

基于专业认证背景的高分子材料专业综合实验教学实践

杨继年*,宣自月,崔 蓬,蒋汇仁

(安徽理工大学 材料科学与工程学院,淮南 232001)

摘要:基于专业认证中能力培养的导向,设计了一组创新型综合实验——“PLA/Fe₃O₄ 纳米复合材料的制备及微波发泡性能”。要求学生在认真分析选题、查阅文献资料并明确实验原理的前提下,设计并优化了实验方案,成功地制备了纳米粒子均匀分散且界面结合良好的 PLA/Fe₃O₄ 纳米复合材料,考察了其界面结合、分子量以及微波加热发泡能力。通过建立过程管理和结果考核相并重、能够贯穿整个实验进程的创新评价体系,充分调动了学生参与实验课程的主观能动性,同时能及时获取学生的反馈并制定相应的整改措施,提高最终实验教学质量,达到预期培养目标。

关键词:能力导向;实验教学;聚乳酸;原位聚合;微波发泡

引言

自 2016 年 6 月我国正式加入《华盛顿协议》,教育部制订了“面向世界,面向未来”的发展战略,着力在全国高校推动工程教育专业认证行动,体现了高等教育的发展方式开始由外延式规模扩张发展模式向内涵式质量提升为核心的转变,促进了高等教育人才市场的供求关系由高校主导供给向用人单位需求驱动的发展^[1]。工程教育专业认证主要是从专业课程体系设置、师资队伍配备、教学条件、能力培养等多个方面,围绕工科专业毕业生的“能力达成度”这一核心任务展开^[2],其目标是确认毕业学生达到行业认可的既定质量标准,是一种基于能力导向的认证标准。因此,在专业认证背景下的教学体系中,要以学生为中心,强调学生能力和发展成效导向,注重学生工程实践能力的提升,培养学生具有深厚的发现、分析和解决复杂工程问题的能力^[3]。

在高校课程教学体系中,通过足够的理论教学能够使学生掌握全面扎实的理论知识,建立具有完整体系的理论知识背景,而将理论知识转化成分析和解决实际问题的能力则需要经由丰富的实践课程训练来完成。在多年的实验教学实践中,越来越多地高校认识到传统的基础实验和专业实验课程中存在的不足,并根据专业特点开设形式多样的综合实验课程,提出了“综合实验周”理念^[4]:即在一定时间段内集中精力完成特定实验项目,通过项目选题、分组讨论、方案制定、过程实施、结果分析以及报告撰写等一系列过程的训练来沟通专业课程的理论知识,串联基础实验和专业实验中零散的实验技能,验证在生产实践中获取的现场经验,同时为后续的毕业论文(设计)环节奠定良好的基础^[5,6]。目前,综合实验周教学模式已成为工科专业教学计划的重要组成部分并颇受诸多院校的重视。基于专业认证背景中的能力培养导向,综合实验周的实验内容不能是基础性实验的简单叠加,要引入具有探索性、开放性和可行性为特征的创新型实验^[7]。尽管此类实验对实验内容的设计和实验人员的要求颇高,但其对于提高学生的综合能力大有裨益。

10.14028/j.cnki.1003-3726.2019.05.010

收稿:2018-07-14;修回:2018-12-17;

基金项目:国家自然科学基金(51775001),安徽省大学生创新创业训练计划项目(201710361248),安徽省博士后研究人員科研項目(2014B006),安徽理工大学国家自然(社会)科学基金預研項目(2016yz003);

* 通讯联系人:杨继年,男,博士,副教授,研究方向为高性能聚合物复合材料/纳米材料。E-mail: yangjinian@163.com.

1 创新型综合实验的教学目标

本文针对高分子材料专业,结合所承担的科研项目,尝试设计了一组能够打破课程间界限并集合多课程知识点的创新型综合实验,以此来促进学生融合课程中的相关知识点和训练其理论思考和实践解决问题的能力。对照工程专业认证标准,明确了实验课程需要覆盖的能力要求,确定该创新型综合实验课程的教学目标需覆盖能力要求指标点:

- (1)掌握高分子合成和材料复合试验中所用到的仪器和加工设备的,能选用或搭建试验装置,采用科学方法,安全开展试验;熟悉常用实验药品和试剂的基本性质和用途,学会根据目标产物的要求进行配方的调整和优化,学会配方和反应历程的设计;能够基于高分子材料与工程专业理论,根据对象特征,选择合适的研究路线、设计可行的试验方案。
- (2)通过创新性综合实验能够正确表达一个高分子材料与工程问题的综合解决方案;能将数学、自然科学、工程基础和专业知识运用到高分子材料合成、加工及改性复杂工程问题的恰当表述之中;能认识到解决问题有多种方案可选择,并通过查询分析文献寻求可替代的解决方案;能运用基本原理分析高分子材料与工程相关科学问题的影响因素,证实解决方案的合理性和可行性。
- (3)能够采用正确的试验方法并选择合适的现代工具,检测、分析和鉴定材料特性;能够正确采集、整理实验数据,对试验结果进行关联、建模、分析处理,获取合理有效的结论;通过团队协作完成试验项目,增强交流和沟通能力,能够胜任团队成员的角色和责任,能够独立完成团队分配的任务;能够正确用图纸、报告或实物等形式,呈现设计成果。

2 创新型综合实验的教学内容与实施

聚乳酸(PLA)是一种人工合成的生物高分子材料,具有原料来源的可再生性、良好的生物相容性以及可完全生物降解的特性,在生物医药领域颇受关注。然而,PLA 具有脂肪族聚酯结构,在特定的热加工过程中,如发泡成形,容易遭受热以及强剪切作用而导致降解,使材料的力学性能下降。考虑到微波辐照具有加热效率高、温度场均匀、热梯度小等特性,若能利用微波加热制备 PLA 发泡材料将会大幅缩短加热时间而能更好地保持该类材料的力学性能。本文提出并设计了在 PLA 基体中引入四氧化三铁(Fe_3O_4)纳米粒子作为微波吸收剂,通过原位熔融聚合制备 PLA/ Fe_3O_4 纳米复合材料,而后利用微波加热进行发泡应用的创新型综合实验——“PLA/ Fe_3O_4 纳米复合材料的制备及微波发泡性能”。

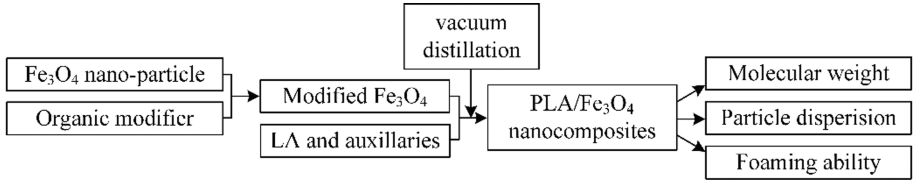


图 1 实验过程流程图

Figure 1 Schematic drawing of the experimental process

首先要求学生认真分析选题,并从中提取出关键信息,仔细查阅相关参考文献,设计并提出实验的实施路线,掌握 PLA 原位熔融聚合的基本原理,明确各部分的研究对象和分析方法,及对后续实验环节的影响。在实验教师的指导下,经过充分讨论后,最终制定并完善实验方案如图 1 所示。该实验关键之处是解决 Fe_3O_4 纳米粒子在 PLA 基体中的均匀分散的问题,基本思路是首先利用有机改性剂对 Fe_3O_4 纳米粒子进行表面修饰后,与小分子乳酸(LA)及其它助剂进行混合均匀,通过高温减压蒸馏法使 LA 聚合得到 PLA,并对所得产物的结果和性能进行表征。实验指导老师对将要进行的实验内容进行归纳、总结,进一步讲解熔融缩聚制备 PLA/ Fe_3O_4 纳米复合材料,以及微波加热发泡成形的基本原理,最后要求

学生在总结实验结果的基础上,认真分析并讨论相关反应机理,正确撰写实验报告。

实验的实施过程分为三个主要部分,包括纳米粒子的表面改性、高分子材料的原位聚合、复合材料的发泡成形,涉及到材料的表面性能、高分子材料的制备、材料的物理性能分析和仪器测试与分析等多方面的知识点。具体的实验方案包括以下三个部分:

(1) Fe_3O_4 纳米粒子的表面改性 Fe_3O_4 的比表面积大且具有磁性,通常难以在聚合物基体中均匀分散,需要进行表面改性。鉴于 LA 的分子结构中带有羟基和羧基等活性基团,在一定条件下能够与羟基、氨基等官能团进行反应,形成强烈的界面结合,实验中制定了三种改性策略,一是用硅烷偶联剂 γ -氨丙基三乙氧基硅烷 (APTES) 对原始 Fe_3O_4 纳米粒子 ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M0}$) 进行湿法处理,得到改性产物 1,记为 $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M1}^{[8]}$;二是用 LA 单体对 $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M0}$ 进行接枝改性,得到改性产物 2,记为 $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M2}^{[9]}$;三是对 $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M1}$ 再进行接枝改性,得到改性产物 3,记为 $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M3}$ 。记录改性前后纳米粒子的颜色变化,用扫描电镜 (SEM) 观察纳米粒子的微观形貌,用能谱 (EDS) 和红外光谱 (FT-IR) 探测纳米粒子的表面成分和官能团的变化。

(2) 用原位熔融制备 PLA/ Fe_3O_4 纳米复合材料 用偏光显微镜比较不同的 Fe_3O_4 纳米粒子在 PLA 基体中的分散,用 SEM 观察两者之间的界面结合状况,用凝胶色谱法 (GPC) 测试 PLA 的分子量大小及分布。

(3) 微波加热发泡成形 用液氮将复合材料深冷并粉碎后,与发泡剂偶氮二甲酰胺均匀混合,用微波进行加热发泡成形,用 SEM 观察泡孔形貌,并统计泡孔尺寸和分布。

依据上述实验方案,将一个班级的学生分为 3 大组,每组 12 人,分别完成一种纳米 Fe_3O_4 的改性实验及后续的原位聚合、发泡成形等工作,并观察、辅助其他实验组的实验。实验过程中,将每大组分为 4 个小组,每小组 3 人,对以上任务进行适当分解后布置给相应小组,要求各小组内学生相互协作,按要求、高质量完成实验任务。为了保证实验结果的准确性,同时也为了尽可能锻炼每个学生的动手能力和增加相互协作的科研氛围,要求每个小组实验都要重复进行三次或以上,不同小组之间进行交叉实验验证,尽可能地避免实验过程中的误操作导致错误的结果。

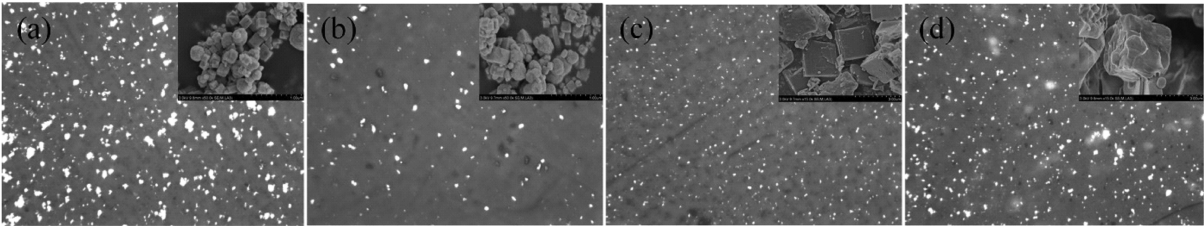


图 2 纳米粒子在基体中的分布 POM 图(400 $\times$)和表面形貌 SEM 图:
(a) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M0}$, (b) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M1}$, (c) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M2}$, (d) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M3}$

Figure 2 POM pictures for nanoparticles in the matrix (400 $\times$) and SEM micrographs of surface morphologies:
(a) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M0}$, (b) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M1}$, (c) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M2}$, (d) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M3}$

基于实验过程中所观察到的现象和呈现的实验结果(部分示于图 2 和图 3),各小组学生通过查阅相关参考文献和专业书籍,正确处理实验数据,并经过深入分析和讨论,最终得到以下结论:

(1) 改性后 Fe_3O_4 的颜色由黑色变为褐色和浅灰色,主要是由于接枝过程中发生了奥斯瓦尔德熟化,即在高温下较小的纳米粒子发生溶解并再次沉积到较大颗粒的表面,形成片层堆砌结构;

(2) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M2}$ 在 PLA 基体中的分散最为均匀,表明 LA 的接枝改性的效果最佳,其与基体之间形成了紧密的界面结合;

(3) PLA 的重均分子量 (M_w) 为 1.84×10^5 g/mol,数均分子量 (M_n) 为 4.87×10^4 g/mol,多分散性指数 $\text{PDI}=3.78$,由于实验过程中的真空度不够而影响了 LA 的聚合效果,PLA 中仍存在相当比例的低

