

雾化液滴自蔓延燃烧合成纳米粉末实验装置的研制及在教学中的应用

储爱民, 刘文辉, 陈宇强, 陈志钢, 张华健

(湖南科技大学 材料科学与工程学院, 湖南 湘潭 411201)

摘要: 自制实验装置在培养本科生创新意识、提升学生实践能力、促进教师教学效果等方面有着积极作用,是高校教学改革的重要手段。通过对含惰性气体保护的雾化装置和产物静电集尘收集器两个部分的创新设计,设计和制造出雾化液滴自蔓延燃烧合成纳米粉末的装置,并在教学和科研中运用和实践。实践表明:该实验装置对本科生创新意识和实践能力的培养发挥了较大作用,有助于促进教师教学效果,适合学生开展纳米材料制备的创新性研究,符合高校对促进本科教学、提升科研水平的实际需求。

关键词: 自制实验装置;促进本科教学;提升科研水平;高校教学改革

中图分类号: G642

文献标志码: A

文章编号: 1674-5884(2019)06-0113-05

培养本科生的创新意识和提高学生的实践能力是高校人才培养的根本要求^[1],学生在教学中参与实践活动是提高其综合素质的主要方式。自制实验装置是一种培养学生创新意识、提升学生实践能力的有效手段,国内外工科类高校基本都有采用自制实验装置来促进本科教学质量的传统^[2-4]。自制实验装置不仅促进本科教学,加深学生对理论知识的理解,还能够培养学生的创新意识,提高学生的动手能力。

材料科学与工程是一门实践性很强的工科专业,实践环节在培养学生的创新意识和实践能力中尤为重要。新材料已成为国家实施创新驱动发展、提升国际综合竞争力的关键战略导向。2015年,新材料产业被列为《中国制造2025》十大优先发展领域之一^[5];2016年,国务院成立了“国家新材料产业发展领导小组”和“国家新材料产业发展专家咨询委员会”,彰显出国家对新材料产业发展重要性和紧迫性的高度重视。纳米材料不同

于常规材料,由于其特殊的结构,在光、电、热、磁、力等方面具有独特的性能,迅速成为社会关注的新型材料,目前在能源、环境、化工、生物等领域得到了一定的应用。要制备高性能的纳米材料,往往需要首先制备出高纯度、细粒度和烧结性能良好的纳米粉末原料。因此,纳米粉末制备技术成为了国内外研究开发的热点,并已发展成为高技术产业^[6]。本文将超声喷雾技术和自蔓延低温燃烧技术相结合,充分利用各自优势,并应用于纳米粉末的制备,让学生设计和制造了雾化液滴自蔓延燃烧合成纳米粉末的实验装置。通过该实践活动,使学生充分认识到自制实验装置是其成为工程师的前提环节^[7-8],同时结合实践成果,展示学生在自制实验装置活动中创新意识和实践能力培养的效果。

1 实验装置的研制

该自制实验装置除设计目标由指导教师提出

收稿日期:20190905

基金项目:湖南省学位与研究生教育教学改革研究项目(JG2015B089、2019JGYB215);2018年湖南省普通高等学校教学改革研究项目(湘教通[2018]436号:384);湖南省教育厅科学研究项目(18A196)

作者简介:储爱民(1975-),男,侗族,湖南怀化人,副教授,博士,主要从事材料方面的教学与研究。

外,其他工作均由本科生在教师指导下独立进行,并与毕业设计相结合。本科毕业生参与自制实验装置的研制,可以增强其创新意识和提高实践能力^[9]。在开展实验装置的设计和制造前,学生需查阅大量资料,弄清实验反应原理,综合相关理论知识构思设计方案,同时考虑方案的新颖性、经济性和可操作性等因素,团队所有成员都参与进来,由指导老师和团队成员反复探讨,确定最佳方案^[10]。首先,根据方案中各部件的功能选择合适的原材料,根据部件尺寸确定购买原材料的尺寸和数量;然后,学生采用各种加工方法,对购买的原材料根据尺寸进行加工;最后,进行实验装置的组装和调试。学生在实验装置的设计、制作和调试过程中,会遇到很多专业和非专业方面的理论和方法问题,指导教师及时引导和指导学生运用所学知识去解决。学生在老师的指导下得到了一定的科研训练,对培养学生的创新意识和提高学生的实践能力具有积极促进作用。

