

热分析仪器实验教学及管理探索

* 宋树芹¹ 蒋婷婷¹ 陈振¹ 王毅^{2*}

(1. 中山大学 材料科学与工程学院 广东 510275

2. 中山大学 化学工程与技术学院 广东 519000)

摘要: 热分析技术在材料学研究中, 尤其是材料的热分解过程和反应动力学问题的研究中有着广泛的应用, 对其熟练掌握可有效提升材料科学与工程学科学学生的科研实践能力。科学的实验教学设计及规范的仪器管理能有效地提升学生对热分析技术掌握程度。本文结合实验课程教学和仪器管理工作实践, 探索了在增强理论-实验衔接、丰富实验内容、拓展实验课程、实验仪器有效管理几个方面的改革, 以此激发学生的学习热情、提高学生的学习效率、发展学生的创新及合作能力, 并使仪器更好地为培养符合国家“双一流”要求的人才服务。

关键词: 实验教学; 热分析仪器; 仪器管理; 实验改革

中图分类号: G642.0 **文献标识码:** A

Exploration of Experimental Teaching and Management of Thermal Analysis Instrument

Song Shuqin¹, Jiang Tingting¹, Chen Zhen¹, Wang Yi^{2*}

(1. School of Materials Science and Engineering, Sun Yat-sen University, Guangdong, 510275

2. School of Chemical Engineering and Technology, Sun Yat-sen University, Guangdong, 519000)

Abstract: Thermal analysis technology has been widely used in the study of materials science, especially in the aspects of thermal decomposition process and reaction kinetics of materials. Proficiency in thermal analysis technology can improve the research ability of student majoring in materials science and engineering. Scientific experimental teaching design and standardized management of instruments can effectively improve students' proficiency in thermal analysis technology. Based on the works of thermal analysis experimental courses and related instruments management, we have sought the reforms of such aspects as follows: reinforcement theory and experiment, experimental content aggrandizing, experimental course extension, experimental instrument effective management. These reforms are expected to stimulate students' study enthusiasm, improve both learning efficiency and the ability of innovation and cooperation of students, and make the instrument better service for cultivating "Double first-class" talents.

Key words: experimental teaching; thermal analysis instruments; instrument management; teaching reform

热分析技术是指在程序控制温度下, 测量物质的物理性质与温度依赖关系的一类分析测试方法。热分析技术可准确地检测材料的晶型转变、熔融、吸附、脱水、分解等变化, 是现代科学中各类材料的物理及化学性质测试的重要手段^[1-2]。根据测量的对象不同, 热分析仪器可分为热重分析仪 (TGA)、差示扫描量热分析仪 (DSC)、动态热机械分析仪 (DMA)、流变分析仪 (RPA) 以及多种仪器联用的综合热分析仪等^[3]。实验教学中使用的主要为热重分析仪 (TGA)、差示扫描量热分析仪 (DSC) 及热重分析 (TG) 与差热分析 (DTA) 或差示扫描量热 (DSC) 结合为一体的同步热分析仪 (STA)。



图1 热分析实验室照片

无论是教育部推行的“新工科”项目, 还是国务院印发的《统筹推进世界一流大学和一流学科建设总体方案》, 都将培养学生工程实践和创新能力放在重要位置。这就要求高等教育除了抓好理论课程的教学质量外, 还需加强实践类课程教学内容与形式的改革与探索, 以及实验室仪器设备的管理工作^[4-5]。热分析技术实验作为材料科学与工程学科教

学中的重要实验, 在国家推行“新工科”“双一流”建设的背景下其实验教学内容及实验仪器管理工作的改革升级应受到重视。本文从增强理论-实验衔接、丰富实验内容、拓展实验课程、实验仪器有效管理几个方面进行探索及讨论, 希望为热分析技术实验教学及仪器管理工作提供一些新思路。

