄膜置于乙酸溶液中浸泡，待达到最大响应程度后取出，用滤纸轻轻吸干表面乙酸液体，进行反射光谱测试；然后将复合膜置于红外灯下促使乙酸快速挥发，待其结构色恢复初始状态后，再次进行反射光谱测试；重复以上操作10次。图7为循环响应代表性结果。当CNC-CD薄膜接触乙酸时，

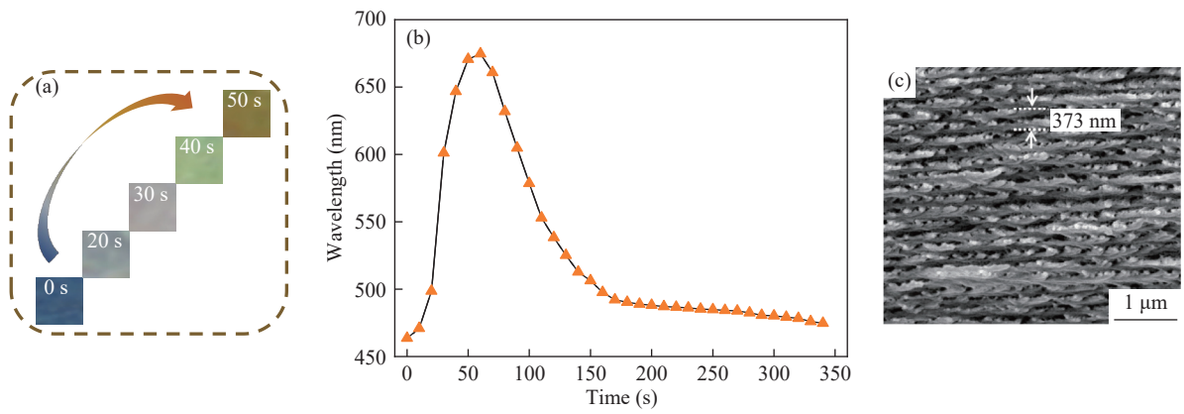

图 6　CNC-CD 复合膜在乙酸中响应不同时间的(a)颜色变化以及(b)相应的最大反射峰波长变化；(c)乙酸响应后 CNC-CD 复合膜的横截面 SEM 图

Figure 6　(a) Color changes and (b) corresponding shifts in the maximum reflectance peak wavelength of the CNC-CD composite film in acetic acid upon exposure for different durations; (c) Cross-sectional SEM image of CNC-CD composite film after acetic acid treatment

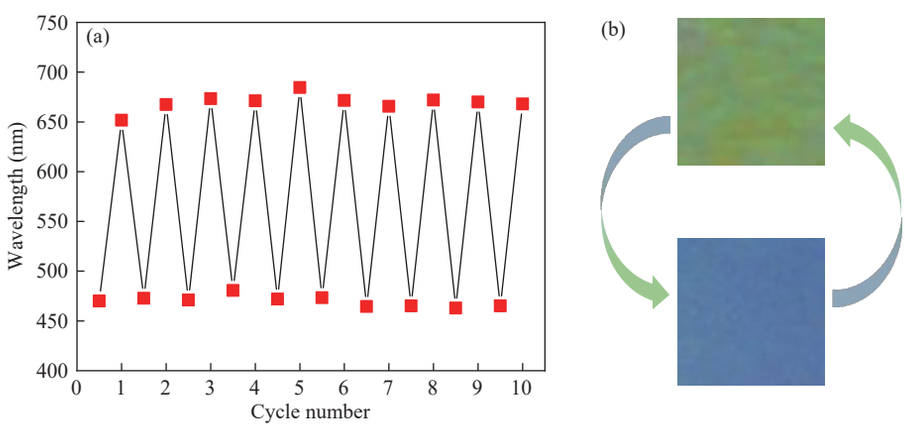

图 7　CNC-CD 复合膜对乙酸的循环响应：(a)最大反射波长和(b)结构色的变化

Figure 7　Cyclic response performance of CNC-CD composite film to acetic acid: changes of (a) maximum reflection wavelength and (b) structural color

最大反射波长从初始的460 nm红移为660 nm，颜色也相应地从蓝色转变为黄绿色；待乙酸挥发后，波长恢复至460 nm，结构色也恢复为蓝色。这表明薄膜对于乙酸有着良好的循环响应效果，在循环测试10次后，薄膜并无明显的变化，响应性能也无明显下降。通过亲手完成多次循环测试并记录数据，学生们对科学实验的可重复性和数据稳定性有了更为深刻的理解，更因材料稳定的性能产生了很大的成就感，激发了他们对实验探索的兴趣与热情。

