

多样化高分子专业大综合实验改革探索研究

施燕琴,马 猛,陈 思,吴波震,王 旭*

(浙江工业大学,材料科学与工程学院,杭州 310014)

摘要:论述了高分子专业大综合实验的现状和存在的问题,以及多样化高分子专业大综合实验改革的必要性和重要性。结合本校该专业实际情况,设计并实施了一例多样化高分子专业大综合实验。案例实施结果表明,多样化高分子专业大综合实验让学生在比较中理解多种不同的高分子材料及其加工工艺,以及弹性体、填料对不同聚合物多种性能的影响规律。同时,掌握了多种高端科研仪器设备的原理及其使用方法。本改革方案更加全面地强化了学生对各种理论知识的理解,进一步提高了学生的动手能力、科学研究能力和解决问题的能力,为后续的毕业环节和工作奠定了坚实的理论和实践基础。此外,根据本文理念和实施案例,以及不同学校该专业的特色和实验课时对高分子专业大综合实验进行多样化改革,在培养优质高分子专业本科毕业生的同时,可形成各学校特色鲜明的高分子专业大综合实验课程。

关键词:多样化; 高分子; 专业大综合实验; 改革

1 高分子专业大综合实验的现状存在的问题

高分子材料科学与工程是一门系统的、实用的、实验性较强的专业^[1]。学好高分子材料不仅需要具备全面扎实的理论基础知识,而且必须拥有良好的动手实践能力、分析探索能力。动手能力和探索能力的培养主要通过实践课程来实现,实践课程主要有生产实习、基础实验、专业大实验、毕业环节等。专业大实验是指实验内容涉及本专业的综合知识或与本专业相关课程知识的实验^[2],是在基础实验的基础上培养学生专业能力的重要环节,为后续的毕业环节奠定基础,具有重要的承上启下作用^[3]。

高分子专业大综合实验以专业特色为基础^[4],一般包含配方设计、样品制备、动手操作、分析测试、报告撰写等相关环节,结合聚合物材料、聚合物合成、聚合物改性原理、聚合物助剂、聚合物加工工艺学、材料分析测试技术等多门课程的理论知识,强化专业知识的理解和应用,提高学生动手能力、分析问题和解决问题的能力,是高分子专业本科生工程化训练的重要课程。高分子专业大综合实验一般采用研究型方式,探索原料组成、工艺等与性能之间的内在联系,培养学生的科学探索精神、科学研究思维和科学研究方法。高分子专业大综合实验对培养高层次、实践型等适应社会需求的高分子专业毕业生具有重要的推动作用。

目前,高分子专业大综合实验一般是所有学生采用一种基体材料,一种配方,一种工艺制备样品,然后采用实验教学设备测试相关性能。其存在的问题是:(1)基体材料种类单一。学生通过专业大实验,了解并深入认知了本实验相关材料,但对于实验未涉及的材料仍仅限于理论知识。虽然,部分学者认为通过单一的实验原料可以让学生融会贯通,进而掌握其它高分子材料。但由于高分子材料种类和性能的多样化,相互之间没有类推关系,无法从一种材料的认知得到对另一种材料的理解。例如,聚丙烯具有良好的结晶性、较好的韧性,但聚甲基丙烯酸甲酯则无结晶性,且材料性能较脆,两者加工温度、加工方式差异较大。学会了一种材料的知识和研究方法,并不能使其掌握另一种性能相差较大的材料的知识和研究方法;(2)测试设备精度不高且项目有限,与今后科研、工作相关设备相脱节。目前,高校普遍存在学生实验

10.14028/j.cnki.1003-3726.2017.02.013

收稿:2016-07-25;修回:2016-11-05;

基金项目:浙江工业大学校级教学改革项目(JG1430);

作者简介:施燕琴,女,实验师,主要从事高分子材料功能化与加工改性研究。E-mail: shiyanqin@zjut.edu.cn;

* 通讯联系人:王旭,男,教授,主要从事高分子材料合成、改性、加工及功能材料研究。E-mail: wangxu@zjut.edu.cn.

