

文章编号: 1671-0444 (2018)05-0719-05

# 高吸液性医用纱布制备工艺的优化

钱璐敏<sup>a</sup>, 张斌<sup>a,b</sup>, 张亚军<sup>a</sup>

(东华大学 a. 纺织学院; b. 纺织面料技术教育部重点实验室, 上海 201620)

**摘要:** 为提高羧甲基化医用纱布的吸液性能, 采用二次通用旋转组合设计法对其制备工艺进行优化。建立氢氧化钠质量分数、氯乙酸质量分数、醚化温度与纱布吸液量间的回归数学模型, 并进行了试验验证。结果表明, 各因素对纱布吸液量的影响顺序为氢氧化钠质量分数 > 醚化温度 > 氯乙酸质量分数, 且醚化温度和氢氧化钠质量分数、氯乙酸质量分数间存在交互作用。氢氧化钠质量分数为 18.5%、氯乙酸质量分数为 20%、醚化温度为 59 °C 时, 纱布的吸液量可以达到 6.19 g/g, 且其经向和纬向的断裂强力分别为 168 和 160 N, 符合标准要求。

**关键词:** 医用纱布; 羧甲基化; 吸液性能; 二次通用旋转组合设计

中图分类号: TS 101.4 文献标志码: A

## Optimization of Preparation Technology of High Absorbent Medical Gauze

QIAN Lumin<sup>a</sup>, ZHANG Bin<sup>a,b</sup>, ZHANG Yajun<sup>a</sup>

(a. College of Textiles; b. Key Laboratory of Textile Science & Technology,  
Ministry of Education, Donghua University, Shanghai 201620, China)

**Abstract:** In order to improve the absorption property of carboxymethyl medical gauze, quadratic general rotary design method was used to optimize the preparation process. The regression mathematics model between the mass fraction of sodium hydroxide and chloroacetic acid, etherification temperature and absorption property was established and verified in experiments. The results show that the influence order of the factors on absorption property is the mass fraction of sodium hydroxide > the etherification temperature > the mass fraction of chloroacetic acid. There are interactions between etherification temperature and the mass fraction of sodium hydroxide and chloroacetic acid. The maximum absorption of medical gauze is 6.19 g/g when the mass fraction of sodium hydroxide and chloroacetic acid is 18.5% and 20%, respectively, and etherification temperature is 59 °C. The warp and weft breaking strength of gauze are 168 and 160 N, respectively. They can meet the requirements of medical gauze.

**Key words:** medical gauze; carboxymethylation; absorption property; quadratic general rotary design

皮肤的总表面积达 1.5~2.0 m<sup>2</sup>, 是人体最大的器官<sup>[1]</sup>, 因其直接与外界环境接触而易受伤。受伤的

皮肤在清创后, 常用纱布覆盖包扎, 以保护伤口, 促进愈合。在伤口愈合的初期, 会产生大量渗出液, 纱布需

收稿日期: 2017-05-09

作者简介: 钱璐敏(1993—), 女, 浙江绍兴人, 硕士研究生, 研究方向为医用纺织材料的改性与处理, E-mail: qlm\_2575@163.com

张斌(联系人), 男, 副教授, E-mail: zhangbin@dhu.edu.cn

具备良好的吸液性能<sup>[2]</sup>。然而,目前使用的传统纱布因其吸液性能有限<sup>[3]</sup>,在使用过程中需要频繁更换,以保证伤口的干燥。这不仅增加了纱布用量和医疗费用,而且也增加了医务人员的工作量。

为提高纱布的吸液性能,对其进行羧甲基化改性是行之有效的方之一<sup>[4]</sup>。目前,对医用纱布羧甲基化改性的研究主要集中在制备工艺方面,探讨一些因素对纱布吸液性能的影响<sup>[5-10]</sup>,而涉及工艺优化的较少。张楠楠<sup>[11]</sup>和闫永海<sup>[4]</sup>先后采用正交试验法对羧甲基化棉纱布的制备工艺进行了优化,但该方法获得的最优工艺只能从试验水平中选择。二次通用旋转组合设计是正交回归组合设计的一种,其不仅保留了正交试验的优点,即试验次数比较少、部分消除了回归系数间的相关性,而且具有旋转性,克服了回归正交设计中二次回归预测值的方差依赖于试验点在因子空间中位置的缺点<sup>[12]</sup>。

