

• 教学 •

微型加工设备在高分子材料综合实验教学中的应用

施镇江, 朱蕾, 郑伟龙, 史同娜, 朱冰洁, 吴文华*

(东华大学材料科学与工程学院, 上海 201620)

摘要: 高分子材料的综合实验包含了分子聚合、性能表征、产物加工、样品测试四类实验, 产物加工实验是承上启下的关键实验教学环节, 有助于提升学生对高分子材料从聚合到样品应用的全流程认知程度, 增强学生对理论知识与实际操作相互关系的理解, 培养学生解决复杂工程问题的能力。某高校材料科学与工程国家级教学实验示范中心在高分子材料综合实验教学课程开设中, 将自主研发的微型加工设备引入产物加工实验教学, 构建了包含极限式加工工艺研究、对比式配方设计、独立-合作式操作加工设备, 串联理论-测试-加工知识的特色实验教学模式。

关键词: 综合实验; 微型加工设备; 加工工艺; 配方设计; 快速制样

Application of Micro Processing Equipment in Polymer Material Comprehensive Experimental Teaching

SHI Zhen-jiang, ZHU Lei, ZHENG Wei-long, SHI Tong-na, ZHU Bing-jie, WU Wen-hua*

(College of Materials Science and Engineering, Donghua University, Shanghai 201620, China)

Abstract: Comprehensive experiment of polymer materials includes four types of experiments: molecular polymerization, performance characterization, product processing, and sample testing, the product processing experiment is a key link between the preceding and the following experimental teaching, which helps to improve students' understanding of the whole process of polymer materials from polymerization to sample application, enhance students' understanding of the relationship between theoretical knowledge and practical operation, and cultivate students' ability to solve complex engineering problems. In the course of comprehensive experimental teaching of polymer materials, the National Teaching and Experiment Demonstration Center of Materials Science and Engineering of a university, introduced self-developed micro-processing equipment into the experimental teaching of product processing, built processing equipment including features of extreme processing technology research, comparative formula design and independent cooperative operation, then concatenated characteristic experimental teaching model of theory test process knowledge.

Keywords: Comprehensive experiment; Micro-processing equipment; Processing technology; Formula design; Rapid sample preparation

近年来, 高校高分子材料专业在新工科教育, 工程认证等要求下, 持续建设和提高教学实验体系^[1~4], 取得了明显的效果, 提升了学生对高分子

材料的综合认知, 培养了学生解决各类复杂问题和独立操作实验室仪器设备的能力^[5~8]。东华大学材料科学与工程学院国家级教学实验示范中心

收稿: 2022-11-22; 修回: 2022-12-28

作者简介: 施镇江(1986-), 男, 中级实验师, 实验教师, 研究方向为实验室开放管理、实验教学与仪器设备管理

* 通讯联系人: 吴文华(1968-), 男, 正高级工程师, 东华大学材料科学与工程学院国家级教学实验示范中心副主任, 研究方向为实验教学与管理、高分子成型加工。E-mail: clkx@dhu.edu.cn

doi:10.14028/j.cnki.1003-3726.2023.07.013

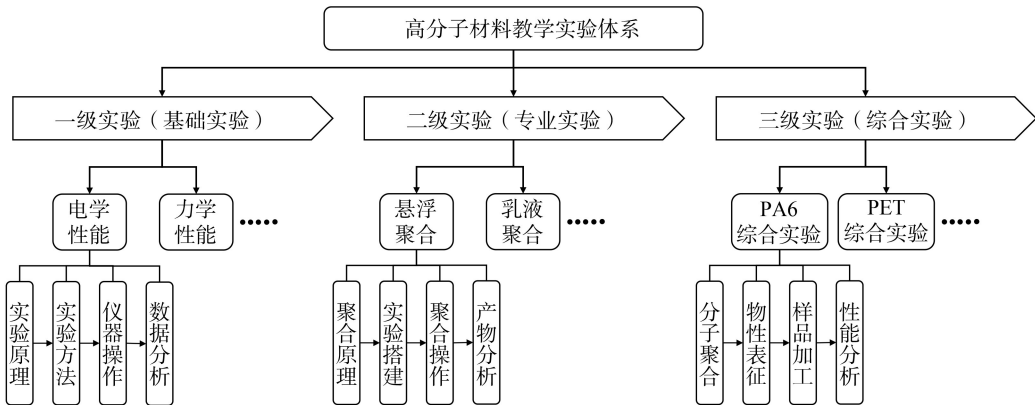


图1 高分子材料“一二三级”教学实验体系示意图

Figure 1 Schematic diagram of “basic, professional, comprehensive” teaching experiment system for polymer materials

