

从两个经典高分子化学实验谈如何提高高分子材料与科学领域研究生的科研能力

王存国*

(青岛科技大学 高分子科学与工程学院, 橡塑材料与工程教育部重点实验室,
山东省橡塑材料与工程重点实验室, 青岛 266042)

摘要:改革开放 40 年来,我国的高等教育得到了巨大发展,高校实验仪器设备变得越来越先进而且越来越齐全,但高校实验内容仍停留在上世纪八、九十年代的编写水准,与目前的科学技术和实验技术发展相比有些滞后,更令人费解的是,某些工科院校的研究生还仍未开设高等实验课,因此,怎样使我国的高校由大变强,从而全面提高研究生的综合实验能力和科研能力,成为制约我国高等教育发展的一个最大瓶颈。本文通过对高分子合成化学自由基连锁聚合反应和逐步聚合反应两个经典合成实验进行深入剖析,阐述了高分子化学实验和高分子物理实验内容的融合贯穿对提高大学生尤其是研究生综合实验动手能力和科研能力的重要性,使同学们牢牢把握高分子材料实验合成、分子量测定、化学结构表征、性能测试等这条主线,即通过一个合成实验,尽可能多些使学生掌握如黏度法或凝胶渗透色谱法(GPC)分子量测试、马尔文激光粒度仪使用方法及粒度分布测试、红外光谱仪及扫描电子显微镜测试等结构表征以及热性能、电性能、力学性能等测试方法,使学生们窥一斑而知全豹,为全面提高研究生的综合实验能力和科研创新能力提供借鉴和推动作用。

关键词:科研能力;实验教学;自由基聚合反应;逐步聚合反应;教学改革

高分子化学是一门以高分子合成实验为基础的化学学科,是研究聚合物的合成及反应历程的一门科学,从内涵上讲,它应该包括聚合物的合成、反应机理、结构表征与性能测试等内容^[1~6],但随着高分子科学的迅猛发展,合成的聚合物种类越来越多,研究的内容越来越广,导致整个高分子科学体系越来越庞大,因而为了研究方便,人为地将这一学科又细化为高分子物理学、高分子材料学、聚合物加工与成型工艺学等分支^[7,8],并将高分子化学和高分子物理划到理科范畴,将高分子材料学、聚合物加工与成型工艺等归到工科范畴,人为地将高分子科学这一体系割裂开来。如此细化,不可避免地会产生一些缺陷,如高分子分子量的测定这一基本实验,有的人将它归类到高分子化学实验范畴中,有的人把它划分到高分子物理实验内容中,结果导致高分子化学实验只做合成,而不去测试聚合物的分子量,而高分子物理实验只测试材料的性能,与高分子化学合成实验缺乏承上启下的联系;相应的,在理论教学上,有的学校将高分子分子量及分布这一节内容安排在高分子化学课讲述,有的学校要求高分子物理课讲述,还有的学校由于授课课时紧张,老师间互相推诿,导致高分子化学和高分子物理两门课都不讲此内容。当然,这都是由于学科划分的过细造成的缺陷。这样,便导致高分子化学实验和高分子物理实验太专注于各自的某一“点”,而没有注重“面”的研究,使学生的实验知识面偏窄,而且最大弊端是实验与实验之间脱节,缺少连贯性。尤其令人不解的是,我国某些理工科学院,研究生期间还没有开设高等实验课,从而使研究生的实验与科研能力跟本科生没有太大区别,因此,怎样设立高等创新实验,全面提高研究生的综合实验能力和科研能力,成为制约我国高等教育发展的一个最大瓶颈。

本文作者从事功能高分子材料合成与电池、电容器应用等研究已三十多年,深感自己在研究生期间

10.14028/j.cnki.1003-3726.2021.04.010

收稿:2019-11-13;修回:2020-12-25;

基金项目:山东省潍坊市高层次创新创业人才计划项目(潍办字 2013-69),国家高端外国专家项目(中组部办公厅字 2017-21)资助;山东省教育厅项目(SDYJG19089);

* 通讯联系人:王存国(1967-),男,山东高密人,博士,教授,从事功能高分子理论与应用研究。E-mail: cgwang789@qq.com.