接着探索CNC-CD复合膜对乙酸的定量响应检测可能性。学生首先以正丁醇为稀释剂配制质量分数为0%~100%的乙酸溶液。使用同一CNC-CD膜，先测试低质量分数乙酸溶液，测试完毕后待乙酸挥发复合膜的结构色恢复，再测试稍高质量分数的乙酸溶液。图8(a)为同一CNC-CD薄膜经连续“响应—恢复”测试获得的代表性结果。随着乙酸质量分数的增加，测得的复合膜最大反射峰逐渐红移；指导学生学习使用Origin软件，将乙酸质量分数与对应的最大反射波长值进行拟合，可以得到相关系数R^2=0.9957的良好线性关系(图8b)。需要指出的是，本实验设置乙酸质量分数梯度，不以检测限(LOD)评价为核心目标，主要用于训练学生进行标准溶液配制、响应信号提取、标准曲线建立和线性拟合，重点分析设定浓度范围内乙酸质量分数与最大反射峰位置的量化关系，让学生亲身经历利用基础材料响应特性服务实际检测手段的实践过程。

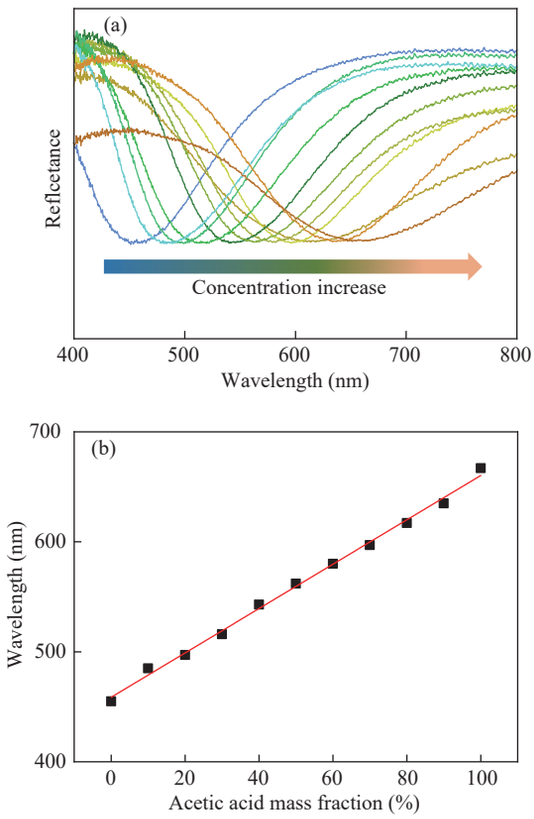

图 8 (a) CNC-CD 复合膜对不同质量分数乙酸的响应性能；(b)最大反射波长与乙酸质量分数的关系

Figure 8 (a) Response performance of CNC-CD composite film to different mass fractions of acetic acid; (b) Relationship between maximum reflection wavelength and acetic acid mass fractions

不同刺激物引起的差异响应也是帮助学生理解“材料组成—分子作用—宏观性能”关系的重要教学内容。图9展示了甲酸、乙酸和丙酸处理后CNC-CD膜的代表性的宏观颜色变化和最大反射波长位移结果。学生们发现CNC-CD膜对于甲酸有最为显著的响应效果，最大反射波长红移了500 nm左右，而丙酸响应后并无明显的最大反射波长或结构色的变化。在此，可以要求学生们从3种酸的结构差异，结合前面的实验原理来解释响应程度的差异：甲酸在3种酸中具有最大的极性，能最大程度地通过分子间氢键打破HPCD在CNC液晶结构之间的有序排列，从而引起最大程度的CNC层间螺距的改变，带来最明显的最大反射波长和结构色的变化。从实验教学设计的角度出发，考虑到甲酸虽然响应效果更明显，但它的腐蚀性、刺激性强烈[17]，不适合应用于本科实验教学当中，因此我们选择乙酸作为响应检测的目