1. 增强理论-实验衔接

在理论课程中, 学生应掌握热分析技术的基本原理, 发展现状及应用方向等理论知识。热学分析实验课程应在学生完成热学分析相关理论课程之后开展, 理论课程与实验课程最好安排在同一学期, 两课程时间差不宜超过一个学期, 这样可以保证学生在理论知识生疏前通过实验巩固所学的理论知识, 同时又可避免在实验课程中再次讲述理论知识占用学生动手实践操作的时间。引导学生做好实验预习工作, 在开课两周前将实验安排、实验讲义、参考资料发送给学生, 提出预习思考问题, 比如: (1) 热分析测试中使用的坩埚在材质选择上应注意哪些问题? (2) 仪器测试基线的作用是什么? (3) 水草酸钙受热过程中伴随的反应及其相应的热效应有哪些等问题。规定学生必须在实验开始前提交预习报告。通过课前预习及预习报告的书写, 学生可明确实验目的, 回顾理论课程所学知识, 了解实验仪器的结构, 知悉实验步骤及实验安排, 在此基础上带着问题有目的地上课, 可有效提高实验课学习效率。在实验课开始阶段增设问答环节检验学生理论知识掌握程度及预习效果。传统的热学仪器实验教学一般采用理论讲述及仪器操作环节, 其中理论讲述要占用大量的时间, 通过理论与实验课程时间上的科学衔接

和课前预习巩固,可将理论讲述环节时间压缩,进而增加学生仪器操作环节时间,真正将实验课变成动手实践课程而不是换个场地的理论课,提高学生的动手实践能力。

2. 丰富实验内容

(1) 改革实验设计

在传统的分析实验教学中,教师一般会设置固定的实验条件,学生根据给定的实验条件进行仪器设置从而得到统一的实验结果,这种模式化的教学方式会使学生的参与感降低,不利于学生创新能力的培养及综合素质的提升。我们提出将热分析实验结果影响因素作为变量,以设计不同的实验条件,使每位同学的实验内容都不重复。热分析仪器实验结果影响因素包括样品质量、升温速度、气体流量,在实验教学时为了保证同组学生的实验进度保持一致,我们将升温速度固定,以样品质量和气体流量为变量,研究这两个实验条件对实验结果的影响。以一水草酸钙($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)同步热分析实验为例:本实验属于分组实验,每组实验人数7人,同步热分析仪台数7套,可做到一人一机,其安排详见表1。

实验变量数量可根据实验人数与实验室具体条件增减。在此实验安排中,虽然是同一个实验,但是每位学生的实验条件及实验结果均不同。相比传统的统一实验设计,这种设计可增加学生的参与度及学习兴趣。同时通过同组学生数据共享,每位学生都可得到完整的描述样品质量及升温速率对实验结果影响的数据。我们要求学生不仅能分析自己的数据而且能对同组所有数据进行综合分析讨论,这样的做法可提高学生的科研素养、创新能力以及合作精神。

表1 实验分组安排

仪器序号	样品质量 (mg)	气流量 (mL/min)	升温速率 (K/min)	操作学生
1	1	50	10	学生一
2	5	50	10	学生二
3	10	50	10	学生三
4	20	50	10	学生四
5	10	10	10	学生五
6	10	30	10	学生六
7	10	70	10	学生七

(2) 重视数据分析能力培养

实验数据是仪器测试的最终结果,测试实验的最终目的是从数据中得到物质的有用信息。数据分析技能是学生今后从事科研或者相关生产工作的重要技能,实验教学中不仅要教授学生仪器原理,教会学生仪器操作,也要教会学生如何从数据中获得有用信息以解决实际问题。数据分析能力的培养不能简单地等同于教师将分析结果展示给学生,而是要让学生有更多机会接触、处理不同数据。在热分析实验课教学中,仪器自动升温经常要占据很长的实验时间,如果不利用好这段时间,会降低学生的学习注意力及学习效率,因此教师可以利用仪器自动升温的时间给学生分析讲解典型材料的热分析曲线,从而训练学生的数据分析能力。以不同品牌牛奶所附带的聚丙烯制塑料吸管的热曲线图为例,尽管塑料

吸管都是聚丙烯材质,不同吸管的熔融峰位置却不相同,较低的在145℃左右,较高在165℃左右。聚合物的熔点高低与其结晶度及规整度有关,因此根据热曲线数据我们可以得到不同种类的聚丙烯材料的规整度、结晶度排序信息,同时根据其熔融与分解峰的位置也可说明聚丙烯吸管的热稳定性较好,在日常使用中是安全的。通过这一途径可拓展学生的知识范围,开阔学生的视野,教授学生从数据中找有用信息的能力。根据表1的实验设计内容,将同组学生的实验数据共享,这样每名学生共有7组实验数据,增加了学生数据分析练习的机会,从而提高综合分析的能力。实验结束后,要求每名学生对同组别的数据进行综合分析,说明曲线变化对应的材料变化及不同因素对实验结果影响的原因,从而促进学生对实验内容及数据的理解,同时也锻炼了学生解决、分析问题的能力。