设备的投入低于科研设备,带来的结果是学生实验设备种类和数量较少,且一般为国产设备,精度不高,结果重复性较差,而科研设备多为进口设备,操作复杂,精度优良。仅采用教学设备,学生能够实践的性能测试项目有限,掌握的仪器设备操作能力无法与后续的毕业环节、工作相衔接,造成毕业环节学生对测试设备不熟悉并无法操作使用。

2 多样化高分子专业大综合实验的必要性和重要性

基于高分子专业大综合实验在本科教育环节的重要性,该课程在不断地发展和改革中,提出了多种改革方案和理论^[5~8],但针对上述高分子专业大实验问题的改革方案尚未见报道。本文针对上述高分子专业大综合实验现状及其存在的问题,提出高分子专业大综合实验的多样化改革。多样化是指基体材料的多样化、实验工艺的多样化、测试项目的多样化等。基体材料的多样化主要是指选择性能相差较大的多种高分子材料作为研究对象;实验工艺的多样化是指由于基体材料性能差异,采用多种制备方法、制备工艺制备实验试样;测试项目多样化是指将科研设备用于学生实验设备,丰富试样性能测试项目。

采用多种高分子材料作为研究对象,可以直观地比较不同高分子材料之间外观、物理性能等之间的差异,进而与理论知识相联系,加深对理论知识地理解,并将理论知识应用于实际,反过来指导不同材料试样地制备,分析不同试样的不同实验现象和实验结果,全面掌握各种高分子材料知识,构建结构-性能之间的内在联系。

采用多种加工工艺制备不同材料的试样,使学生学会并掌握不同加工工艺操作方法,理解不同加工工艺的适用范围。加工工艺对产品性能具有重要的影响,相同的配方采用不同的工艺制备相同的试样,其性能差别较大。因此,学会如何选择并实施各种加工方法,学会如何调整加工工艺参数,实现既定产品性能目标,是解决实际专业问题的重要能力,有利于后续的本科毕业环节和工作的顺利开展。

建立科研、教学共享平台,科研设备服务于本科教学,实现高分子专业大综合实验测试项目的多样化。采用高、精、尖的科研设备测试高分子专业大综合实验试样性能,提高测试结果的准确度、精度和测试项目的多样化,使学生了解和掌握各科研设备测试原理和测试方法,强化理论知识地理解,提高专业水平和能力,避免本科毕业环节测试设备和专业大实验测试设备相脱节,毕业环节重新学习和掌握科研仪器设备等问题,保证后续本科毕业环节的高质量、顺利实施。

综上所述,高分子专业大综合实验多样化改革是非常必要的,且意义重大。多样化高分子专业大综合实验强化了学生对理论知识地理解,使其全面深入掌握各种高分子材料、加工工艺、测试方法等,培养学生动手能力的同时,提高其科学研究能力,为后续毕业环节地顺利开展奠定基础。

3 多样化高分子专业大综合实验案例设计

根据上述理念,结合本校热塑性高分子材料加工改性特点,设计了一例多样化高分子专业大综合实验,并在校12级本科生中实施。具体案例设计情况如下。

选择性能具有一定差异的多种热塑性高分子材料,如结晶性材料聚丙烯(PPH-T03,宁波台塑)、非晶材料聚苯乙烯(525,中国石油)、极性结晶材料尼龙6(1013B,日本宇部),作为基体,采用常规弹性体三元乙丙橡胶(EPDM,3722P,美国陶氏)和填料碳酸钙(CaCO_3 ,纳米级,建德双超)对聚丙烯、聚苯乙烯、尼龙6进行改性,实验配方如表1所示。

根据配方称取原料,采用高速混合机(GH-10,北京英特)在2500rad/min下混合5min后,采用双螺杆挤出机(TE-35,南京新科亚)分别在160℃~200℃、160℃~195℃、225℃~250℃下对聚丙烯、聚苯乙烯、尼龙6体系进行熔融混合,经机头挤出,冷却,切粒,烘干后得到复合材料。然后采用注塑机(HTF60W2-II,宁波海天)分别在200℃~230℃、220℃~260℃、180℃~220℃下制备聚丙烯、聚苯乙烯、尼龙6复合材料力学性能等测试试样。

