



在《高分子物理综合实验》中开展探索性实验 ——以“无卤阻燃环氧树脂的制备与性能研究”为例

赵 颖*, 蒋智杰, 刘述梅, 赵建青

(华南理工大学 材料科学与工程学院 高分子材料科学与工程系, 广州 510641)

摘要: 鉴于高分子材料的无卤阻燃技术的重要性以及环氧树脂在材料领域中的广泛应用, 本文将探讨“无卤阻燃环氧树脂的制备与性能研究”这一探索性实验项目的设计与实施方法: 提取 NSFC-广东联合基金项目——“无卤阻燃环氧树脂的制备与性能研究”中能够体现学术研究价值的内容, 将其进行系统化和专业化的设计与转化, 形成内容完善的探索性实验项目, 该项目的实验内容主要涉及无卤阻燃环氧树脂的制备及其热性能、力学性能、阻燃性能和阻燃机理的研究; 在项目实施过程中, 推行实验室开放共享的运行机制, 学生根据自身兴趣选择具体的研究内容开展探索性实验, 通过激发学生们的内在学习动力, 帮助其提升专业素养和树立创新意识。

关键词: 高分子物理综合实验; 探索性实验; 教学改革; 无卤阻燃环氧树脂

传统实验教学项目以验证型为主, 学生很容易通过既定的操作流程验证实验结果和得到理想的产品, 虽然学生的基本操作技能得到了训练, 但是明确的实验结果留给学生思考和发挥创造力的余地非常有限^[1~3], 没有突出学生的主体学习地位^[4], 不能有效地培养其综合能力。为了进一步提高学生的工程素养和创新能力, 应以充分调动学生主观能动性为突破口, 调整实验课的教学方式和教学内容, 引导学生采用科学的思维方式探索某个方面或某个领域的未知问题^[5,6]。

为切实提高本科生实践和创新能力, 我校积极探索科研与教学融合, 深化实验教学内容和体系改革, 从 2014 年起持续开展探索性实验项目的建设。探索性实验属于较高层次认知水平的实验, 可由学生自主立题和设计, 因此学生的参与度更高^[7]。在本科实验教学改革过程中利用探索性实验逐步引入高分子材料与工程专业领域中最新的研究热点与研究方法, 让学生在原先学到的知识基础上, 自行更新新知识、新理论, 从而解决实验中遇到的问题。通过探索性实验教学中所采用的这种科学的思维训练方式, 能有效地帮助学生树立创新意识和培养创新精神。

1 探索性实验项目的内容框架

鉴于高分子材料的无卤阻燃技术的重要性以及环氧树脂在材料领域中的广泛应用, 引入“无卤阻燃环氧树脂的制备与性能研究”这一探索性实验项目对扩展本科生的视野, 提高本科生的创新能力和工程素养具有十分重要的实践意义。由于 NSFC-广东联合基金项目——“无卤阻燃环氧树脂的制备与性能研究”中的研究内容很多, 涉及的高分子化学知识和高分子物理知识非常广泛, 因此把该基金项目转化为探

10.14028/j.cnki.1003-3726.2019.08.009

收稿: 2019-04-23; 修回: 2019-06-17;

基金项目: 华南理工大学探索性实验项目(2019), 华南理工大学教研教改项目(2019), 华南理工大学探索性实验项目(2017), 华南理工大学教研教改项目(2017), 华南理工大学中央高校面上项目(D214150w), NSFC-广东联合基金项目(U1201243), 华南理工大学高教基金项目(gj2015001);

* **通讯联系人:** 赵颖(1982-), 女, 博士, 实验师, 主要从事高分子材料的合成、改性与加工方面的教学与科研工作。E-mail: msyzhao@scut.edu.cn.

索性实验项目的过程中,须将其中能体现学术研究价值的内容系统化地提取出来,通过专业化的设计将其转化为探索性实验项目,确保学生们完成研究内容后能够获得系统性的锻炼,建立关于环氧树脂无卤阻燃技术的知识框架。

为了制备综合性能优异的无卤阻燃环氧树脂,应建立环氧树脂化学组成、链结构与材料性能之间的关系,在阻燃效果与材料的性能之间进行平衡。因此,通常会涉及以下三方面的研究内容:

(1)阻燃元素的引入对环氧树脂的固化动力学有显著影响,进而会影响环氧树脂固化物的链结构与最终性能,因此需要研究环氧树脂的固化动力学,优化环氧树脂的固化工艺;