(以下简称中心)在“一二三级”教学实验体系建设中,依托高分子材料加工技术的学科优势,在“三级”实验体系中开设了各类高分子材料的综合实验,如图1所示。

“一二三级”实验是高分子材料专业的必修实验,“三级”实验是大学本科四年级上学期开设的大型加工综合实验,实验目的在于,使本科生学习各类高分子材料加工设备的操作使用,深入了解高分子材料分子结构与加工参数及样品性能的关系,为下学期毕业设计实验及未来研究生阶段开展科研实验做好知识储备。加工设备是实现此教学目的的关键。然而,传统高分子材料加工实验常用的加工设备,如螺杆挤出机、混炼机、注塑机、纺丝机等,均为大型加工设备,涉及原料消耗大、操作要求高、实验耗时长等问题,学生无法在教学时间内,探索加工工艺、设计实验配方、独立操作设备加工制备实验样品。以往通常由教师操作演示,学生集中观看后再确定加工工艺与配方,采用单一制样的方法,完成综合实验体系中加工实验教学课。

为提升实验教学质量,加强学生动手能力的培养,中心于2010年起,将自主研发设计的微型加工设备(微型共混仪、微型注塑机、微型纺丝机)引入高分子材料综合实验教学中^[9~12]。结合各高校微型加工设备使用经验^[13~16],中心改编了综合实验教学讲义,制定了微型加工设备操作流程,学生通过简单培训,即可独立操作微型加工设备,实现了加工工艺自由设定、多方位研究实验配方、独立-合作式操作设备制备样品,串联理论-测试-加工知识的具有学科特色的高分子材料“三级”综合实验体系。“三级”实验中微型加工设备的使用,

既达到了使本科学生深入了解高分子材料分子结构与加工工艺关系的教学目的,又拓展了学生对高分子材料加工方法的认知,有助于未来的研究实验设计。

1 微型加工设备的特点

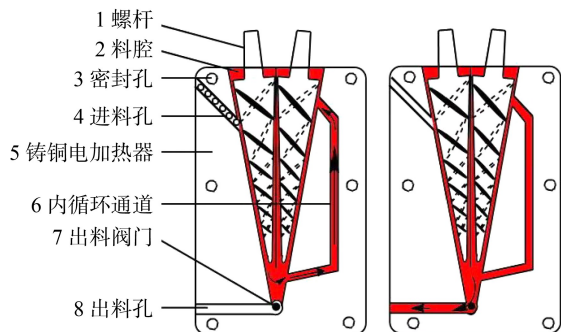
中心依托历年对高分子材料加工工艺数据的积累和加工设备设计知识的储备,设计的微型加工设备具有整体机械结构科学合理、适用多类高分子样品、单次加工仅需微量原料、设备操作维护方便、占地面积小等特点。使用微型加工设备,降低了实验安全隐患、培训难度、原料消耗等,便于学生独立操作设备开展加工实验,快速便捷地制备各类高分子材料样品。

1.1 设备设计科学化

微型加工设备的加热模块采用铸铜电加热器,加热温度范围50~450℃,精度±1℃,可用于多类高分子材料熔融加工实验。微型共混仪混炼料腔内设有高分子熔体回流的内循环通道,通过出料阀门开关可使高分子熔体在料腔内循环流动,模拟在不同长径比双螺杆中高分子熔体的共混停留时间,达到与大型混炼机同样的共混效果,如图2所示。微型注塑机的注塑模具通过气动弹出更换,可定制各类测试要求的样品形状模具,例如冲击样条、拉伸和弯曲样条模具等,且与大型注塑机一样能对模具冷却或加热,达到同等注塑加工条件。微型纺丝机料腔内有充氮保护系统及循环水冷却系统,装有自动喂料机,可连续加料,通过更换不同孔径比、长径比和形状的喷丝板,可以加工制备各类不同形状的纤维。