表 1 实验配方
Table 1 Experiment formulas

编号	基体/%(wt)	EPDM/%(wt)	CaCO ₃ /%(wt)	抗氧剂 1010/168(质量比 2:1)/%(wt)
1	99	—	—	1
2	79	20	—	1
3	74	20	5	1
4	69	20	10	1
5	64	20	15	1
6	59	20	20	1

采用微机控制万能试验机(CMT5104,深圳新三思)、仪器化冲击试验仪(Ceast 9050,Ceast 公司)根据国家标准 GB/T 1040-2006、GB/T 9341-2000、GB/T 1043. 1-2008 测试试样拉伸、弯曲和简支梁冲击性能。采用双头毛细管流变仪(Rosand RH7,英国马尔文)测试试样的剪切流变性能,测试条件为剪切速率 $20\text{S}^{-1}\sim10000\text{S}^{-1}$,取 10 个点,聚丙烯、聚苯乙烯和尼龙 6 的测试温度分别为 200°C 、 190°C 、 235°C 。采用转矩流变仪(HAAKE polylab A,美国热电)测试试样的加工流变性能,测试条件为 $50\text{rad}/\text{min}$,加工时间 10min ,聚丙烯、聚苯乙烯和尼龙 6 测试温度分别为 200°C 、 175°C 、 230°C 。采用差示扫描量热仪(Q100,美国 TA)测试试样的熔融结晶性能,测试条件为以 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 从 50°C 升温至 250°C ,恒温 5min ,再以 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降温至 50°C 。采用高温卧式膨胀仪(PCY,湘潭湘仪)测试试样的尺寸稳定性,测试条件为以 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 120°C 。

根据上述配方、制备工艺及测试方法,将 2~3 人分为一组,每组主要负责一个配方地制备及性能测试,并观察、辅助其它组的实验。采用团队合作的方式完成所有样品地制备和性能测试,然后将所有的数据进行汇总。根据研究性实验的理念,采用论文形式撰写实验报告。

4 多样化高分子专业大综合实验案例实施结果

根据上述配方和工艺制备聚丙烯、聚苯乙烯、尼龙 6 复合材料,测试其力学性能、流变性能、熔融结晶性能、尺寸稳定性等,部分测试结果如图 1~7 所示:

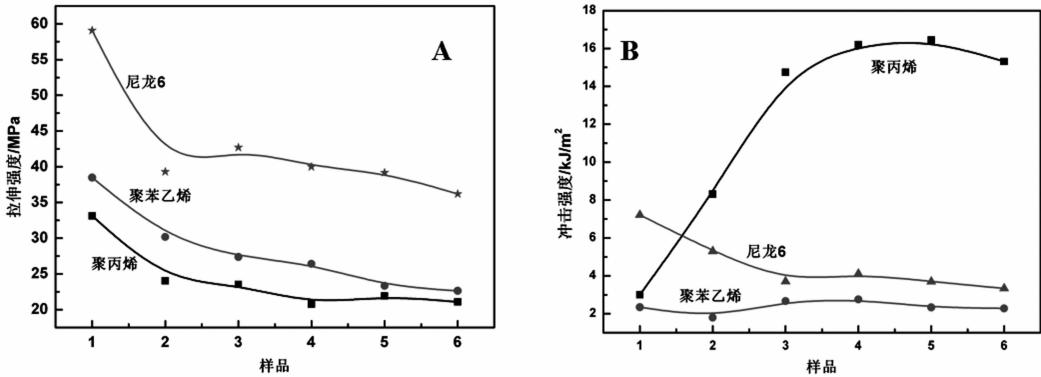


图 1 聚丙烯、聚苯乙烯、尼龙 6 复合材料的拉伸强度(A)和冲击强度(B)

Figure 1 Tensile strength(A) and impact strength(B) of polypropylene, polystyrene and polyamide 6 composites

基于上述测试结果,得到以下结论:

(1) 图 1 表明,三种基料的拉伸强度顺序为尼龙 6>聚苯乙烯>聚丙烯。添加 EPDM 后,共混物拉伸强度下降,且随着碳酸钙含量的增加缓慢下降。这是因为 EPDM 其本身强度较低,且与基体存在一定的相界面,导致复合材料的拉伸强度下降。同时,随着碳酸钙含量的增加,碳酸钙在基体中的团聚程度加大,因此,复合材料拉伸强度呈下降趋势;