(2)探索环氧树脂的化学组成和链结构对材料使用性能的影响,揭示环氧树脂的热性能、阻燃性能的变化规律和调控手段;

(3)研究磷系阻燃剂的阻燃机理(或磷与其他元素的协效阻燃机理)与阻燃性能,探寻提高阻燃效率且同时降低磷含量的有效途径。

基于此,本探索性实验项目根据具体研究内容可以划分为四个内容不同的实验项目:

(A)无卤阻燃环氧树脂固化物的制备;

(B)无卤阻燃环氧树脂固化物的热性能研究;

(C)无卤阻燃环氧树脂固化物的力学性能研究;

(D)无卤阻燃环氧树脂固化物的阻燃性能与阻燃机理研究。

以上述知识点为核心开展探索性实验项目能很好地结合高分子化学与高分子物理知识,形成综合性和探索性的实验项目。

本探索性实验项目以“无卤阻燃环氧树脂的制备与性能研究”为大的框架,拥有相当大的灵活性,学生可以选择热性能、力学性能或阻燃性能作为研究主题。因此,在项目设置过程中,实验分项目 A“无卤阻燃环氧树脂固化物的制备”为必选项,而实验分项目 B~D 可以由学生自行选择。通过这种设置,有助于激发本科生的主观能动性,通过自我更新专业知识体系,并将其付诸实践解决探索性实验项目中的问题。

2 探索性实验项目的实验设计

根据实验项目的内容设计,学生将从无卤阻燃环氧树脂的制备出发,通过相应的仪器检测和分析技术,掌握无卤阻燃环氧树脂结构与性能的关系。

2.1 无卤阻燃环氧树脂固化物的制备

在无卤阻燃环氧树脂固化物的制备中,无卤阻燃环氧树脂的制备原料包括环氧树脂、固化剂、阻燃剂三种。为达到优化阻燃效果和提高阻燃环氧固化物使用性能的目的,本实验项目所依托的基金项目中的环氧树脂预聚物、固化物或阻燃剂通常具有定制的复杂的化学结构,其中高分子化学合成占据重要的实验内容,为了简化实验内容使其更适合开展本科实验教学,因此将其中的自制环氧预聚体、阻燃剂和固化剂用较为容易获得的原料直接代替。例如,环氧预聚体采用 E51 环氧树脂,固化剂采用二氨基二苯基甲烷(DDM),阻燃剂可选用添加型阻燃剂如 9,10-二氢-9-氧杂-10-磷杂菲-10-氧化物(DOPO),具体结构式如图 1 所示。

2.2 无卤阻燃环氧树脂固化物的性能研究

探索性实验项目的开展应依托于实验教学中心的现有条件,在后续是无卤阻燃环氧树脂的性能研究中可以利用的测试仪器和分析方法如下:

(1)热性能研究:采用差示扫描量热仪和热重分析仪检测环氧树脂固化物的玻璃化转变温度以及热稳定性与组分之间的关系;

(2)阻燃性能和阻燃机理的研究:采用同步热分析-红外联用仪、锥形量热仪分析无卤阻燃环氧树脂

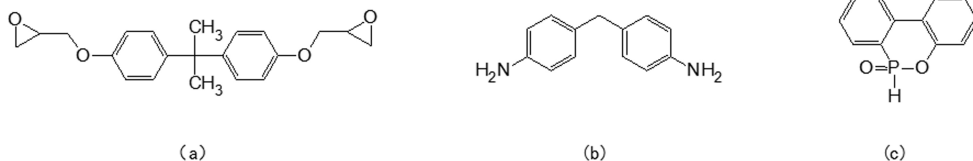


图 1 环氧树脂合成原料的化学结构式

(a) 双酚 A 二缩水甘油醚 (DGEBA); (b) 4,4'-二氨基二苯基甲烷 (DDM);

(c) 9,10-二氢-9-氧杂-10-磷杂菲-10-氧化物 (DOPO)

Figure 1 Chemical structural formulas of epoxy resin raw materials

(a) Bisphenol A diglycidyl ether (DGEBA); (b) 4,4'-Diaminodiphenylmethane (DDM);

(c) 9,10-Dihydro-9-oxa-10-phosphaphenanthrene-10-oxide (DOPO)

固化物的热降解机理和阻燃机理,或采用氧指数分析仪和水平垂直燃烧分析仪研究其阻燃性能;