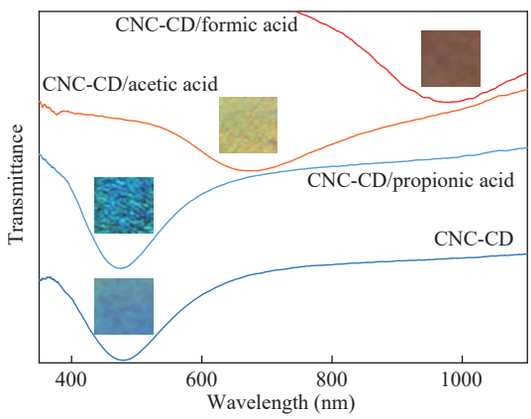

图 9 CNC-CD 膜对不同有机酸的响应效果

Figure 9 Response effect of CNC-CD films to different organic acids

标物，既能够获得明显、稳定的实验结果，又保障了实验安全。

3 实验教学过程与组织实施

3.1 教学对象与组织实施

本实验适合高分子、材料、化学及相关专业大学三年级或四年级学生开展，采用3~4人一组的小组协作方式，每组学生完成文献调研、实验操作、数据分析和结果汇报，并在组内进行合理分工。可组织不同学生小组独立制膜和测试，通过比较反射峰位置、拟合曲线斜率、相关系数及其偏差，开展实验重复性和误差来源分析。课程实施采用“课前准备—实验实施—结果分析—总结评价”4阶段组织模式，学生集中操作时间建议为12~18学时。总体组织与实施安排可归纳为表1。

CNC制备阶段完成酸解、分离和透析等操作；复合膜制备阶段完成溶液共混、涂膜和EISA过程；性能测试阶段完成刺激响应、循环测试、浓度响应及光谱数据分析。透析、静置和干燥等非连续等待过程可安排在课间完成，不占用连续课堂操作时间。对于基础类或学时较少的实验课程，可由教师提前提供统一CNC悬浮液，将教学重点集中于复合膜构筑、结构色观察和乙酸响应测试，使实验压缩至6~8学时。

3.2 安全管理与实验标准化

本实验涉及浓硫酸、挥发性有机酸及高速离心操作，因此安全教育应贯穿实验全过程。浓硫酸稀释和CNC酸解过程必须在通风橱内完成，采用冰水浴控制稀释放热，严格遵循“将浓硫酸缓

表1　实验总体组织与实施安排

Table 1　Overall organization and implementation arrangements of the experiment

教学阶段	时间安排	实施内容	培养重点
课前准备	课前1周	布置文献检索与预习报告，围绕CNC结构色、HPCD作用及乙酸比色检测开展小组讨论，并完成安全教育与实验分工。	文献阅读能力、专业基础整合能力
CNC制备	4~6学时	完成棉纤维酸解、离心洗涤、透析等操作，结合丁达尔现象和TEM结果认识CNC的形貌与分散特征。	规范操作能力、高分子纳米材料认知
复合膜制备	4~6学时	进行CNC与HPCD共混、涂膜及EISA自组装，观察并讨论组成与工艺条件对结构色形成的影响。	材料制备能力、结构调控意识
性能测试与结果分析	4~6学时	开展乙酸响应、循环稳定性和选择性测试，结合UV-Vis、SEM等结果分析结构与性能关系，完成图谱处理与课堂汇报。	表征分析能力、“结构—性能—功能”思维
总结评价	贯穿全过程	结合预习质量、实验操作、数据处理、报告撰写和课堂交流进行多维评价，强调反思总结与持续改进。	过程性学习成效、综合素养

慢加入水中”的操作顺序，严禁将水直接加入浓硫酸。乙酸响应测试在通风橱内进行，采用微量移液器定量移取，避免皮肤、眼睛接触和挥发性蒸气吸入。学生应穿着实验服，佩戴护目镜和耐酸手套，并在指导教师或实验技术人员监督下完成关键操作。

高速离心前，应检查离心管及转子状态，对样品进行质量配平并严格对称放置；离心机运行过程中不得移动设备或强行开盖，必须待转子完全停止后方可取出样品。

为减少不同小组之间的非目标差异，教学过程中统一CNC母液浓度、HPCD添加比例、涂覆液体积、载玻片规格及干燥温度。对于同一批次教学，建议由教师统一配制或核定CNC母液浓度，使学生重点关注自组装过程和结构—性能关系，避免因原料浓度差异导致实验结果过度离散。表2总结了学生实验常见问题及解决措施。

表2　学生实验常见问题及解决措施

Table 2　Common issues in student experiments and their solutions

常见问题	可能原因	建议解决措施
CNC悬浮液中仍有明显纤维残留	酸解不足或搅拌不充分	检查温度、时间及搅拌状态
CNC分散性较差、易沉降	洗涤、透析或超声分散不足	延长透析时间并充分超声分散
薄膜颜色不均匀	基底污染、涂液不均或局部干燥过快	清洁载玻片，固定涂覆体积和干燥条件
不同组反射峰位置差异明显	CNC浓度、膜厚或干燥过程存在差异	使用统一CNC母液，严格控制涂覆量
乙酸响应不明显	膜未充分干燥或加样量不一致	采用微量移液器定量加样
循环后颜色恢复较慢	乙酸未充分挥发	统一恢复条件和测试间隔时间