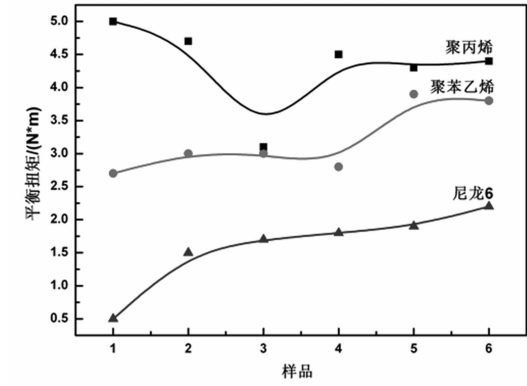


图 2 聚丙烯、聚苯乙烯、尼龙 6 复合材料的平衡扭矩
Figure 2 Balance torque of polypropylene, polystyrene and polyamide 6 composites

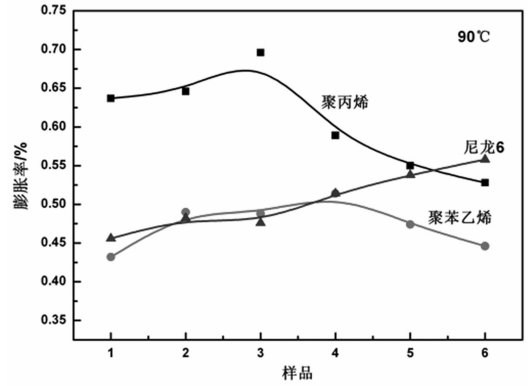


图 3 90℃下聚丙烯、聚苯乙烯、尼龙 6 复合材料的膨胀率
Figure 3 Expansion ratio of polypropylene, polystyrene and polyamide 6 composites at 90℃

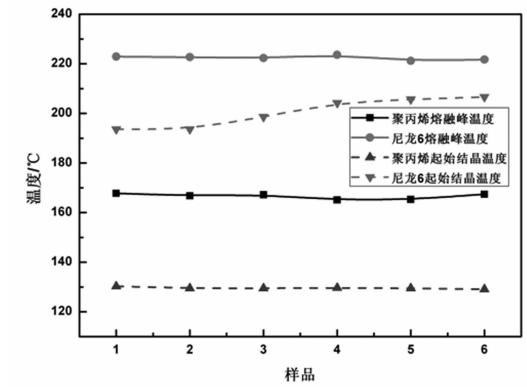


图 4 聚丙烯、尼龙 6 复合材料的熔融峰温度和起始结晶温度
Figure 4 Melt peak temperature and crystallization onset temperature of polypropylene and polyamide 6 composites

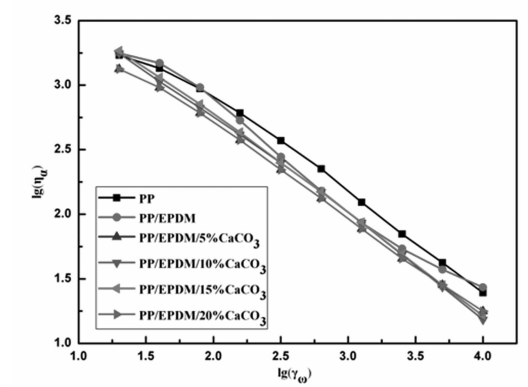


图 5 聚丙烯复合材料的粘度-剪切速率曲线
Figure 5 The relationship curve about the viscosity-shear rate of polypropylene

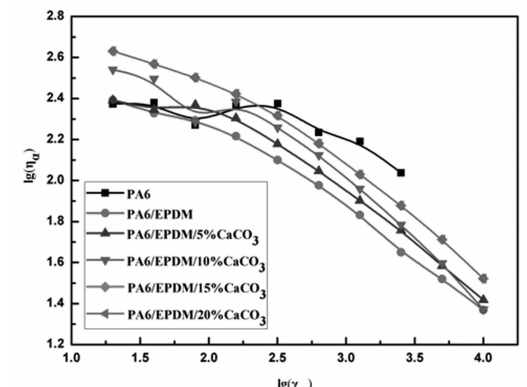


图 6 聚苯乙烯复合材料的粘度-剪切速率曲线
Figure 6 The relationship curve about the viscosity-shear rate of polystyrene