1.1 实验装置的创新点

1) 通入惰性气体对雾化装置及燃烧反应装置进行保护。采用超声雾化器对溶液进行雾化,形成雾化液滴颗粒的直径为 $1\sim 10\mu\text{m}$,液滴再由送风装置产生的惰性气体气流作用,经送雾管输送至核心燃烧反应装置,在燃烧反应系统内可实现雾化液滴的碳含量可控燃烧反应,同时可收集到尺寸均匀、组分均一和碳含量可控的纳米粉末。采用超声雾化发生器已经能够精确控制雾滴大小和流量,且雾化效果均匀,但如果要精确控制碳量,就必须实现整套实验装置不掺入空气,营造惰性气体保护气氛。因此,必须设计一套含惰性气体保护的雾化装置,且保证整套实验装置气密性良好。含惰性气体保护的雾化装置(如图1所示)由雾化容器、雾化器以及装惰性气体的气瓶组成;雾化容器的三个开口分别为惰性气体入口、雾化液滴和惰性气体的混合气出口,以及雾化器电源线出口。混合气出口通过管道连接到核心反应系统加热区域的进气端。

2) 采用静电集尘器作为收集纳米粉末的装置。产物静电集尘器收集装置分为纳米粉末收集部件和尾气排出装置两部分。整套收集装置需要保证如下要求:一方面,纳米粉末收集部件不仅可

以保持较高的产物收集效率,而且要利于清洗,可实现多种纳米粉末的收集;另一方面,尾气排出装置的设计要尽可能保证有害气体能够有效排出,提高装置安全性。采用静电集尘器收集纳米粉末,此种方法还未见文献报道。图2为静电集尘器收集纳米粉末的示意图,当纳米粉末进入静电集尘器入口时,由预过滤器阻隔尺寸较大的粉末颗粒,其余粉末进入电离区。纳米粉末通过电离区时,形成了带电荷的粉末颗粒。粉末通过电离区后进入集尘区,集尘区由平行的多组正负极板和接地板板组成,正负极板产生均匀电场。粉末颗粒带正电后,随着惰性气流进入均匀电场,被正极板排斥,被吸引在集尘区的负极板上,混合气体及可能残留的少量粉末继续通过活性炭过滤器,进一步净化后,较纯净的尾气排入空气环境中。纳米粉末收集图和电镜照片如图3所示。