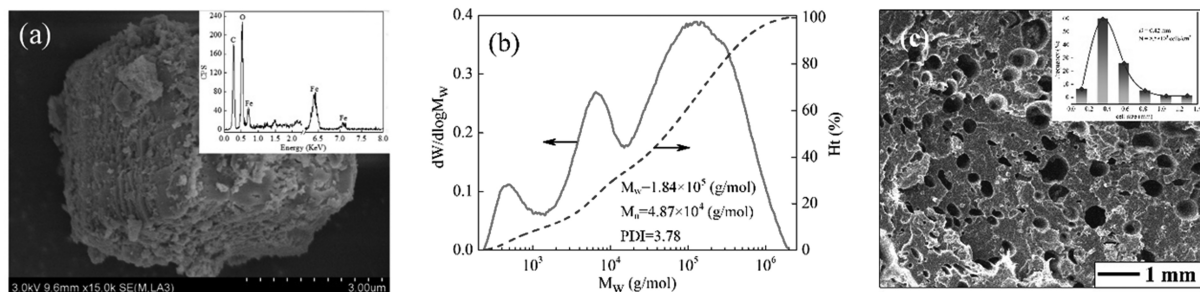


图3 (a) 萃取后 $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M2}$ 的 SEM 图, (b) PLA 的分子量及分布, (c) PLA/ $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M2}$ 复合材料的孔结构及孔径分布
Figure 3 (a) SEM picture of extracted $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M2}$, (b) Molecular weight and the distribution for PLA and
(c) Cellular structure and cell size distribution for PLA/ $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-M2}$ composites

聚物;

(4) PLA/ Fe_3O_4 复合材料能够通过微波辐照进行发泡成形, 泡孔尺寸呈正态分布, 平均孔径(D)为 0.42mm, 泡孔密度(N)为 $8.5 \times 10^4 \text{ cells/cm}^3$ 。

3 创新性综合实验的考核内容和方式

考核是用于检验实验教学效果的必要手段和形式, 也是教学过程的重要组成部分。基于工程教育专业认证背景设计的高分子材料专业综合实验, 能够融合多门基础课和专业课的知识点, 在考核方式上应灵活运用多种形式, 考核内容应贯穿于整个实验教学过程之中, 通过及时反馈学生的学习效果来调控教学活动, 因而宜采用过程管理和结果考核相并重的模式。基于专业认证的目标达成度要求, 本次综合实验在考核中加入了更为具体的过程考核表(见表1), 其中的考核内容对应了该实验课程支撑度高的5个毕业要求指标点, 采用成绩累加的方式, 总成绩为100分。其中“分析实验选题, 提出实验方案”部分占30分, 对应“问题分析”和“设计/开发”两个能力达成指标, 主要考察学生就一个具体的工程问题给出解决方案的能力, 包括分析问题的关键信息, 收集并分析国内外文献资料, 提出实施方案并佐证其合理性和可行性等; “实验实施过程的综合表现”部分占50分, 对应“研究”和“个人与团队”两个能力达成指标, 主要考察学生以个人和团队的形式, 通过合理的实验方法并借助现代分析工具来解决具体工程问题的能力, 包括正确运用基本原理、理论和基础实验技能, 掌握现代仪器和设备, 提升个人实验技巧和展现团队协作精神等; “实验报告的撰写”部分占20分, 对应“沟通”能力达成指标, 主要考察学生能正确、规范撰写工程技术报告和进行专业技术沟通的能力, 包括实验数据的处理、逻辑分析、文字组织、基础理论和基本原理的正确运用等。

通过实施以上考核程序能够最大限度地考察学生利用专业知识解决实践问题的综合能力, 避免了以往根据实验报告的撰写质量给成绩的片面性。在考核过程中, 指导教师可以及时收集和分析学生的反馈信息, 准确地发现动态教学过程中的不足, 并通过针对性的整改措施来保证每一个教学环节的实施效果, 提高最终的实验教学质量, 达到预期的教学目的。同时, 这种贯穿整个实验进程的考核方式也能够加强学生参与实验的主观能动性, 在一定程度上能够强化学生的专业认同感, 并消除其对本科阶段最为重要的实践环节——毕业论文(设计)的恐惧心理。

4 小结

本文设计的高分子专业综合实验集合了有机化学、高分子化学、高分子物理、材料的表界面、高分子材料加工原理、复合材料学以及现代测试与分析技术等诸多理论课程的知识点, 此实验为学生建立了从分散独立的实验向综合性、系统性实验平台的转变, 通过对问题提出、方案设计、实施过程和结果考核等