1.2 样品加工多样化

微型加工设备使用少量原料即可开展多种加



出料阀门关闭，料腔内红色的高分子熔体通过内循环通道在料腔内持续共混，出料阀门打开，高分子熔体从出料孔流出。

图 2 微型共混仪混炼腔内循环通道与出料阀门开关结构示意图

Figure 2 Structure diagram of circulation channel and discharge valve switch in mixing chamber of micro blender

工实验，制备不同形状及用途的样品。如微型共混仪采用间歇式投料，单次投料 3~5 g，即可开展高分子材料的混炼、挤出加工实验。微型注塑机料腔容积 20 mL，每次投料 5~10 g，即可开展高分子材料的注塑实验。微型纺丝机只需 10~15 g 原料即可进行模拟连续纺丝实验。实验室聚合设备单次可聚合 600~700 g 原料，运用微型加工设备，可开展多类高分子材料改性、注塑、纺丝加工实验，得到不同形状及功能的样品，进行样品性能测试实验。

1.3 实验操作简易化

微型加工设备体积结构紧凑，将所有控制系统集成于同一操作面板，便于简捷快速地操作设备开展实验。微型共混仪加工实验所需调节的料腔温度、螺杆转速，反映熔体粘度变化的扭矩值、压力值显示等均集成至同一操作面板，由扭矩值大小可调节加热温度与螺杆转速，单人即可完成混炼、挤出的所有工艺设置及实验操作。微型注塑机加工实验所需调节的料腔温度、模具温度、注射压力和保压时间等均集成至同一操作面板，可根据注塑样条是否存在飞边或欠注，快速调节温度、注射压力和保压时间等。微型纺丝机纺丝实验所需调节的料腔温度、进料速度、螺杆转速，反映熔体粘度变化的扭矩值、压力值显示等均集成至同一操作面板，采用慢速卷绕，单人即可调节纺丝工艺，完成纺丝实验。

1.4 样品制备快速化

微型加工设备因其加热料腔体积小，使用功

率为 800 W 的加热器即可快速加热，10~15 min 即可达到设定温度。而通用双螺杆挤出机与注塑机，一般需要 30~45 min 才能达到设定温度，纺丝机则需要 60 min 以上才能达到设定温度，且需要提前预热纺丝组件，待组件安装后还需 10~15 min 的热平衡时间。微型加工设备达到所需温度的升温及冷却时间更为快速，便于在短时间内快速切换样品制备所需的不同温度，大幅提高各类样品制备效率。

微型加工设备采用的合页式料腔，使用通用螺丝即可将料腔密封，拧开螺丝后料腔可 180°平开，直接使用纱布和铜刷清理料腔，便于快速清理残留高分子熔体，开展下一组实验。

学生使用微型加工设备开展混炼挤出、注塑样条、熔纺纤维加工实验，切身体会高分子材料加工工艺、配方对最终样品性能的影响，直观理解理论-测试-加工知识的相关性，提高学生解决实际复杂工程问题的能力。

2 微型加工设备在综合实验中的应用

中心“一二三级”教学实验体系，是三个相互关联递进式的实验模式。“三级”综合实验中，学生运用前两级实验中所学的分子聚合方法与样品性能表征手段，开展高分子材料从分子聚合到样品应用的全流程实验，更加深入地了解高分子材料的分子结构与加工参数及样品性能的关系。综合实验中包含的分子聚合、性能表征、产物加工、样品测试四类实验中，加工实验能通过调节加工工艺验证性能表征的准确性，也能通过设计不同配方制备不同性能的样品。微型加工设备具有的原料用量小、操作简易、制样便捷快速等特点，可广泛用于高校加工实验教学中。

例如：“三级”实验中的聚己内酰胺(PA6)综合实验，课时为 10 天(80 课时)，实验内容为通过所学的聚合方法，设计聚合条件，使用实验室高压聚合釜聚合制备常规 PA6 与改性 PA6，再选取市售 PA6，形成对比原料。使用凝胶渗透色谱仪(GPC)测试各 PA6 的分子量及分子量分布，热重分析仪(TG)测试各 PA6 的分解温度，差示扫描量热仪(DSC)测试各 PA6 的玻璃化转变温度、熔融温度和结晶温度，熔融指数仪(MIM)测试各 PA6 的熔体粘度。依照测试的物性数据，调试各 PA6 的加工工艺，设计各类样品配方，使用微型共混仪混炼条状样品，微型注塑机注塑各类样条，微型纺