3.3　分层拓展与数智化延伸

依托本科生科研训练、创新创业项目或毕业设计平台，可将实验进一步拓展为开放式探究性实验。例如，将CNC水解条件(如硫酸浓度、温度、时间等)设置为研究变量，通过悬浮液稳定性、TEM形貌和成膜结构色等指标比较不同制备条件的影响；调控CNC浓度、HPCD添加量、涂覆体积和干燥温度，分析复合膜结构与响应性能的变化，并可采用显微红外等局部高分辨表征手段研究CNC与HPCD之间的氢键相互作用；也可将测试对象拓展至其他有机酸或湿度、醇类等化学刺激，例如通过设置水蒸气、乙醇等对照，分析氢键作用、溶剂渗透和吸湿溶胀对反射峰变化的影响，引导学生区分特异性分子作用与常规溶胀效应，从而提升变量控制、实验设计和结果论证能力。

依托人工智能赋能实践教育理念，本实验还可设置数智化数据分析拓展模块。学生在固定光源、拍摄距离和角度条件下，利用手机记录CNC-CD薄膜的颜色变化，并通过Python选取感兴趣区域(ROI)，提取RGB、HSV或提取RGB (红、绿、蓝)、HSV(色相、饱和度、明度)或L^*(明度)、a^*(红–绿色度分量)、b^*(黄–蓝色度分量)等颜色特征参数，分析其随乙酸浓度或响应时间的变化规律，并与UV-Vis反射峰位移进行对比，实现由肉眼观察向数字化定量分析的拓展。对于具有程序设计基础的学生，还可以以颜色特征参数为输入，采用简单的分类或回归模型识别乙酸浓度区间或预测其浓度，构建“材料制备—性能测试—数字分析—应用验证”的多层次实践教学路径。

4　实验教学效果

(1)实验内容涉及高分子化学、材料科学、胶

体与界面化学、光子晶体以及分析化学等知识，采用“材料制备—结构表征—性能测试—数据分析”的递进式训练方式，使学生不仅掌握了CNC制备、复合成膜和响应测试等实验方法，还经历了从现象观察、数据获取到规律分析和机理解释的完整过程。通过比较不同实验条件和刺激物引起的响应差异，学生的问题意识、变量控制能力、数据处理能力和科研表达能力得到锻炼，实现了由按照步骤完成实验向依据实验结果分析科学问题的转变。

(2)依托本实验进行科研训练，可围绕“结构色传感材料的灵敏度提升”“复合膜循环稳定性优化”“挥发性有机酸可视化检测”“图像识别数字化分析”等方向开展拓展研究。学生能够从课程实验中的被动操作逐步转向主动选题、文献调研、方案设计、实验优化和结果分析，科研兴趣和问题意识得到明显增强，初步形成从实验现象中提出科学问题、从数据变化中分析材料结构与性能关系的科研思维。这种“课程实验—大创项目—科研训练”的递进式培养模式，有助于将课堂教学成果转化为学生可持续发展的科研能力。

(3)本实验以棉花等生物质资源为原料制备CNC结构色材料，体现了可再生资源高值化利用的理念；以乙酸等挥发性有机酸的可视化、低耗能检测为应用场景，能够引导学生认识功能高分子材料在环境监测、工业检测和绿色分析中的潜在价值。学生在实验过程中不仅能够理解绿色化学和可持续发展理念，也能够认识到高分子材料创新在服务环境保护、资源利用和国家战略需求中的重要作用，从而增强专业认同感、环保意识和科技报国责任感。

5 结语

基于前沿研究热点，将“纤维素纳米晶体结构色复合膜的制备及其乙酸比色传感检测”设计为面向高分子及材料相关专业的综合性实验教学项目。该实验围绕生物质基高分子功能材料的设计、构筑、表征与应用展开，通过明显、有趣的结构色变化现象，使学生直观理解CNC手性向列结构自组装、光子晶体结构的产生与调控的相关机制，既保留了科研前沿的学术特色，又兼顾本科实验教学的可操作性和可推广性。本实验可根据学生基础和课程条件进行分层实施，并进一步延伸至开放创新探索、数智化设计，对提升学生的实验实践能力、科研思维、创新意识以及绿色可持续发展理念具有积极意义，也可为高分子创新综合实验课程建设提供参考。

参考文献

1 叶龙, 于梦琪, 韩德霞, 韩洋, 殷航, 贾慧珍, 马哲. 前沿研究驱动的高分子综合性实验设计与实践: 以可拉伸聚合物光伏电池的制备与表征为例. 高分子通报, **2025**, 38(9), 1439–1450.