(3) 力学性能研究:采用动态机械分析仪分析环氧树脂固化物的储能模量、损耗模量以及损耗因子的变化规律,或采用万能拉力试验机测定其拉伸、断裂、变形率等力学指标。

无卤阻燃环氧树脂固化物的性能研究这一部分,学生们可以自行选择具体的研究主题,从感兴趣的领域切入研究材料结构与相关性能的关系,完成实验内容后,学生可以掌握多种仪器的测试原理和测试方法,开阔对仪器检测方法的认知视野,结合物性分析则能加深对材料的结构与性能关系的理解,有助于他们完善高分子物理的知识结构体系。

3 探索性实验项目的实施方案

根据高分子材料与工程专业本科专业的培养计划,学生是在完成有机化学、分析化学等基础化学和高分子化学理论及实验课的学习后,才进入高分子物理综合实验的学习阶段。此时,学生们已经学习了高分子的合成与结构表征的相关知识,这有利于学生们在探索性实验项目中理解和掌握可能涉及到的用于表征结构与性能的不同方法与手段。探索性实验项目中综合了高分子化学和高分子物理知识,这不仅有助于学生掌握一整套较为完整的高分子材料制备与性能研究的实验方案设计,更有利于学生进行科学的思维锻炼,融会贯通高分子学科专业知识,而不仅仅是单独地完成一个实验、撰写一份实验报告。基于这一理念,结合本科教学特点,我们把探索性实验分为几个阶段进行,具体实施方案如图 2 所示。

(1) 第一阶段:学生可以自由组队,形成 2~3 人的学习小组,经过小组讨论选定具体的研究主题后,首先进行相关的文献调研,了解环氧树脂无卤阻燃技术的研究背景和研究方法,再在教师的引导下根据自己选择的相关性能的研究内容,进一步设计可行的研究方案。该研究方案应围绕无卤阻燃环氧树脂的制备工艺(包括固化配方和固化条件等)以及性能研究(可以从热性能、力学性能以及阻燃性能或阻燃机理三个方面入手)而展开。教师可以开展课堂讨论的方式,让学生以 PPT 的形式展示自己的实验设计方案,并作口头汇报,促进学生之间与师生之间的交流。

这一阶段,通过引导本科生独立地进行文献检索、实验方案设计以及开展小组汇报,能有效提高学生文献检索、独立思考和分析问题的能力,有助于他们形成创新性思维。

(2) 第二阶段:学生根据实验方案提前与实验教学中心预约设备和场地,便于其开展探索性实验。这一阶段,学生首先根据自己的实验方案,制备不同配方的无卤阻燃环氧树脂,然后开展无卤阻燃环氧树脂相关性能的研究。在进行实验项目的实操过程中,学生应认真观察实验现象,详细记录实验数据;在阶段性的实验结束后,再对数据进行分析与处理,撰写实验报告。在此过程中,教师应注意培养学生良好的操作习惯,尤其帮助其掌握影响实验成败的相关因素,并向学生普及实验项目所涉及到的材料表征技术的基本原理和仪器使用方法。通过这一阶段的训练,能有效提高学生动手实践的能力,以及利用高分子学科知识综合分析问题和解决问题的能力。

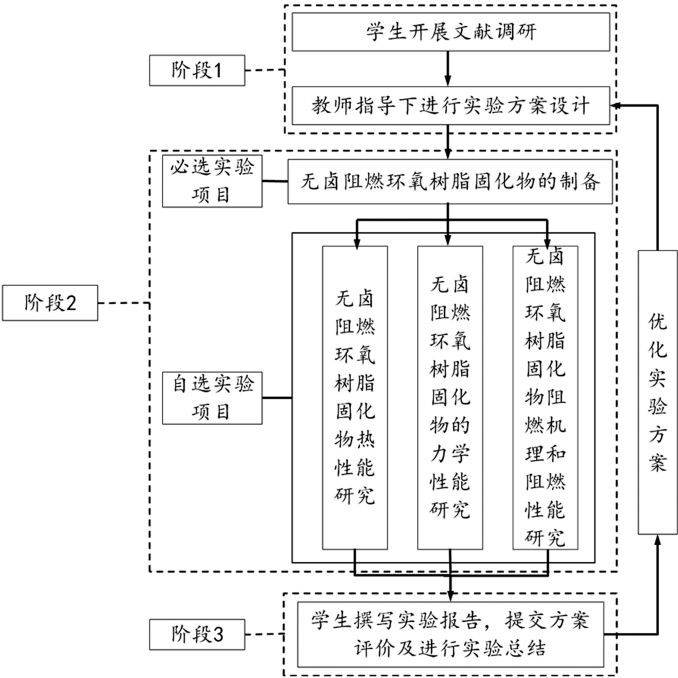


图 2 总体实验方案示意图

Figure 2 Schematic diagram of overall experimental plan

(3)第三阶段:在完成所有的实验内容后,学生进行实验总结和实验报告的撰写。通过分析最终的实验结果,学生可以检验其实验方案的可行性,并从研究思路、实验方案设计、实验操作和实验现象等方面,撰写探索性实验的自评报告,最后通过小组汇报的形式进行交流,培养学生良好的思维能力和表达能力;最后撰写完整的实验报告。