二次通用旋转组合设计法优化工艺已在较多领域得到了应用,但尚未发现该方法应用于高吸液性医用纱布制备工艺的优化研究中。因此,本文将二次通用旋转组合设计优化法应用于制备高吸液性医用纱布,研究纱布羧甲基化改性中一些重要工艺参数对纱布吸液性能的影响,以获得较优的制备工艺。

## 1 试验

### 1.1 主要材料与试剂

材料:医用脱脂棉纱布(平纹,27.8 tex×27.8 tex,110根/10cm×102根/10cm,曹县康源医用卫生材料有限责任公司)。

试剂:氢氧化钠(平湖化工试剂厂)、氯乙酸(国药集团化学试剂有限公司)、乙酸(上海凌峰化学试剂有限公司)、无水乙醇(常熟市杨园化工有限公司)、氯化钙(上海凌峰化学试剂有限公司)、氯化钠(上海凌峰化学试剂有限公司)。以上试剂均为分析纯。

### 1.2 主要仪器设备

TP-114型电子天平(丹佛仪器北京有限公司),DK-S28型电热恒温水浴锅(上海森信实验仪器有限公司),DHG-9420A型电热鼓风干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司),YG026H-II型电子织物强力机(温州方圆仪器有限公司)。

### 1.3 医用纱布的羧甲基化改性处理

本文采用水媒法进行羧甲基化改性,制备高吸

液性医用棉纱布<sup>[11]</sup>。制备流程:纱布→碱化→醚化→中和、洗涤、烘干→高吸液性纱布。具体试验操作:裁剪一定大小的纱布,将其放入一定质量分数的氢氧化钠溶液中,在30℃下浸渍20min;配制一定质量分数的氯乙酸溶液后,将溶液pH值调至醚化所需值,放入纱布,在一定温度下醚化处理5h后用乙酸调节pH值至中性;再用乙醇/蒸馏水(体积比为80/20)洗涤纱布数次,烘干后即得产物。

### 1.4 医用纱布吸液性能的测试

本文参照国际上常用的测试创面用敷料吸湿性的方法<sup>[13]</sup>,采用吸湿称重法测试纱布的吸液性能。裁制5cm×5cm纱布,准确称量其干质量为 $m_0$ ,将其放入142mmol/L NaCl和2.5mmol/L CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O的混合溶液(1L)中,吸液30min,取出纱布,悬挂30s后,称取纱布的湿质量为 $m_1$ 。单位质量纱布的吸液量(Q)计算如式(1)所示。

$$Q = \frac{m_1 - m_0}{m_0} \quad (1)$$

### 1.5 医用纱布力学性能的测试

采用电子织物强力机,将在20℃、相对湿度为65%的恒温恒湿条件下平衡回潮48h后的试样进行经纬向拉伸断裂性能测试<sup>[14]</sup>。试样宽度为50mm,夹持距离为100mm,预加张力为0.2cN,拉伸速度为100mm/min。

## 2 结果与讨论

### 2.1 回归方程的建立

前期试验发现氢氧化钠质量分数、氯乙酸质量分数和醚化温度对纱布吸液性能的影响较大,因此在前期试验的基础上,确定每个因素的水平进行二次通用旋转组合设计,试验的因素、水平及编码如表1所示。

表1 试验的因素、水平及编码

Table 1 The experimental factors, levels and coding

因素	水平				
	1.682	1.000	0	-1.000	-1.682
氢氧化钠质量分数( $X_1$ )/%	23.41	20.00	15.00	10.00	6.59
氯乙酸质量分数( $X_2$ )/%	23.36	22.00	20.00	18.00	16.64
醚化温度( $X_3$ )/℃	76.82	70.00	60.00	50.00	43.18

根据二次通用旋转组合设计的参数表<sup>[15]</sup>,当试验因素为3时,零水平、析因和星号臂上试验次数分

别为6、8和6,因此试验总次数为20次,试验的具体方案和结果如表2所示。

表2 二次通用旋转组合设计试验方案及结果

Table 2 The experimental schemes and results in quadratic general rotary design

方案	氢氧化钠 质量分数( $X_1$ )	氯乙酸质量 分数( $X_2$ )	醚化温度 ( $X_3$ )	吸液量( $Y_1$ )/ ( $g \cdot g^{-1}$ )
1	1.000	1.000	1.000	4.89
2	1.000	1.000	-1.000	5.35
3	1.000	-1.000	1.000	5.00
4	1.000	-1.000	-1.000	5.25
5	-1.000	1.000	1.000	3.50
6	-1.000	1.000	-1.000	2.19
7	-1.000	-1.000	1.000	4.15
8	-1.000	-1.000	-1.000	2.14
9	-1.682	0	0	2.01
10	1.682	0	0	5.40
11	0	-1.682	0	3.56
12	0	1.682	0	3.91
13	0	0	-1.682	4.65
14	0	0	1.682	5.70