2 路平, 李兴建. 基于科研思维培养为导向的高分子化学综合实验教学设计: 以“胺固化环氧树脂基形状记忆高分子的网络结构调控与性能”为例. 高分子通报, **2025**, 38(3), 515–524.

3 梁秋霞, 孙嫣霞, 董华青, 卢春山, 唐浩东, 丰枫. 项目制研究性学习在化学实验教学中的应用. 实验室研究与探索, **2024**, 43(9), 110–116.

4 唐丽荣, 吕建华, 陈博, 王梦琳, 卢贝丽. 生物质基敏感膜的制备及湿度传感性能分析实验教学设计. 实验技术与管理, **2023**, 40(9), 207–213.

5 Bober, B. A.; Ogata, J. K.; Martinez, V. E.; Hallinan, J. J.; Leach, T. A.; Negru, B. Investigating nanoscopic structures on a butterfly wing to explore solvation and coloration. *J. Chem. Educ*., **2018**, 95(6), 1004–1011.

6 Vukusic, P.; Sambles, J. R. Photonic structures in biology. *Nature*, **2003**, 424(6950), 852–855.

7 宋智超, 徐一鑫, 马重重, 石大为. 纤维素纳米晶体的制备方法及其应用进展. 化工新型材料, **2024**, 52(12), 37–43.

8 Tran, A.; Boott, C. E.; MacLachlan, M. J. Understanding the self-assembly of cellulose nanocrystals: toward chiral photonic materials. *Adv. Mater*., **2020**, 32(41), 1905876.

9 Fernandes, S. N.; Almeida, P. L.; Monge, N.; Aguirre, L. E.; Reis, D.; de Oliveira, C. L. P.; Neto, A. M. F.; Pieranski, P.; Godinho, M. H. Mind the microgap in iridescent cellulose nanocrystal films. *Adv. Mater*., **2017**, 29(2), 1603560.

10 Yao, K.; Meng, Q. J.; Bulone, V.; Zhou, Q. Flexible and responsive chiral nematic cellulose nanocrystal/poly(ethylene glycol) composite films with uniform and tunable structural color. *Adv. Mater*., **2017**, 29(28), 1701323.

11 He, J. T.; Bian, K. Q.; Li, N.; Piao, G. Z. Volatile acid responsiveness of chiral nematic luminescent cellulose nanocrystal/9,10-bis((*Z*)-2-phenyl-2-(pyridin-2-yl)vinyl) anthracene composite films. *ACS Sustainable Chem. Eng*., **2019**, 7(14), 12369–12375.

12 Hu, C. Y.; Bai, L.; Song, F.; Wang, Y. L.; Wang, Y. Z.

Cellulose nanocrystal and *β*-cyclodextrin chiral nematic composite films as selective sensor for methanol discrimination. *Carbohydr*. *Polym*., **2022**, 296, 119929.

13 Xu, Y. Z.; He, L. N.; Xie, Z. M.; Wang, Z. L.; Chen, Y. F.; Wu, Q. Influence of PEG on toughness, humidity sensitivity and structural color of cellulose nanocrystal films. *Cellulose*, **2024**, 31(11), 6885–6896.

14 Rutenberg, R.; Leitus, G.; Fallik, E.; Poverenov, E. Discovery of a non classic host guest complexation mode in a *β*-cyclodextrin/propionic acid model. *Chem*. *Commun*., **2016**, 52(12), 2565–2568.

15 Aree, T.; Schulz, B.; Reck, G. Crystal structures of *β*-cyclodextrin complexes with formic acid and acetic acid. *J*. *Inclusion Phenom*. *Macrocycl*. *Chem*., **2003**, 47(1), 39–45.

16 He, Y. D.; Zhang, Z. L.; Xue, J.; Wang, X. H.; Song, F.; Wang, X. L.; Zhu, L. L.; Wang, Y. Z. Biomimetic optical cellulose nanocrystal films with controllable iridescent color and environmental stimuli-responsive chromism. *ACS Appl*. *Mater*. *Interfaces*, **2018**, 10(6), 5805–5811.

17 Wu, Y.; Hua, C. X.; Liu, Z. S.; Yang, J. L.; Huang, R. R.; Li, M.; Liu, K. Q.; Miao, R.; Fang, Y. High-performance sensing of formic acid vapor enabled by a newly developed nanofilm-based fluorescent sensor. *Anal*. *Chem*., **2021**, 93(18), 7094–7101.