图1 含惰性气体保护的雾化装置

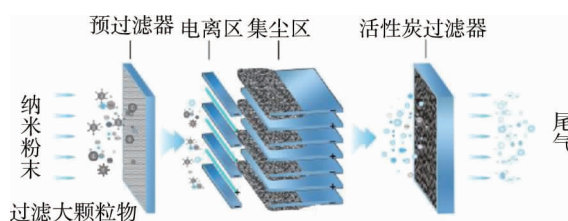


图2 静电集尘器的结构

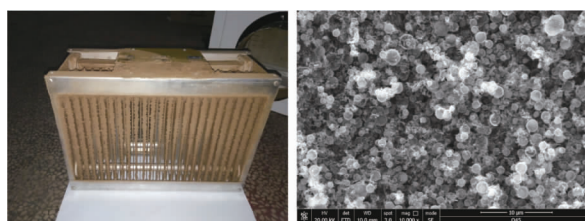


图3 纳米粉末收集图和电镜照片

1.2 实验装置的结构图

雾化液滴燃烧合成纳米粉末实验装置结构如图4所示,实物照片见图5。

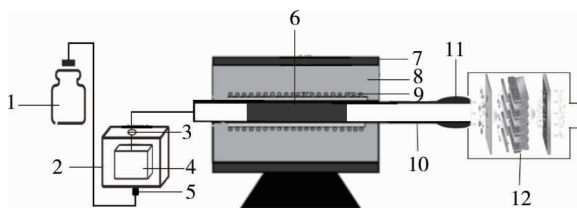


图4 雾化液滴燃烧合成纳米粉末实验装置



图5 雾化液滴燃烧合成纳米粉末实验装置的实物

2 自制实验装置的应用

2.1 在理论和实验教学中的应用

专业教师参与实验装置的研制,有利于自身教学水平和科研能力的提高,在研制实验装置过程中不断接触科研前沿知识,同时也给传统理论教学补充“新鲜血液”。而学生在教师的指导下,利用其学到的专业知识,可对实验装置进行试制和优化。学生在自制实验装置过程中,还可实现对所学理论知识的巩固和进一步提升,培养其创新意识和工程实践能力。

实验教学在高校人才培养中起着重要的作用,通过实践活动帮助学生理解理论知识,提升学生的动手能力,是高校培养高质量应用创新型人才的重要保障^[11-12]。这台雾化液滴燃烧合成纳米粉末的装置应用于专业实验教学和理论教学中。在“材料成型专业导论”课程中,由于授课对象是材料成型专业新生,为尽快让学生了解专业、以及理解粉末冶金成形和纳米粉末制备的原理,根据学生的兴趣,安排了2学时的用该装置制备纳米粉末的实验课。本科团队学生现场进行实验装置的操作和讲解,并与新生进行互动,讲述自己的设计和制作思路,以及参与该项目的收获与心得体会。目前,该活动已连续在2届学生中开展,得到了新生们的喜爱,新生在感受前沿科技的同

时,加深了对专业知识的理解和对材料成型专业的认可。

依托该实验装置,团队学生精心录制的纳米粉末制备视频,被用于“材料成型工艺”理论课程的教学过程中,安排在第四章“粉末冶金成形中的纳米粉末制备”,作为典型的教学演示视频。该视频实验内容由团队学生全程操作,同时辅助适当讲解和文字说明。利用该实验装置制备纳米粉末,具体的工艺步骤是:先称量一定配比的原料粉末,溶于水形成均匀溶液,然后溶液经超声雾化后成为粒度细小且尺寸均匀的雾化液滴,由惰性气体载入到一定温度的石英管内,在热的作用下,雾化液滴诱发自蔓延燃烧反应,瞬间转变为均匀的纳米粉末。在团队学生的熟练操作过程中,新生们看见初始的溶液经实验装置处理后,神奇的变成了传说中的纳米粉末,爆发出一阵阵惊叹声,极大地激发了学生的学习兴趣,加深了学生对专业知识的理解。

2.2 在本科生培养过程中的应用

湖南科技大学材料科学与工程学院从2016年开始推行优秀本科生导师制培养模式,部分对科研感兴趣的学生通过选拔,根据自己的兴趣和指导老师的研究方向,从一年级开始就分配到老师科研团队。在老师的指导下,学生通过申请和参与各类课外科技创新项目(如学校的卓越学子计划、学院的才苑学子计划、省级和校级的大学生学习和创新计划项目等)或指导老师的其他科研项目,参与科学研究,充分发展其创新能力和实践能力。

2015级材料成型专业的3名本科生从大一开始,在老师的指导下主持了该实验装置的设计和制造。依托该项目,以这3名学生为核心,成立了纳米粉末制备装置团队,吸引了近20名不同专业的本科生,参与该实验装置的研制和纳米粉末的制备,团队成员涵盖了大一到大四的学生。2016年,团队成功申请1项地方高校国家级大学生研究性学习和创新性实验计划项目“超声喷雾-自蔓延低温燃烧反应制备纳米粉末装置的设计与制造(201610534004)”,还承担了3项校级大学生科研创新计划项目(SYZ2016026、SYZ2017071、SYZ2019065)。在实验装置研制成功后,团队依托该实验装置,制备出多种纳米功能材料,并进行了形貌表征和性能测试,积累了大量

有价值的实验数据和结果。在老师的指导下,团队成员总结这些成果,参与申报国家发明专利1项(201711241292.8),发表SCI论文2篇^①、CSCD论文1篇^②。