3. 拓展实验课程

通过理论及实验课的学习,学生对于热分析仪器的理论、操作及应用已经有了一定的掌握。对一些对热分析方向感兴趣、学有余力的学生而言,实验课有限的学时其实会限制其熟练掌握、灵活运用仪器。实验课教师在保证热分析仪器完成教学任务后鼓励参加《科研训练》课程、大学生创新创业计划项目等竞赛项目以及有毕业设计任务的学生积极使用热分析仪器。可提出一些对热分析技术掌握程度更高的课题供学生选择,如热力学法研究高分子聚合物熔融结晶过程实验条件优化、热分析仪器在金属材料研究上的应用等,吸引有兴趣的学生开展热分析仪器相关研究并以此为毕业设计课题或者项目申报课题,鼓励学生应用热分析仪器对所研究项目中制备的样品进行热学相关分析。通过与其他课程或科研项目结合巩固课时教学的知识,同时通过反复实际应用及教师指导加深对热分析仪器的掌握,为有兴趣的同学提供成为仪器“专家”的机会。拓展实验课程为部分有兴趣的同学提供了深入了解的机会,培养了学生独立思考、独立处理数据及灵活运用仪器处理实际问题的能力。

4. 实验仪器有效管理

热分析仪器作为实验室大型贵重仪器,因其精密性和内部结构复杂性,一旦损坏维修难度大且耗时长,维修成本高,且会严重影响实验课进度。因此,热分析仪器使用的科学规范管理是其得到合理充分利用的必要条件,也是实验课程顺利开展的前提条件。仪器的管理内容主要包括仪器的布局管理、日常维护、操作使用管理。

仪器放置位置的合理布局是分组实验顺利进行的前提条件。合理的布局包括合理的仪器摆放纵向距离:纵向距离应该保证每台仪器之间在运行时不互相干扰,并且操作者可同时顺利进行各项操作。以本实验室为例,每个操作位之间应间隔40cm以上,最好保证每台仪器放置一个单独桌面,避免其他仪器操作时产生的震动影响到本台仪器测试时天平准确度;同时保持纵向距离1.2m以上,方便实验过程中老师指导实验及学生操作与走动。由于热分析仪器实验过程中需要使用气体,对于本科生分组教学实验而言,需要同时使用多路气体,而气瓶为压力装置,具有一定的危险性,如在每台仪器边上都放置气瓶,则会增加实验室的潜在危险性,应该尽量减少气源装置的使用,通过合理的气路布局将吹扫气体或保护气体送至热分析设备,学生只需要通过工作位的