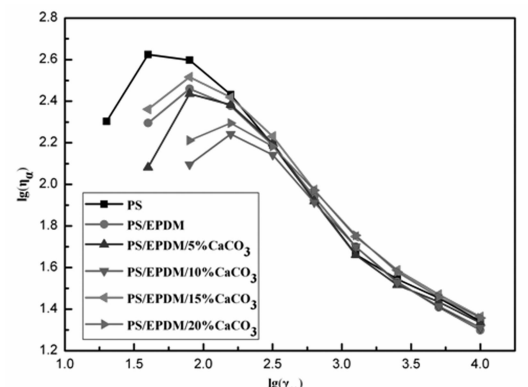


图 7 尼龙 6 复合材料的粘度-剪切速率曲线
Figure 7 The relationship curve about the viscosity-shear rate of polystyrene

(2) EPDM 的加入显著提高了聚丙烯的冲击强度,降低了尼龙 6 的冲击强度,但对聚苯乙烯冲击强度影响不大(如图 1 所示)。这可能是由于 EPDM 与聚丙烯具有较好的相容性,且 EPDM 与碳酸钙之间

存在良好的协同作用,导致聚丙烯复合材料冲击强度随着碳酸钙含量的增加而增加。当碳酸钙含量大于 10%(wt)以后,聚丙烯冲击强度趋于平衡;

(3) EPDM 和碳酸钙对聚丙烯的平衡扭矩影响不大,但能提高聚苯乙烯和尼龙 6 的平衡扭矩(如图 2 所示)。这是由于 EPDM 其粘度较大,与聚苯乙烯和尼龙 6 的不良相容性导致 EPDM 具有较大的相区,在加工中表现出较大的粘度;

(4) 如图 3 所示,膨胀性能测试结果表明,在聚丙烯、聚苯乙烯、尼龙 6 中添加 20% 的 EPDM,其膨胀率都有略微的提高。这是因为 EPDM 为微交联结构,其本身密度较低,膨胀率较大,添加到基体后,提高了共混物的膨胀率。但随着碳酸钙含量的增加,三种复合材料膨胀率变化不一:聚丙烯复合材料的膨胀率逐渐下降,尼龙 6 复合材料的膨胀率呈上升趋势,而聚苯乙烯复合材料的膨胀率变化不大;

(5) 聚苯乙烯为非晶塑料,没有结晶和熔融温度。图 4 表明,EPDM 和碳酸钙对聚丙烯和尼龙 6 的熔融峰温度基本无影响。但碳酸钙的加入可以显著提高尼龙 6 的起始结晶温度,且随着碳酸钙含量的增加而增加。这可能是因为尼龙 6 晶核较难形成,碳酸钙的加入起到了异相成核的作用;

(6) 由图 5—7 可知,EPDM 和碳酸钙对尼龙 6 的剪切粘度影响较大;低剪切速率下,EPDM 和碳酸钙对聚苯乙烯体系剪切粘度影响较大,而高剪切速率下,两者对聚苯乙烯剪切粘度影响不大。

除上述实验结果外,通过上述多样化高分子专业大综合实验案例的试样准备、原料制备、结果分析等环节,还可以得到以下信息:

(1) 从外观上观察到非结晶的聚苯乙烯材料为透明材料,而部分结晶的聚丙烯、尼龙 6 原料为半透明;

(2) 从原料的手感可知,聚丙烯材料硬度低于聚苯乙烯和尼龙 6;

(3) 在加工工艺可知,材料的熔融温度决定了其加工温度。因此,聚丙烯和聚苯乙烯的加工温度低于尼龙 6 加工温度;

(4) 转矩流变实验中,尼龙 6 与金属转子及腔壁的粘结性远高于聚丙烯和聚苯乙烯,原因是尼龙 6 具有较大的极性,与金属之间的粘结力较大;