4 实验教学实践与成效

本探索性实验项目既涵盖了高分子物理的知识又涉及到高分子化学知识,经过慎重考虑,我们依然在探索性实验项目中引入环氧树脂制备这部分内容,因为环氧树脂力学性能测试时需要制备一定尺寸的样条才能精准地测量其力学性能,而环氧树脂的固化过程既发生了高分子化学反应——固化交联反应,同时又是其成型过程,只要设计好固化使用的模具,就可以将制备的样条直接用于力学性能测试,因而教学过程中让学生参与环氧树脂的制备过程,有助于其掌握后续的结构与性能的高分子物理知识。

探索性实验项目的实施本身是一个将较为前沿的科研内容转化为教学内容的尝试,在教学改革的过程中,必然会不断调整和改进,使其更加符合《高分子物理综合实验》的专业性定位。目前已在《高分子物理综合实验》中开展了涵盖本探索性实验部分内容的“聚合物的热分析”和“聚合物力学性能的测试”的实验项目,根据学生对本实验课程的教学评价,引入系统的实验教学内容有助于其更为深入地掌握高分子物理知识,因此我们会继续面向本科生开展其他备选的实验项目,并继续跟踪教学成效。

5 结语

“无卤阻燃环氧树脂的制备与性能研究”探索性实验项目是通过简化已结题的基金项目中的研究内容,将其中最重要的研究方法提取出来进行实验内容改编而成的。该实验项目立足于实际应用,学生们在学习掌握环氧树脂的无卤阻燃改性技术的过程中,可以自由选择感兴趣的研究领域,依据合理的实验方案设计开展实验,建立无卤阻燃环氧树脂结构与性能的关系。通过文献检索、实验方案设计、高分子材

料的制备与性能研究等不同阶段的锻炼,学生能有效提高文献检索和独立思考的能力,将已经学到的理论知识融会贯通,付诸实践,并进一步自我更新知识体系。通过这样教学方式,能有效地发挥学生的主观能动性,帮助他们树立创新意识和培养创新能力。

参考文献:

[1] 孙德帅,张晓东,刘馨,栾吉梅. 化学教育,2014,12:17~19.
[2] 石开云,邹晓川. 化学教育,2016,16:34~42.
[3] 赵颖,罗美香,蒋智杰,姜蕾,张安强,吴水珠. 高分子通报,2016,6:90~94.
[4] 赵颖,罗美香,张安强,吴水珠. 高分子通报,2018,5:99~104.
[5] 黄浩,周欣然,唐波,杜奕. 高分子通报,2018,4:100~105.
[6] 王仕峰,潘三水,张勇,李嘉曦,李航. 高分子通报,2017,2:84~87.
[7] 邓晓燕,高红霞,黄道平,孙宗海,袁薇. 实验室研究与探索,2018,3:203~205,271.

Exploratory Experimental Teaching Design in the Teaching Practice of
Polymer Physics Experiment—with the Case Study from “Preparation
and Performance Research of Halogen-free Flame Retardant Epoxy Resin”

ZHAO Ying* , JIANG Zhi-jie, LIU Shu-mei, ZHAO Jian-qing

(College of Material Science and Engineering , South China University of Technology , Guangzhou 510641, China)

Abstract:It is one of the key development directions of experimental teaching reform to combine the latest research hotspots in the field of specialty with undergraduate teaching. Through systematic and specialized design, exploratory experimental projects can be transformed by extracting content that reflects the value of academic research from recently finalized fund projects, which is beneficial to cultivate innovative ability of undergraduate students. In view of the importance of halogen-free flame retardant technology of polymer materials and the wide application of epoxy resins, this paper will discuss the design and implementation method of the exploratory experimental project entitled " Preparation and Performance Research of Halogen-free Flame Retardant Epoxy Resin".

Key words: Polymer physics experiment; Exploratory experiment; Teaching reform; Halogen-free flame retardant epoxy resin