



[12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 95119358.9

[51]Int.Cl⁶

D01F 4/00

[43]公开日 1996年8月28日

[22]申请日 95.12.8

[71]申请人 中国纺织大学

地址 200051上海市延安西路1882号

[72]发明人 沈德兴 郑志清 孙瑾
钱威尧 吴清基 张尧君

[74]专利代理机构 中国纺织大学专利事务所

代理人 李鸿儒

权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 脱乙酰甲壳质纤维及其制造方法和应用

[57]摘要

本发明公开了脱乙酰甲壳质纤维的制造方法和由此方法得到的脱乙酰甲壳质纤维及其用途。在本发明中, 纺丝浆液含 2—14wt% 的比浓对数粘度为 4.5—5.5 的脱乙酰甲壳质, 1.7—10wt% 的浓度为 2—10% 的乙酸水溶液和 0.02—1.12wt% 的硼酸以及余量水, 配制成的纺丝浆液浓度为 2—14wt%, 将纺丝浆液湿法纺丝, 纺成的纤维纤度 0.8—6.0dtex, 强度为 >18CN/dtex, 伸长 >6%, 该纤维可用作手术缝合线、外科及烧伤烫伤敷料、净化水的过滤材料等。

权 利 要 求 书

1. 一种用湿纺法由脱乙酰甲壳质和溶剂组成的脱乙酰甲壳质浆液制取脱乙酰甲壳质纤维的方法, 其特征在于纺丝浆液含2-14wt%的比浓对数粘度为4.5-5.5的脱乙酰甲壳质, 1.7-10wt%的浓度为2-10%的乙酸水溶液和0.02-1.12wt %的硼酸以及余量水, 配制成的纺丝浆液浓度为2-14wt%, 将纺丝浆液湿法纺丝, 挤出后的丝束可以拉伸, 拉伸倍数为1-2倍, 纤维需经热水和乙醇洗涤。
2. 一种用权利要求1所述方法制造的脱乙酰甲壳质纤维, 其特征在于单丝纤度为0.8-6.0dtex, 强度为1.8CN/dtex或更高。
3. 用权利要求 2所述的脱乙酰甲壳质纤维所制的可吸收手术缝合线。
4. 用权利要求 2所述的脱乙酰甲壳质纤维所制的无纺布, 外科及烧烫伤敷料。
5. 用权利要求2所述的脱乙酰甲壳质纤维所制的内衣、内裤。
6. 用权利要求2所述的脱乙酰甲壳质纤维所制的创伤止血棉。
7. 用权利要求2所述的脱乙酰甲壳质纤维所制的饮用水过滤材料。

说明书

脱乙酰甲壳质纤维及其制造方法和应用

本发明涉及脱乙酰甲壳质纤维的制造方法和由此方法得到的脱乙酰甲壳质纤维及其用途。

甲壳质是一种广泛分布于自然界中的一种多糖，是各种真菌的细胞壁和虾、蟹、昆虫等外壳的主要成分。甲壳质可以从不同来源中提取，现商业上销售的甲壳质一般从虾、蟹壳中提取并纯化。甲壳质具有生物活性，无毒性；具有经体内溶菌酶分解后可被机体组织吸收的性能；能促进伤口愈合，增强免疫能力，因此，研制甲壳质成为一种既能消炎止血，抑制细菌感染，又可为人体吸收的天然高分子外科敷料，无疑对外科医疗及减少病员痛苦具有现实意义。

本专利发明者在 CN1109530A 专利中说明了甲壳质纤维及其制造方法和应用，由于使用的溶剂为氯化锂和二甲基乙酰胺（或 N-甲基吡咯烷酮）的混合溶剂，该两种溶剂价格较贵，而且由于环境保护的需要，溶剂必须回收，因此，纤维制造费用较高。

本发明的目的在于提出一种脱乙酰甲壳质纤维的制造方法。

本发明的另一种目的是提供一种脱乙酰甲壳质纤维。

脱乙酰甲壳质和甲壳质化学结构相似，区别仅仅在于甲壳质 C-2 上连接的是乙酰胺基 ($-\text{NHCOCH}_3$)，脱乙酰甲壳质 C-2 上连接的是氨基 ($-\text{NH}_2$)。两者具有相似的性质，但是由于本发明使用的脱乙酰甲壳质溶剂为乙酸水溶液，其价格低廉，且无需进行回收，其所得纤维成本可比甲壳质纤维的成本降低 30% 左右，从而可较大幅度的降低其制品成本，促进该类纤维制品的推广应用。

说明书

本发明提供了由脱乙酰甲壳质和乙酸水溶液为溶剂组成的脱乙酰甲壳质浆液，采用了湿法纺丝，制取脱乙酰甲壳质纤维的方法。由市售的脱乙酰甲壳质经过用常规方法粉碎、水洗和干燥，得到比浓对数粘度为 4.5-5.5 的脱乙酰甲壳质，然后与浓度为 2-10% 的乙酸混合，加入重量为脱乙酰甲壳质 1-8 % 的硼酸 (H_3BO_3)，配制成脱乙酰甲壳质浓度为 2-4wt% 的纺丝浆液；进一步的，纺丝浆液含 2-14wt% 的比浓对数粘度为 4.5-5.5 的脱乙酰甲壳质，1.7-10wt% 的浓度为 2-10% 的乙酸水溶液和 0.02-1.12wt% 的硼酸以及余量水，配制成的纺丝浆液浓度为 2-14wt%，纺丝浆液经过滤和真空脱泡处理后，用计量泵输送到纺丝帽挤出，纺丝帽的孔径为 0.06-0.12mm，孔数为 60-1000 孔；挤出后的丝束进入 5-40℃ 的凝固浴边凝固边拉伸，凝固浴的组成为氢氧化钠与乙醇的混合液，其中氢氧化钠的比例是 5-20wt%，其余为浓度 98% 的乙醇，纤维的拉伸倍数为 1-2 倍；凝固后的纤维通过 40-90℃ 的热水处理，然后经无水乙醇浸洗，再经水洗涤和干燥，制得脱乙酰甲壳质纤维。