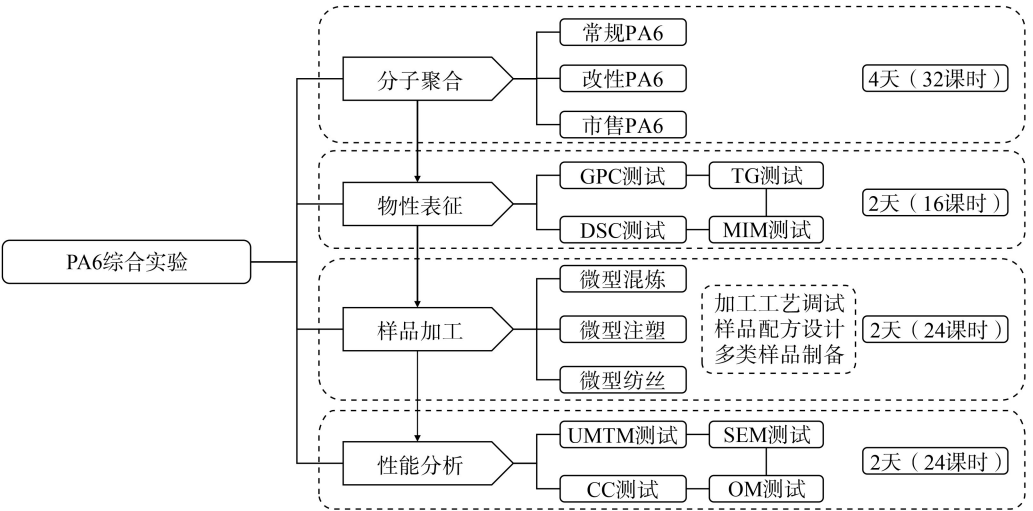


图 3 聚己内酰胺 (PA6)综合实验示意图

Figure 3 Schematic diagram of polycaprolactam comprehensive experiment

丝机制备各类纤维样品。得到的各样品使用万能材料试验机(UMTM)测试力学性能,电子扫描显微镜(SEM)研究添加剂的分散性,锥形量热仪(CC)测试阻燃性能,光学显微镜(OM)研究光学性能等,如图 3 所示。

2.1 极限式加工工艺研究

综合实验是研究不同聚合方法、加工工艺、配方设计对最终高分子材料样品性能的影响。原料经物性测试后,根据测试数据可理论推导加工工艺,由实际加工实验确定最佳工艺条件。中心设计的微型加工设备安装了压力及扭矩传感器,依托高分子材料历年加工数据积累,设置了相应的压力及扭矩保护范围,可在不损坏设备的情况下,由熔融峰外延起始点至分解温度外延起始点内开展高分子材料的极限加工温度研究实验,也可开展极限加工时间的研究实验。以样品共混实验为例,样品共混工艺包括温度和混炼时间设定,温度过低导致材料熔体粘度过大,扭矩上升,触发保护措施,螺杆停止转动,无法开展混炼实验,需升高温度降低熔体粘度;温度过高则导致材料容易降解,最终碳化堵住出料孔无法出料,压力值迅速升

高,触发保护停止加热,需打开紧固螺丝,清理料腔后再继续实验;混炼时间较短则压力值、扭矩显示不平稳,混炼时间较长容易导致材料降解,压力值、扭矩下降。通过压力与扭矩变化,可研究高分子材料极限高低温及降解时间的相关性,得到最佳加工工艺。

2.2 对比式配方设计

配方设计是研究不同原料、添加剂、助剂等的用量,分别制备样品后进行性能测试,对比后得到最佳配方。高校实验室常用的聚合釜每次制备的聚合物产量有限,且综合实验教学课时有限,无法使用常规加工设备开展配方对比实验。微型加工设备的微量用料和快速加工特点,可用于设计实验室聚合的高分子材料配方对比实验,以 PA6 综合实验中使用微型注塑机注塑哑铃状样条实验为例,对比式配方实验设计见表 1。按每个配方实验注射 5 根样条计算,完成一个配方实验,需消耗 50 g 高分子原料,30 min 注塑及清理时间。完成所有配方对比实验,每类原料需准备 200 g,6 h 可完成所有配方实验。