表 1 创新型综合实验考核内容

Table 1 Evaluation contents of the innovational integrated experiments

序号	毕业要求	对应的指标点	考核内容	分数
1	问题分析	能运用基本原理分析高分子材料与工程相关科学问题的影响因素,提出解决方案的初步思路。	运用基础知识和理论,分析实验选题,提出实验思路	10
2	设计/开发	能基于高分子材料与工程专业理论,根据对象特征,选择合适的研究路线、设计可行的试验方案并论证其合理性。	设计实验方案,论证其合理性和可行性	20
3	研究	能正确采集、整理试验数据,对试验结果进行关联、建模、分析处理,获取合理有效的结论。	对照实验方案和目标,推动实验进程	40
4	个人与团队	能够胜任团队成员的角色和责任,能够独立完成团队分配的任务。	实验过程中在小组内的表现	10
5	沟通	能够正确用图纸、报告或实物等形式,呈现高分子材料与工程方向的报告和设计文稿。	实验报告的撰写,现场答辩考核	20

整个过程的完成,可以促进学生完成各课程的串联,融会贯通所学理论,建立起坚实的专业知识背景,提高学生的专业技能和解决实践问题的能力、知识创新能力、团队协作和进行专业沟通的能力等,并最终达到提高学生综合素质的目的。通过近几年我校高分子专业本科生(2011~2014 级)的实验教学实践和效果反馈,证实了此类创新型综合实验的实施过程和考核模式能够极大地调动学生参与实验课程的热情,加强学生对高分子专业的认同感,极大地激发学生的参与科研工作的热情,更为重要的是强化了相当比例的学生攻读更高学位并从事科研的信念。

参考文献:

[1] 武承林,韩德满,何冰晶,王庆丰. 高分子通报, 2017, 7: 74~77.

[2] 蒋姗,杨燕,丁永红,姜彦,张洪文. 高分子通报, 2017, 5: 76~80.

[3] 林健. 高等工程教育研究, 2016, 5: 17~26.

[4] 王章忠,皮锦红,巴志新. 南京工程学院学报(社会科学版), 2007, 7(1): 37~40.

[5] 巴志新,王章忠,蔡璐. 中国冶金教育, 2009, 3: 34~36.

[6] 章晓波,巴志新,王章忠. 中国电力教育, 2014, 14: 162~163.

[7] 王新平,杨菊萍,张丽,张伟,叶鹏. 高分子通报, 2010, 7: 97~102.

[8] Cheng G, Tong B, Tang Z, Yu X, Wang H, Ding G. Appl Surf Sci, 2014, 313(18): 954~ 960.

[9] Yan SF, Yin JB, Yang Y, Dai Z, Ma J, Chen X. Polymer, 2007, 48(6): 1688~1694.

[10] Xu Q, Kennedy JF, Liu LJ. Carbohydr Polym, 2008, 72(1): 113~121.

[11] Chen L, Qiu XY, Deng MX, Hong ZK, Luo R, Chen XS, Jiang XB. Polymer, 2005, 46(15): 5723~5729.

Teaching Exploration of the Comprehensive Experiments of Polymer Materials Based on Engineering Education Accreditation

YANG Ji-nian* , XUAN Zi-yue, CUI Peng, JIANG Hui-ren

(School of Material Science and Technology, Anhui University of Science and Technology, Huainan 232001, China)

Abstract: With the guidance of the competency-based training of engineering education accreditation, a set of innovative and comprehensive experiments, which was named the fabrication of poly (lactic acid)/ferriiferous oxide (PLA/Fe₃O₄) nanocomposites and its microwave-assisted foaming ability, were proposed. On the bases of students' understanding of the topic, consulting the literature and preparing the essential principles, the optimized experimental routes were drawn properly. The PLA/Fe₃O₄ nanocomposites characterized by uniform dispersed particles and well-bonded interfaces were fabricated successfully, and then investigations on interface structure, molecular weight as well as microwave-assisted foamability of the composites were carried out. To promote the subjective activity of students participating in the experimental courses, a novel evaluation system, which is combined by process management and result assessment and concerning every step of the whole experiments, has been established. On the other hand, the proper corrective actions could also be made according to feedback from the students, finally improving the qualities of experimental teaching and achieving the expected training targets.

Key words: Competence oriented; Experimental teaching; Poly (lactic acid); In-situ polymerization; Microwave-assisted foaming