



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107724074 A

(43)申请公布日 2018.02.23

(21)申请号 201710658163.2

(22)申请日 2017.07.31

(71)申请人 山东人文置业有限公司

地址 272100 山东省济宁市古槐路西、机电
一路北(人文嘉园沿街商业)

(72)发明人 张荷新 蔺洪耀 李叶 陆阳
潘学理

(51)Int.Cl.

D06M 13/21(2006.01)

D06M 11/38(2006.01)

D06M 13/144(2006.01)

C08B 37/08(2006.01)

A61L 15/28(2006.01)

A61L 26/00(2006.01)

A61K 8/73(2006.01)

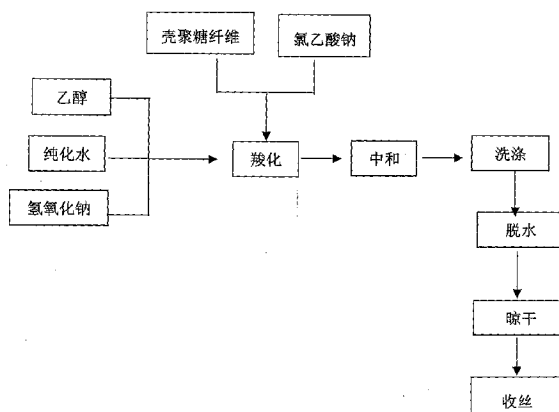
权利要求书1页 说明书2页 附图1页

(54)发明名称

一种水溶性壳聚糖纤维的制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种以不溶于水的壳聚糖纤维为原料,采用氯乙酸钠为反应剂制备水溶性壳聚糖纤维的生产工艺新方法,其特征在于:采用氯乙酸钠为反应试剂,反应体系为一定浓度的碱醇溶液。所制备的壳聚糖纤维能够在pH为6.0-8.0的范围内溶解,并保证干断裂强度 $\geq 1.15\text{cN/dtex}$,取代度为 $>70\%$,纯度 $\geq 80\%$ 。达到此项技术要求的壳聚糖纤维能够保持高抑菌性、柔软性、透气性及吸湿性,可用于织物及无纺布产品的制造,广泛用于医用敷料及化妆品原料技术领域。



1. 一种水溶性壳聚糖纤维的制备方法,其特征在于:制备方法

称取一定量的壳聚糖纤维投入到反应器中,加入10~20倍壳聚糖纤维重量的10~20%浓度的NaOH乙醇溶液,乙醇溶液浓度为60%~80%,再将2.0~3.0倍壳聚糖纤维重量的氯乙酸钠加入到体系中,在50~70℃保温条件下反应3.0~6.0h。反应结束后固液分离,用稀酸在乙醇溶液中调物料pH至中性,再用70~80%浓度的乙醇溶液洗涤两次,90~99%浓度乙醇脱水一次,晾干得产物。

2. 如权利要求1所述的水溶性壳聚糖纤维的制备方法,其特征在于:采用氯乙酸钠为反应试剂,采用一定浓度的碱醇溶液为反应体系。

3. 如权利要求1所述的水溶性壳聚糖纤维的制备方法,其特征在于:所述水溶性羧甲基壳聚糖纤维的干断裂强度 $\geq 1.15\text{cN/dtex}$, pH6.0-8.0,取代度为 $>70\%$,纯度 $\geq 80\%$ 。

一种水溶性壳聚糖纤维的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于医用敷料及化妆品原料技术领域,公开了一种水溶性壳聚糖纤维的制备方法。

背景技术:

[0002] 壳聚糖是一种具有优良的生物相容性、抗菌能力,止血能力和可生物降解的天然高分子材料,具有良好的成纤性。壳聚糖纤维即是以壳聚糖为主要原料,在适当的溶剂中将其溶解,配制成一定浓度的胶体纺丝原液,再经喷丝、凝固成形、拉伸等工艺,制备成具有一定机械强度的高分子功能性材料。

[0003] 但由于壳聚糖只溶于酸性溶液而不溶于水的特性,目前壳聚糖纤维大部分用于织物及无纺布的产品的制造,限制了其在可溶性医用卫生材料及化妆品等领域的应用。由于纯壳聚糖纤维的高抑菌性、柔软性、透气性及吸湿性非常好,因此如何制备低成本、高性能的水溶性壳聚糖纤维成为医药及化妆品领域技术人员亟待解决的难题。