表 1 哑铃状样条注塑配方对比实验(质量比%)

Table 1 Dumbbell shaped spline injection formula comparison experiment (mass ratio%)

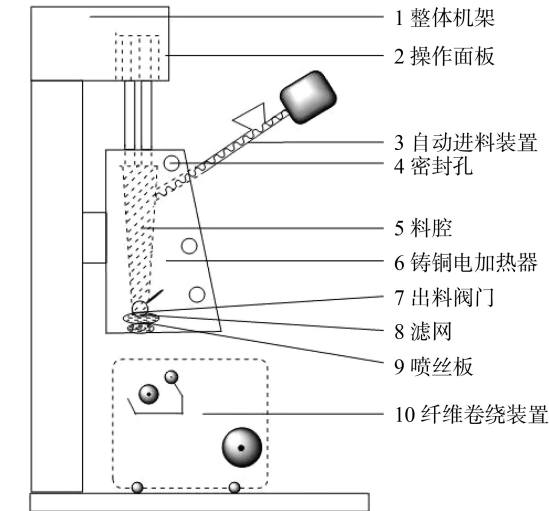
原料	配方 1	配方 2	配方 3	配方 4
通用 PA6	纯高分子	99%高分子+1%SiO ₂	95%高分子+5%SiO ₂	90%高分子+10%SiO ₂
改性 PA6	纯高分子	99%高分子+1%SiO ₂	95%高分子+5%SiO ₂	90%高分子+10%SiO ₂
市售 PA6	纯高分子	99%高分子+1%SiO ₂	95%高分子+5%SiO ₂	90%高分子+10%SiO ₂

2.3 独立-合作式微型加工设备操作

传统的加工设备操作复杂且有安全隐患,如熔融纺丝机,需先安装纺丝组件,放入预热炉,待螺杆、箱体设置的温度稳定后先排料,再在高温下安装密封垫圈和纺丝组件,最后开始纺丝实验,以上步骤涉及专业的高温高压操作。若组件紧固螺丝不牢固,密封垫圈安装位置错误,会导致熔体泄漏,实验失败,纺丝机操作实验往往都是由专业实验室教师完成。而微型纺丝机只需简单更换喷丝板和滤网,使用普通螺丝固定密封料腔后即可开展纺丝实验,如图 4 所示。学生经培训可直接操作使用此设备,滤网与喷丝板更换,每种原料的纺丝配方实验,均由学生独立完成,学生集体合作完成所有原料的配方对比实验。独立-合作式加工实验教学,即能培养学生动手能力,也能促使学生开展团队合作,共同完成复杂的实验任务。

2.4 串联式测试-加工实验知识汇集

中心的“一二三级”实验教学体系中,“一级”实验要求掌握材料各类基础性能的测试原理、测试方法、所需仪器和结果分析等。例如:“一级”实验中材料的电学性能,实验内容为对材料的电阻率、介电强度、静电性能等概念知识讲解,学生使用仪器测试不同样品电学性能,开展数据分析,掌握电学理论与实验知识。“二级”实验要求掌握高分子材料悬浮、本体、乳液、溶液四类聚合实验工艺,以及高分子原料与样品专业测试知识。例如:掌握高分子纤维的取向、纤度、强度等专业实验的测试原理、仪器操作及数据分析,全面了解各方面影响纤维样品性能的因素。



打开紧固螺丝、可方便地根据实验要求更换滤网与喷丝板。

图 4 微型纺丝机熔融纺丝示意图

Figure 4 Melt spinning schematic diagram of micro spinning machine

“三级”综合实验中,需要掌握高分子材料从聚合到样品性能的全周期知识。加工实验是承上启下的关键环节,可通过对材料的加工工艺研究,配方设计来验证对“一级”实验知识的掌握程度。也可通过对“二级”实验知识的掌握来测定样品性能,判断选择的加工工艺与配方的合理性。微型加工设备通过加工实验,将“一二三级”实验知识内容串联,突出理论知识与材料应用的联系,强化学生对高分子材料测试原理、测试目的、加工方法、材料性能等实验研究方法的认识,培养学生解决高分子材料研发、测试、加工、应用中各类复杂问题的能力,如图 5 所示。