目前,3名本科生依托该实验装置及根据团队承担的创新实验计划项目内容,完成了毕业设计(论文)工作。在指导老师和项目团队成员的实践和探索中,自制实验装置在本科教学和科研中体现了独特的优势,对学生的创新意识培养和实践能力提升发挥了巨大作用,参与的学生得到了系统的科研能力训练和综合能力培养。如2019年毕业的3名本科生中,王龙和姜博然被评为“省级优秀毕业生”,郭晨光考上了北京科技大学的硕士研究生。三位本科生的毕业论文也取得了较好的成绩(一个优秀,两个良好),且在各自的研究领域或实验范围内,得出许多有意义的成果。

实例一:材料成型专业2015级本科生王龙以“超声喷雾-低温燃烧合成制备纳米粉末的装置”为论文题目,对该装置各部分的工作原理进行了详细分析,并对溶液雾化体系、以及产物粉末收集体系两个部分进行了持续改进。溶液雾化体系由最初采用双流体喷雾器改为超声喷雾器,使雾化液滴的尺寸由20~100 μm 变为0.5~2 μm ,产物粉末颗粒的尺寸均匀,团聚现象基本消除,燃烧气氛由空气改为惰性气体,实现了产物粉末中的碳含量可控;产物粉末收集体系由旋风分离器改为静电集尘器,原因是:采用旋风分离器时,合成的纳米粉末粒径低于旋风分离器可收集粉末的粒径,导致收集效率较低,尤其难以收集到纳米级粉末。而采用静电集尘器具有如下优点:静电集尘器在清洗后可长时间重复使用,维护成本低廉,电子除尘装置空气阻力小,采用独特的对称型板式结构,阻力<25 Pa,集尘效率高,集尘后阻力变化小,集尘器模块化设计可组合成多种规格的装置,灵活适用于各种空间,采用电子式高压发生器,运行稳定,采用超量容尘设计,维护周期间隔相对较长。

实例二:材料成型专业2015级本科生郭晨光的论文题目为“超声喷雾-低温燃烧合成-氮解

制备VN纳米粉末的工艺研究”,以偏钒酸铵、甘氨酸、硝酸铵、葡萄糖为原料,应用该装置首先制备了氧化钒和碳(氯化钠)的混合前驱物,然后采用氨解法制备了VN纳米粉末。研究了反应参数(燃烧温度、燃烧气氛)和不同分散剂(氯化钠、葡萄糖)对VN纳米粉末的影响。研究表明:使用葡萄糖作为分散剂得到的前驱物具有高的比表面积(142 m^2/g),后续制备出的氮化钒/碳复合粉末尺寸最细且表面微型孔洞较多,符合预想形貌。制备前驱物粉末的较佳反应温度为800 $^{\circ}\text{C}$,此时制备的前驱物粉末主要为 VO_2 和 V_2O_5 的混合物。其制备VN纳米粉末粒径更加细小(30 nm左右),且颗粒表面有较多微小孔洞,比表面积为36.5 m^2/g ,表明有大量微介孔结构,用作超级电容器电极材料更有优势。由此可见,采用该实验装置进行研究工作,通过探讨影响前驱物形貌和VN纳米粉末比表面积的因素,寻找较好的实验方案,可为VN纳米粉末制备的工业化提供依据和借鉴。

实例三:材料成型专业2015级本科生姜博然的论文题目为“超声喷雾-低温燃烧合成-氨解制备CrN纳米粉末”,以尿素、硝酸铬、甘氨酸、葡萄糖为主要原料,应用该装置首先采用超声喷雾-低温燃烧法制备、静电收集法收集前驱物,再将前驱物通过氨解法得到氮化铬,并利用X射线衍射(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)、比表面积分析仪(BET)测试制备产物粉末的性能。研究了不同燃料(尿素+硝酸铵、甘氨酸、尿素)和不同葡萄糖含量对CrN纳米粉末的影响。研究表明:尿素+硝酸铵作为燃料制备CrN粉末的尺寸最小,甘氨酸为燃料时得到CrN粉末的尺寸居中,尿素为燃料制备的CrN粉末的尺寸最大;碳-铬比(碳含量)越高,静电集尘器对粉末的吸附性越好,收集效果越好;碳-铬比例到达6:1之后,碳-铬比例升高对收集效果的影响显著减小。

3 结语

自制实验装置是培养本科生创新意识和提高其实践能力的主要途径,也是促进教师教学和科

^① Chenguang Guo, Long Wang. International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, 2018, 70: 232-238; Long Wang, Chenguang Guo. Advanced Powder Technology. 2018, 29(6): 1439-1444.