流量计即可控制气路大小及开关。图2为本实验室气路分布简图。

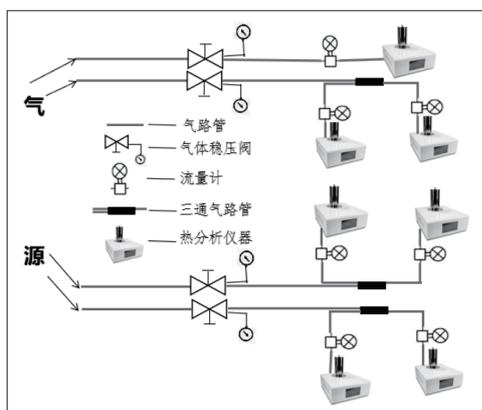


图2 实验室气路分布简图

仪器的日常维护主要是指仪器主体及配件的检修，热分析仪器的炉体、温控设备、气路是检修的主要部位^[6]。热分析仪器炉体一般由保护套管、发热体与炉体热电偶构成，炉体里面放置着样品支架，是热分析仪器的核心部位。炉体需要保证清洁才能保证测试结果准确，因此在日常管理中必须重视炉体的清洁。炉体内的碳黑类、有机类污染物可在空气吹扫下加热分解清理。一般测试完有机物样品为了避免炉体有残留有机污染物，在下次测试前都应先对炉体进行一次加热清理。无机类污染可使用稀酸进行处理，如只有少量污染物可固定住传感器用稀盐酸或稀氢氟酸（擦拭无机硅酸盐污染物）或酒精溶液轻轻擦拭传感器表面去除污染物，如污染物无法擦拭干净，可轻轻取下传感器泡入稀酸中清洗干净烘干后高温处理，使其热稳定后再使用；温控设备是热分析仪器程序控温的关键，在日常使用中需要注意程序设定温度与实际测试温度是否具有的一致性，如温度值相差大则需要检修热电偶是否有接触不良或损毁的问题。部分温控设备还具有低温液氮箱，因此要检视液氮液面高度，防止液氮不足无法达到测试温度。部分带有精密天平的设备一般会配有恒温水箱一方面阻止炉体高温传达到天平，另一方面保持一个恒温的测试环境，恒温水箱应采用去离子水或蒸馏水并且每月换水一次以防止水箱锈化及滤芯堵塞；吹扫气路的作用是提供测试样品反应的环境，吹扫的气体可以是惰性气体如氮气或氩气，也可以是氧化范围气体如空气或氧气，气路常配有气体钢瓶及减压阀，需要定期检修密闭性，防止漏气等危险情况发生，也要防止气路流量过大而将样品从坩埚中吹落影响测试结果甚至污染炉体。

仪器的操作使用管理主要是为了让仪器操作者科学、规范地使用仪器，不因为误操作而损坏仪器或降低仪器的使用寿命，以最大化地利用仪器。因此首先需要对使用过程进行科学有序地规范化管理，修读该课程学生需要在任课老师讲述完实验内容且在场的情况下方可进行仪器操作，未上过该实验课但对仪器有使用意向的学生需要参加实验室定时开设的仪器操作培训课程，培训课程结束后进行考试，考核通过后方取得操作资格；其次要严格规定仪器使用时间段并建立规范的仪器使用预约制度，使仪器利用效率最大化。在实验课期间只允许修读该课程的学生及任课教师进入实验室操作仪器，其余时间需要使用的学生应首先向仪器管理人员提出

仪器预约，通过审核后方可在预约时间段使用仪器；再者要严格审核测试样品成分，防止不被允许的样品进入仪器造成不可逆转的损坏，因此在测试前要保证样品的安全性，不会放出有害气体，不会发生反应剧烈溢出等损坏传感器和热电偶的情形；最后在仪器旁显眼的位置放置仪器操作说明及仪器使用注意事项，提醒操作者按要求测试。

5. 结语

在国家推行“新工科”“双一流”建设的背景下，高校需要探索新的实验课程模式及仪器管理模式以培养学生的实践能力和创新能力，进而提高学生对实验技术的掌握程度和实验室仪器利用效率。本文通过对热分析仪器实验在实际教学及管理工作中探索，从增强理论-实验衔接、丰富实验内容、拓展实验课程、实验仪器有效管理几个方面进行探讨，使学生们能够真正地在理论、操作、应用三个层面上掌握热分析仪器，激发学生的学习热情、提高学生的实践能力、培养学生的创新能力及团队精神，同时通过管理使得仪器更好地服务学生、提升教学质量。

【参考文献】

- [1] 孙利杰. 热分析方法综述[J]. 科技资讯, 2007(09): 17.
- [2] 邓卫星, 彭锦雯. 高分子材料与工程专业热分析仪器教学的改革与实践[J]. 中国科教创新导报, 2012(2): 79.
- [3] 黄张洪, 赵惠, 吕利强, 高文柱. 热分析技术及其应用[J]. 热加工工艺, 2010, 39(07): 19-22+26.
- [4] 朱荣涛, 胡炳涛, 王艳飞, 李延锋. 新工科下高校实验与实践教学体系改革与探索[J]. 教育教学论坛, 2019, (16): 72-75.
- [5] 辛良, 朱宜斌, 孙志强, 赵楠. “双一流”建设背景下高校实验室改革与创新[J]. 实验室研究与探索, 2020, 39(06): 248-252.
- [6] 袁泽红, 许青. STA-449F3型同步热分析仪的维护和购置[J]. 分析仪器, 2015(05): 81-84.

【基金项目】

中山大学本科教学质量工程项目(2021)

【作者简介】

宋树芹(1976-), 女, 河南鹤壁人, 教授, 中山大学 材料科学与工程学院; 研究方向: 能源化学。

【通讯作者】

王毅(1976-), 男, 湖南郴州人, 教授, 中山大学 化学工程与技术学院; 研究方向: 能源与环境电催化。