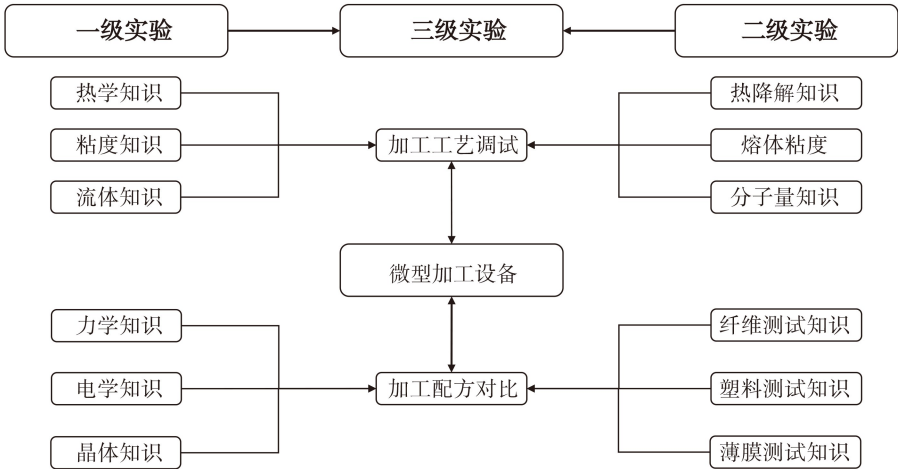


图 5 微型加工设备串联“一二三级”实验知识内容示意图

Figure 5 Schematic diagram of knowledge content of “basic, professional, comprehensive” experiment of micro machining equipment in series

3 微型加工设备使用成效

中心在“三级”综合实验教学中,改编了综合实验讲义中加工实验的内容与要求,基于微型加工设备原料用量小、操作简单、制样迅速、安全隐患低的特点,培训学生操作微型加工设备,学生在测试好原料物性后,可依据测试数据,操作微型加工设备调试加工工艺,开展配方对比实验,测试不同样品性能。依托此综合实验模式,中心在学生培养、教学体系建设方面取得了显著的成效。

3.1 综合实验学生能力提升

将微型加工设备引入综合教学实验体系中,补齐了以往实验中学生无法独立操作加工设备的短板,提升了学生独立动手操作设备的能力,使用微型加工设备后,学生在周期为 10 天(80 课时)的综合实验中,实际操作加工设备的时间提升到 2 天(16 课时);其次,将学习的理论-测试-加工知识串联后综合分析,通过对比研究合适的加工工艺与配方,学生能直接经历高分子材料加工过程,直观尝试各类高分子材料共混样品、注塑样品、功能性纤维等的制备,大大提升了实验的可设计性、探索性和趣味性,激发学生串联以往所学的高分子材料各知识点,综合制定实验方案,为未来开展科研实验打下基础;再次,通过小组协作进行对比式、交互式实验,找到最优加工工艺与配方,提升了学生团队协作能力。

3.2 综合实验教学内容保障

如表 2 所示,高分子材料微型加工设备与传统加工设备原料用量与时间对比。实验室单次合成制备的高分子材料数量有限,使用传统的加工设备无法开展各类对比实验。而全部使用市售高分子材料,则会导致聚合与加工教学实验脱节,无法体现实验的综合性。且综合实验教学短期内要使用大量的加工设备开展实验教学,设备数量和操作教师都无法保证。微型加工设备占地面积小,制造成本低,中心一间实验室内安置了 4 套微型加工设备,只需一名教师指导,就可同时开展加工实验,可让学生采用不同的加工工艺和配方分组独立操作制备样品,在教学课时内完成大量的样品加工实验,再开展样品性能对比测试,在有限的时间内保证综合实验教学内容的完整性和连续性。

3.3 综合实验教学新模式开发

微型加工设备使传统的演示型、重复型实验

表 2 微型加工设备与传统加工设备实验原料用量与时间对比

Table 2 Comparison of experimental raw material consumption and time between micro processing equipment and traditional processing equipment

设备	单次原料 用量(g)	清洗 PP 用量(g)	单次实验 时间(min)	清洗 时间(min)
微型共混仪	5	5	30	10
共混仪	60	60	60	30
微型注塑机	10	10	30	10
注塑机	300	300	60	30
微型纺丝机	15	15	40	15
纺丝机	800	800	240	60