^② 王龙,郭晨光.矿冶工程,2017,37(6):1-4.

研水平的重要手段。一方面,通过实验装置的制作和使用,学生能够直接看到所学理论知识转化为实际产品的效果,使学生在感性上充分理解知识的力量;另一方面,学生自制实验装置能够使其充分参与实践,加深对所学理论知识的理解和综合运用,提高解决实际问题的能力,激发学生的创新思维,提升学生的综合实践能力,为我国材料类专业培养高质量人才;再一方面,教师在指导学生参与实验装置的研制过程中,老师和学生能够近距离交流,能够更好地践行教与学;此外,在装置的研制过程中,通过查找资料和探讨方案,培养了学生发现、分析和解决问题的能力,也提高了教师自身的教学和科研水平。

参考文献:

- [1] 黄晓玫,李鸿飞,黄涛.强化学生实践能力和创新能力的探索与实践[J].实验技术与管理,2014(2):1-4.
- [2] 宋洋,王志刚.我国环保产业人才发展战略研究[J].科技经济市场,2010(4):80-81.
- [3] 黄晓玫,李鸿飞,黄涛.强化学生实践能力和创新能力的探索与实践[J].实验技术与管理,2014(2):1-4.
- [4] 廖庆敏,秦钢年,蒙艳玫.把自制设备作为实验教学示范中心的特色来建设[J].实验技术与管理,2010(7):121-123.
- [5] 李金华.中国建设制造强国的进程与行动框架[J].南京社会科学,2018(6):14-24.
- [6] 罗金.中俄纳米产业合作研究[D].哈尔滨:黑龙江大学,2018.
- [7] 鲁梦阳,沈佐湘.利用自身优势自制实验设备的探索[J].实验技术与管理,2003(6):103-105.
- [8] 曾垂省,梁亦龙.自主研制实验教学仪器设备的作用及意义[J].实验科学与技术,2010(4):178-180.
- [9] 吴延华,胡家龙,宣丽萍.结合毕业设计加快实验室建设[J].实验室研究与探索,1998(1):95-96.
- [10] 陈友媛,许国辉,刘小丽,等.自制环境工程试验装置,培养学生实践能力[J].实验科学与技术,2015(6):154-157.
- [11] 刘娇月,崔鹏,杨聚庆.自制实验实训设备创新高职实践基地建设[J].实验技术与管理,2013(9):128-131.
- [12] 吴晓雪,王美妮,谷军,等.S7-1200 实验装置的设计与应用[J].电子设计工程,2013(9):128-131.

Development of the Device for Synthesizing Nano-powder by Self-propagating Combustion of Atomized Droplets and Its Application in Teaching

CHU Aimin, LIU Wenhui, CHEN Yuqiang, CHEN Zhigang, ZHANG Huajian

(School of Materials Science and Engineering, Hunan University of Science and Technology, Xiangtan 411201, China)

Abstract: Self-made experimental device plays an active role in cultivating innovative consciousness and improving practical ability of undergraduates, promoting teaching effect of teachers and the like. It is also an important means for implementing reform in education of colleges and universities. Through the innovative design of atomization device with inertia gas protection and product electrostatic dust collector, a device for synthesizing nano-powder by self-propagating combustion of atomized droplets was designed and manufactured, which was applied and practiced in teaching and scientific research. The practical results show that the experimental device plays an important role in the cultivation of undergraduates' innovative consciousness and practical ability, which is helpful to promote the teaching effect of teachers, and is also suitable for students to carry out innovative research on the preparation of nano-materials, and meets the actual needs of colleges and universities to promote undergraduate teaching and improve the level of scientific research.

Key words: self-made experimental device; promoting undergraduate teaching; improving scientific research level; teaching reform in colleges and universities

(责任校对 钟丽)