学习的高等化学实验受益匪浅,另外在美国、以色列、韩国等国家留学期间,对国外高校的研究生实验教材的编写和实验内容的编排表示赞同。如美国 E. L. 麦卡费里著的《高分子化学实验室制备》及美国 W. J. 贝利编的《高分子合成》及德国布劳恩编写的《聚合物的合成和表征技术》都是高分子实验合成及表征的经典著作。他们对每个实验从实验原理、合成过程、分子量测定、化学结构表征等都讲述的细致入微,由浅而深,使学生们窥一斑而知全豹,即通过一个实验的合成过程、分子量测定、化学结构表征及性能测试等,而学会了一系列合成及测试方法,基本上是通过做一个实验,掌握了一系列实验测试方法,极大地提高了学生们的实验动手能力。而反观我国工科院校开设的高分子化学实验,有的实验教材只讲材料合成,而不做分子量测定和结构表征,有的实验教材只讲分子量测量,而不讲材料合成和化学结构表征及性能测试,硬是把高分子材料合成与高分子分子量测定两部分割裂开来,并且分别归类到高分子化学实验和高分子物理实验两门实验课当中,破坏了一个连续的整体。一句话,我们的大学高分子化学实验和高分子物理实验大纲和内容编写,条块分割严重,缺少整体性的贯通。

因此,为了提高高分子材料与科学领域研究生的综合实验能力和科研能力,目前迫切需要对工科院校的高分子化学实验和高分子物理实验进行整合与提升,使学生在做实验时内容上做到由浅入深、循序渐进,即通过一个实验的操作运行,不仅掌握了高分子材料合成、分子量的测定、黏度或粒度的测定,还学会了红外光谱、核磁共振光谱、扫描电子显微镜等结构和形貌表征方法及其它的力学性能、热性能、电性能、磁性能、光性能等测试方法。本文在我们近些年来在分子化学理论和实验教学研究和探索基础上^[12~15],进行更深一步的探讨,对高分子化学实验、高分子物理实验、材料学实验等全面整合,力争对我国高分子材料与科学领域和化学化工领域研究生综合实验能力和科研能力的提升给予推动和借鉴作用。

具体地讲,对于自由基聚合反应机理实验,我们可将经典的高分子化学实验中的“苯乙烯悬浮聚合制备聚苯乙烯”实验,扩展与延伸为以下实验内容:

- (1)首先由苯乙烯悬浮聚合制备出聚苯乙烯球形颗粒;
- (2)学会用高分子物理实验中的黏度法(如乌氏粘度计方法)或凝胶渗透色谱法(GPC)测定合成出的聚苯乙烯的分子量;
- (3)学会用红外光谱、核磁共振光谱等方法及扫描电子显微镜对聚苯乙烯进行结构表征和形貌观察;
- (4)对聚苯乙烯颗粒进行热分析(即热重-差热分析)测试,分析其热稳定性;
- (5)将合成的聚苯乙烯微粒加工成板材或吹塑成瓶,测试其力学性能及机械强度等,并学会利用高阻计测试其板材的电阻。

这样,通过这一个实验内容,使学生们掌握了一系列相关的实验基本知识和测试、表征技术。

另外,对于逐步聚合反应机理实验,我们可以将经典的高分子合成化学中的“酚醛树脂的合成”实验扩展与延伸为以下实验内容:

- (1)首先由苯酚和甲醛在碱性催化下在 60~65℃ 温度范围合成出线性(甲阶或 A 阶)酚醛树脂,并留出少量样品进行分子量测定;
- (2)对上述合成的线性(甲阶或 A 阶)酚醛树脂升温至 70~75℃ 温度范围,制备出支链形(乙阶或 B 阶)酚醛树脂,然后加入十二烷基磺酸钠和聚乙烯醇,通过微悬浮聚合方法制备出酚醛树脂微球,并留出少量样品用马尔文激光粒度仪测试其粒度大小和分布;
- (3)对上述支链形(乙阶或 B 阶)酚醛树脂微球进行加热固化,即在 75℃ 烘箱内保温 12h 以上,得到固化后的体形(丙阶或 C 阶)酚醛树脂微球,可利用偏光显微镜观看较大微球的形貌和粒径;
- (4)将上述固化好的体形(丙阶或 C 阶)酚醛树脂微球颗粒,取少量样品,在氮气气氛下进行热重-差热分析,测试酚醛树脂微球在整个加热过程中热裂解变化情况。将其余的酚醛树脂微球置于微电脑控制的马弗炉中,在氮气保护下进行热裂解处理,可得到导电性能较好的热裂解碳材料(即导电聚并苯半导体材料, polyacenic semiconductor material, 简称 PAS)。可利用四探针法测试所制备的热裂解材料的电导

率,用傅里叶转换红外光谱仪(Fourier Transform-Infrared Spectroscopy,FTIR)和 X-射线衍射方法(X-Ray Diffraction, XRD)表征热裂解材料的结构,再用扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope, SEM)观察热裂解材料的形貌。