由本发明方法制得的脱乙酰甲壳质纤维，单丝纤度 0.8-6.0 dtex，强度为 1.8CN/dtex 或更高。

上述脱乙酰甲壳质纤维可制造各种规格的缝合线，用于外科手术，并且可被人体组织吸收；纺制成短纤维，经开松、成网、针刺(或浸轧)，可制成医用无纺布，用于烫伤、烧伤及其他溃疡或褥疮等有显著疗效；可以制成止血棉和过滤毡，用于各种创口渗血处止血和水的净化过滤。

说明书

比较现有技术，本发明有以下优点：

1. 本发明脱乙酰甲壳质纤维的制造方法使用的溶剂安全可靠，无需回收，处理简便，成本低。
2. 本发明脱乙酰甲壳质纤维制造方法中加入硼酸，所配制的纺丝浆液性质稳定，纺丝操作性能良好。
3. 本发明方法制取的脱乙酰甲壳质纤维纤度为 $0.8-6.0\text{dtex}$ ，强度为 $>1.8\text{CN/dtex}$ ，伸长 $>6\%$ ，符合缝合线、无纺布、医用敷料、棉织物的加工要求。
4. 本发明方法制取的脱乙酰甲壳质纤维经上海市生物材料研究所测试中心测试，对人体无毒性，无刺激，无过敏，并可被人体组织吸收。
5. 本发明方法制取的脱乙酰甲壳质纤维做成的可吸收手术缝合线、烧烫伤敷料、褥疮敷料经大量临床应用，有消炎、镇痛、促使伤口加速愈合，促进组织生长的功能。
6. 本发明方法制取的脱乙酰甲壳质纤维加工成毡，可做净化水的过滤材料。

在本发明中，所有原材料均可从市场上购得，较好的使用纯度为99%的乙酸，纯度为99.5%的硼酸，水为去离子水或蒸馏水。

以下通过三个实例对本发明作进一步的阐述：

在本发明中，若非特指，所有的百分比均为重量百分比，并且是以脱乙酰甲壳质的量为基础的。

说明书

实施例 1：

将70克经粉碎、水洗、烘干后的比浓对数粘度为4.5的脱乙酰甲壳质粉末放入429.4ml的乙酸溶液中，（其中：8.7ml乙酸，420.7ml水）再加入重量为脱乙酰甲壳质的8wt%的硼酸，配制成重量浓度为14%的浆液。在20℃下搅拌2-3小时，即成均匀的脱乙酰甲壳质纺丝浆液。浆液用400目的不锈钢网过滤，压力控制在0.2-0.5MPa，尔后抽真空脱泡。脱泡后的浆液用计量泵输送至纺丝帽。纺丝帽的孔径0.08mm，孔数60孔。凝固浴为氢氧化钠与乙醇的混合液，氢氧化钠的含量为5wt%，凝固浴的温度5℃，纤维的拉伸倍数为1.3倍，出凝固浴后，纤维用40℃的热水洗涤，然后用乙醇洗，最后再用清水洗涤干燥，即制成脱乙酰甲壳质纤维。纤维单丝纤度1.8dtex，强度1.8CN/dtex，伸长6.1%。纤维经加工可制成烧烫伤敷料，不同规格的手术缝合线，无纺布，止血棉等产品。

实施例 2：

将100克经水洗、烘干后的比浓对数粘度为5.0的脱乙酰甲壳质粉末放入900ml的乙酸溶液中（其中：54.5ml乙酸，845.5ml水），再加入重量为脱乙酰甲壳质的5%的硼酸，配制成浓度为10wt%的浆液。在25℃下搅拌2-3小时，即成为均匀的脱乙酰甲壳质纺丝浆液。浆液用400目的不锈钢网过滤，压力控制在0.2-0.5MPa，尔后抽真空脱泡。经脱泡后的浆液用计量泵输送至纺丝帽。纺丝

说 明 书

帽的孔径0.08mm，孔数200孔。凝固浴为氢氧化钠与乙醇的混合液，氢氧化钠含量为15%，其余为无水乙醇；凝固浴的温度15℃，纤维的拉伸倍数为1.52倍，出凝固浴后，纤维用70℃的热水洗涤，然后用乙醇浸洗，最后再用清水洗涤干净并干燥，即制成脱乙酰甲壳质纤维。纤维单丝纤度2.5dtex，强度2.1CN/dtex，伸长6.0%。可以加工的产品同实施例1。

实施例3：

将30克经水洗、烘干后的比浓对数粘度为5.5的脱乙酰甲壳质粉末放入1470ml的乙酸溶液中（其中：乙酸为118.8ml，水为1351.2ml）再加入重量为脱乙酰甲壳质的1%的硼酸，配制成重量浓度为2%的浆液。在30℃下搅拌3-4小时，即成为均匀的脱乙酰甲壳质纺丝浆液。浆液用400目的不锈钢网过滤，压力控制在0.3-0.5MPa，尔后抽真空脱泡。经脱泡后的浆液用计量泵输送至纺丝帽。纺丝帽的孔径0.12mm，孔数为300孔。凝固浴为氢氧化钠与乙醇的混和液，氢氧化钠含量为20%，其余为无水乙醇，其余条件见实施例1。这样制得的脱乙酰甲壳质纤维品质指标优于上述二个例子，强度为2.3CN/dtex。可加工的产品见实施例1。