变为设计型、探索型实验,实现了高分子材料聚合、测试、加工、评价全流程教学。综合实验教学,可侧重于通用高分子材料加工工艺与改性配方对比研究;也可开展新型高分子材料分子设计对产物性能影响的研究;还可进行纳米级、功能性改性剂对高分子材料产品性能影响的研究等。微型加工设备既可作为主要的教学实验设备,开展加工工艺与配方研究,也可作为加工设备,制备各类改性样品,进行性能测试,开展各类添加剂对样品性能影响的研究。微型加工设备的使用拓展了综合实验的定义,有助于开发新的综合实验教学模式。

4 结语

微型加工设备的低消耗、易操作、高效率特点,适合在高分子材料的教学加工实验中使用,现已有三十多家高校及研究所采购此类设备。中心将继续开发各类高分子通用的微型化加工设备:如微型流延膜装置、微型湿法纺丝机机、微型平板硫化仪、微型开炼机等,构建微型化高分子材料加工工厂,编写专用实验讲义,持续将微型加工设备引入高分子材料综合实验中,全面提升中心高分子材料实验教学水平。

参考文献:

[1] 宫贵贞, 陆洋. 科教融合视域下高分子材料专业综合实验教学探索与实践. 高分子通报, 2021, (2), 91-96.

[2] 叶龙强, 张书艳, 张雨露, 惠贞贞, 张雪梅, 汪徐春. 高分子综合实验教学改革与探索. 广州化工, 2020, 48(1), 162-163.

[3] 瞿伦君, 杨朝龙, 唐海龙, 王凯悌, 李又兵. 面向

工程教育专业认证的《高分子专业创新综合实验》
教学课程改革与实践. 山东化工, **2021**, 50(17),
245-246.

[4] 张凤, 刘祥华. 高分子综合实验教学中的几点思
考. 化工时刊, **2018**, 32(5), 45-46.

[5] 覃粒子, 刘宇. 工科专业教学实验独立设课的研究
与探索. 中国高教研究, **2010**, (6), 88-89.

[6] 张剑荣. 构建研究型实验教学平台实施研究性实验
教学. 中国大学教学, **2014**, (7), 84-87.

[7] 周仕龙, 杨菁菁, 杨润苗, 朱云峰, 周健. “高分子
材料专业综合实验”教学改革研究. 江苏理工学院
学报, **2017**, 23(2), 104-106.

[8] 吴红菊, 李华静. 《高分子综合实验》教学改革的几
点建议. 教育现代化, **2015**, 2(11), 240-241.

[9] 吴文华, 罗伟强, 杨伟, 史同娜, 施镇江. 一种立
式双锥微型共混仪. CN203990358U. 2015-10-21.

[10] 吴文华, 罗伟强, 杨伟, 朱娟娟. 一种立式微型注
塑机. CN103802267A. 2014-05-21.

[11] 吴文华, 罗伟强, 杨伟, 王小平, 施镇江. 一种微
型高温纺丝机. CN203726792U. 2014-07-23.

[12] 吴文华, 史同娜, 施镇江, 朱冰洁, 罗伟强, 杨伟.
微型实验在材料加工中探索与实践. 实验室研究与
探索, **2015**, 34(1), 48-51.

[13] 姜向升, 陈英红, 王萌, 谢页平. 微型注塑对聚乳
酸/聚丁二酸丁二醇酯共混物的形貌结晶和力学性
能的影响. 高分子材料科学与工程, **2020**, 36(6),
70-78.

[14] 赵中国, 贾仕奎, 张鑫, 曹乐, 张奇锋, 杨其. 微
型注塑条件下 PLA/PEG 共混物体系增强增韧机理
的研究. 塑料工业, **2019**, 47(12), 132-137.

[15] 丁薇薇, 陈英红, 刘卓. 微型注塑条件下 PLA/
PCL 共混物的形貌和结晶行为. 化工新型材料,
2016, 44(5), 209-211.

[16] 武家男, 苏巨桥, 王爱国, 王龙, 张通英, 杨丽岩,
赵中国, 杨其. 微型注塑条件下剪切力和 β 成核剂
对 PP/PS 共混物结晶行为影响的研究. 塑料科技,
2016, 44(6), 84-88.