即通过类似上述一系列实验的整合,将整个高分子化学经典实验内容和高分子物理实验测试方法有机的结合起来,使学生们既真正掌握每一种材料的合成制备方法,又学会如何表征其化学结构和分析其性能,使学生牢牢掌握实验合成、分子量测定(或粒度测试)、化学结构表征及光、电、磁、热、力学等性能测试这一主线,从而整体提高研究生的分析问题、解决问题的科研能力。

总之,建国 70 年来,我国的高等教育得到了很大发展,但怎样使我国的高校由大变强,全面提高本科生尤其是研究生的综合实验动手能力,成为制约我国高等教育发展的一个最大瓶颈。这在上世纪七、八十年代,由于当时我国经济发展比较落后,高校仪器设备也比较缺乏,开展上述创新、整合实验内容有些牵强,而现在我国经济获得了巨大发展,各高校仪器设备都比较先进,使得上述创新型实验内容的实施完全具备了硬件条件,因此各高校研究生的实验内容改革与提升也具有了可能性,建议各高校因地制宜,在硬件设施匹配的前提下,可将高分子化学实验和高分子物理实验内容进行融合贯穿、纵深发展,进一步全面提高我国研究生的综合实验能力和科研能力,为早日实现中华民族的强国之梦而加倍努力。

参考文献:

- [1] George O. Principle of Polymerization. 4th ed. New York: John Wiley & Sons, Inc., 2004.
- [2] Flory P J. Principle of Polymer Chemistry. Ithaca, New York: Cornell University Press, 1953.
- [3] 冯新德. 高分子合成化学(上册). 北京:科学出版社,1981.
- [4] 潘祖仁,于在章,焦书科. 高分子化学. 北京:化学工业出版社,1986.
- [5] 林尚安. 高分子化学. 北京:科学出版社,1982.
- [6] 焦书科. 高分子化学. 北京:纺织工业出版社,1983.
- [7] 何曼君等,编著. 高分子物理. 上海:复旦大学出版社,1983.
- [8] 吴其晔,编著. 高分子物理学. 北京:高等教育出版社,2011.
- [9] 布劳恩,编,黄葆同,译. 聚合物合成与表征技术. 北京:科学出版社,1981.
- [10] E L 麦卡费里,著,蒋硕健,王盈康等,译. 高分子化学实验室制备,北京:科学出版社,1978.
- [11] W J 贝利,编,洪啸吟,冯汉保,译. 高分子合成,北京:科学出版社,1981.
- [12] 王存国. 高分子通报,2016,11:97~99.
- [13] 王存国. 大学化学,2016,31(10):39.
- [14] 王存国. 分子科学学报,2019,35(5):353.
- [15] 王存国. 山东化工,2020,49(8):244.

How to Improve the Research Ability of Graduate Students for the Field of Polymer Materials and Science-Based on the Two Classical Experiments of Polymer Chemistry

WANG Cun-guo*

(Key Laboratory of Rubber-plastics, Ministry of Education; Shandong Province Key Lab. of Rubber-plastics, Qingdao University of Science and Technology, Qingdao 266042, China)

Abstract: In the past 40 years, China's higher education has been greatly developed because of the reform and opening up. And the experimental instruments and equipment in colleges and universities have become more and more advanced and complete. However, the experimental content in colleges and universities still stays at the level of compilation in the 1980s and 1990s. Compared with the current development of science and technology as well as the experimental technology, our experimental content lags behind. Even more puzzling was the fact that some graduate students in engineering colleges have not yet set up higher experimental courses. Therefore, how to make the universities in our country from big to strong and so as to completely improve the comprehensive experimental ability and scientific research ability of graduate students has become the biggest bottleneck restricting the development of higher education in our country. In this paper, two classical synthesis experiments of polymer chemistry, free radical chain polymerization and step polymerization, are analyzed in detail. The integration of polymer chemistry experiment and polymer physics experiment is very important to improve the comprehensive experimental ability and research ability of college students, especially for the graduate students. So the students can firmly grasp the main line including experimental synthesis of polymer materials, molecular weight determination, chemical structure characterization and properties testing, et al. It is to make students master as many as possible knowledge such as viscosity method or gel permeation chromatography (GPC) method for molecular weight test, Malvin Laser instrument for particle size analyzer and particle size distribution test, infrared spectrometer and scanning electron microscope test methods, and the analysis methods of thermal properties, electrical properties and mechanics performance et al., so that the students can know the whole leopard over seeing a spot. At last, this paper could provide reference and promotion for comprehensively improving the experimental ability and scientific innovation ability of graduate students.

Key words: Research ability; Experimental teaching; Free radical polymerization; Step polymerization; Teaching reform