(5) 熔融结晶性能研究结果可直观的了解到聚合物材料的熔融和结晶温度为一个区域。

综上所述,通过本案例实施,更加全面地强化了学生对聚合物材料、聚合物助剂等高分子材料知识的理解,了解并掌握了双螺杆挤出机、注塑机等加工设备,以及双头毛细管流变仪、转矩流变仪、差示扫描量热仪等多种科研高端测试设备原理及操作方法,强化了聚合物成型设备、聚合物成型工艺、材料分析测试等课程理论知识的理解和应用。本改革方法进一步将理论知识与试样制备、性能测试、结果分析等多个实践操作环节相联系,用理论知识进一步解释实验现象及实验结果,提高学生的动手能力以及分析问题等能力,并提高了学生的团队合作精神,为后续在毕业环节和工作中解决实际问题奠定了坚实的理论和实践基础,系统培训了学生的科学研究能力。高分子专业大综合实验的多样化改革对培养高质量、高水平的高分子专业本科生具有重要地促进作用。

5 小结

多样化高分子专业大综合实验让学生在比较中学习多种聚合物材料及其加工方法,并将材料性能与加工工艺、产品性能等相联系,详细了解弹性体 EPDM、填料碳酸钙两大主要改性剂对不同材料多种性能的影响规律,建立结构和性能之间的内在联系。同时,将教学、科研平台一体化,采用高端科研设备进行试样多样化性能测试,在实践中掌握各仪器设备操作使用方法,为后续科学研究奠定坚实的理论和实践基础。通过高分子专业大综合实验的多样化改革,强化了学生对高分子材料、高分子成型工艺、聚合物改性、聚合物助剂、材料分析测试等多门理论课程知识的理解,锻炼了学生的动手操作能力,培养了学生的科学探究精神、科学研究思维和科学研究能力,提高学生团队合作精神,对培养高质量、高水平的高分子

专业本科生具有重要地促进作用。

本案例仅根据本校现有实验设备、实验课程课时对本校原有的高分子专业大综合实验进行了多样化改革,其他学校可根据自己的专业特色和现有的仪器设备情况、课程课时等对高分子专业大综合实验进行改革,改变或增加材料体系、测试方法等,形成特色鲜明的多样化高分子专业大综合实验课程,使学生尽可能多地掌握自己的专业知识和相关仪器设备操作方法,提高自己的动手能力和科学研究能力,提高解决实际问题的能力。

参考文献:

- [1] 杨明山. 化工高等教育, 2010, (1): 25~28.
- [2] 余传柏, 陆绍荣, 韦春. 高校实验室工作研究, 2009, (4): 22~23.
- [3] 王慧敏, 郑耀臣, 崔孟忠, 柳婵. 化工高等教育, 2007, (5): 39~41.
- [4] 夏茹, 周艺峰, 林宏云, 苗继斌. 高分子通报, 2010, (10): 95~98.
- [5] 李青山, 杨庆祥, 张士良, 于金库, 王明智. 高分子通报, 2008, (12): 80~84.
- [6] 朱亚辉, 左晓兵, 张建耀, 胡昕. 高校实验室工作研究, 2009, (4): 25~27.
- [7] 马雪刚, 张志明. 广州化工, 2014, 42(5): 131~135.
- [8] 王小丹, 潘育方, 刘宁, 李田, 刘丰收, 黄菊. 广东化工, 2014, 41(22): 185~186.

Study on Diversified Reform of Polymer Comprehensive Experiment

SHI Yan-qin, MA Meng, CHEN Si, WU Bo-zhen, WANG Xu*

(Zhejiang University of Technology, College of Materials Science and Engineering, Hangzhou 310014, China)

Abstract: In this paper, the diversified reform of polymer comprehensive experiment was proposed according to the current situation and existing problems of this course discussed in details in the front of the paper. One diversified reform example of polymer comprehensive experiment was designed combining the feature of major in our school and carried out. The results of this example were analyzed. In this diversified polymer comprehensive experiment, the knowledge of various materials, processing methods and the influence of elastomer and filler on different polymers was studied using comparison method. Besides, the students also got the ability to understand and operate the many advanced apparatuses used in this experiment. The diversified comprehensive experiment not only improved the understanding of theoretical knowledge, but also enhanced the students' abilities of operation, thinking and solving the problem, which was important for the following graduation practical teaching and working. In addition, different distinctive polymer comprehensive experiment could be formed by diversified reform according to this paper, different school characteristic and class hour of this course along with training the high quality graduation students.

Key words: Diversification; Polymer; Comprehensive experiment; Reform