[0004] 本发明将壳聚糖纤维进行接枝反应,羧化处理后可保持纤维的形态,并且能够在较广泛的pH范围内溶解,具有优良的吸湿保湿性、生物相容性、广谱抗菌性及生物可降解性等特殊功能,在医药、化妆品和生物保健品等领域有广泛的应用前景,具有巨大的经济效益和社会效益。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于:

[0006] 针对市场需求及现有技术存在的缺陷,本发明所要解决的技术问题是,提供一种成本低廉、操作简便,节能降耗,应用广泛,具有纤维形态的水溶性壳聚糖纤维,本发明所采取的技术方案是:一种水溶性壳聚糖纤维的制备方法,包括以下制备步骤:

[0007] 称取一定量的壳聚糖纤维投入到反应器中,加入10~20倍壳聚糖纤维重量的5~15%浓度的NaOH乙醇溶液,乙醇溶液浓度为60%~80%,再将2.0~3.0倍壳聚糖纤维重量的氯乙酸钠加入到体系中,在50~70℃保温条件下反应3.0~6.0h。反应结束后固液分离,用稀酸在乙醇溶液中调物料pH至中性,再用70~80%浓度的乙醇溶液洗涤两次,90~99%浓度乙醇脱水一次,晾干得产物。产物干断裂强度 $\geq 1.15\text{cN/dtex}$,pH 6.0~8.0,取代度 $> 70\%$,纯度 $\geq 80\%$ 。

[0008] 本发明相比现有壳聚糖羧化反应技术具有制备过程简单、易于控制、成本低等优点,具体如下:

[0009] 1、此发明采用氯乙酸钠代替常规的氯乙酸进行反应,便于运输、储存,无刺激性及腐蚀性,操作简便,对反应设备材质的要求极低,极大地改善了生产环境。

[0010] 2、此发明反应时间较短,碱的用量较少,原材料成本较低,工序简单,简化了生产流程配套设备,大幅降低了产品的制造成本。

[0011] 3、此发明制备的产品水溶性较好,在广泛的pH范围内均能够完全溶解,产物具有

纤维柔软形态,干断裂强度 $\geq 1.15\text{cN/dtex}$,pH 6.0–8.0,取代度 $>70\%$,纯度 $\geq 80\%$ 。

[0012] 总之,本发明制备的壳聚糖纤维是一种新型水溶性生物材料,其制备过程简单,工作环境无刺激,生产流程较传统工艺简化,生产成本及对设备的要求极低,具有纤维形态的水溶性壳聚糖必将为医用敷料及化妆品行业的发展带来巨大的潜力。

附图说明

[0013] 附图是水溶性壳聚糖纤维制备过程示意图,详见说明书附图。

具体实施方式

[0014] 下面通过具体实施例进一步说明对本发明实施方式。

[0015] 实施例1:

[0016] 向安装有电动搅拌器的烧杯中加入200ml 65%的乙醇溶液,称量20gNaOH投入烧杯中,开启搅拌使其溶解均匀,加入20g壳聚糖纤维,再称量50g氯乙酸钠加入反应体系中,60℃保温条件下反应4.0h,反应结束后沥干反应液,用稀酸在乙醇溶液中调物料pH至中性,再用75%浓度的乙醇溶液洗涤两次,95%浓度乙醇脱水一次,晾干得产物,检测干断裂强度 1.15cN/dtex ,pH 7.4,取代度96.9%,纯度87.0%。

[0017] 实施例2:

[0018] 向安装有电动搅拌器的烧杯中加入200ml 70%的乙醇溶液,称量25gNaOH投入烧杯中,开启搅拌使其溶解均匀,加入20g壳聚糖纤维,再称量60g氯乙酸钠加入反应体系中,65℃保温条件下反应4.5h,反应结束后沥干反应液,用稀酸在乙醇溶液中调物料pH至中性,再用75%浓度的乙醇溶液洗涤两次,95%浓度乙醇脱水一次,晾干得产物,检测干断裂强度 1.18cN/dtex ,pH 7.5,取代度85.5%,纯度97.4%。