(续表)

方案	氢氧化钠 质量分数( $X_1$ )	氯乙酸质量 分数( $X_2$ )	醚化温度 ( $X_3$ )	吸液量( $Y_1$ )/ ( $g \cdot g^{-1}$ )
15	0	0	0	5.84
16	0	0	0	5.76
17	0	0	0	5.69
18	0	0	0	5.85
19	0	0	0	5.79
20	0	0	0	5.92

根据表2结果,利用最小二乘法计算各项回归系数,然后将其代入方程,所得纱布吸液量( $Y_1$ )与3个因素( $X_1$ 、 $X_2$ 和 $X_3$ )间的回归方程如式(2)所示。

$$Y_1 = 5.81 + 1.04X_1 - 0.001565X_2 + 0.32X_3 + 0.07X_1X_2 - 0.5X_1X_3 - 0.11X_2X_3 - 0.75X_1^2 - 0.74X_2^2 - 0.23X_3^2 \quad (2)$$

## 2.2 回归方程的方差分析和显著性检验

对回归方程式(2)进行方差分析,结果如表3所示。

表3 回归方程的方差分析结果

Table 3 Variance analysis results of regression equation

变异来源	平方和(SS)	自由度(df)	均方(MS)	F值	显著水平P
模型	33.21	9	3.69	$F_2 = 195.95$	$< 0.0001$
$X_1$	14.79	1	14.79	785.35	$< 0.0001$
$X_2$	0.00003345	1	0.00003345	0.001776	0.9672
$X_3$	1.4	1	1.4	74.46	$< 0.0001$
$X_1X_2$	0.044	1	0.044	2.31	0.1594
$X_1X_3$	2.03	1	2.03	107.81	$< 0.0001$
$X_2X_3$	0.1	1	0.1	5.50	0.041
$X_1^2$	8.19	1	8.19	435.08	$< 0.0001$
$X_2^2$	7.96	1	7.96	422.92	$< 0.0001$
$X_3^2$	0.79	1	0.79	42	$< 0.0001$
剩余	0.19	10	0.019		
失拟	0.16	5	0.031	$F_1 = 4.91$	0.0529
误差	0.032	5	0.006377		
总和	33.4	19			

由表3可知,回归方程的失拟检验 $F_1 = 4.91 < F_{0.05}(5, 5) = 5.05$ ,且 $P > 0.05$ ,差异不显著,说明未控制因素对试验结果影响很小,拟合不足可排除。模型 $F_2 = 195.95 > F_{0.01}(9, 10) = 4.94$ ,且 $P < 0.01$ ,达到极显著水平,说明方程的预测值与实际值拟合良好。在显著水平 $\alpha = 0.05$ 的条件下剔除方程式(2)的不显著项 $X_2$ 和 $X_1X_2$ 后,得到优化后的回归方程如式(3)所示。

$$Y_1 = 5.81 + 1.04X_1 + 0.32X_3 - 0.5X_1X_3 - 0.11X_2X_3 - 0.75X_1^2 - 0.74X_2^2 - 0.23X_3^2 \quad (3)$$

## 2.3 因素的影响顺序分析

由于回归方程是经无量纲线性编码代换后所得,因此,可以直接通过比较各项回归系数绝对值的大小来判断各因子的重要性。由式(2)可知,各因素

在试验范围内对纱布吸液性能的影响顺序为: 氢氧化钠质量分数( $X_1$ ) > 醚化温度( $X_3$ ) > 氯乙酸质量分数( $X_2$ )。

## 2.4 因素间的交互作用分析

因素间的交互作用分析是将其中 1 个因素在零水平固定, 然后将余下 2 个因素进行交互作用分析。由表 3 可知, 仅  $X_1X_3$  和  $X_2X_3$  存在因素间的交互作用, 且达到显著水平  $\alpha = 0.05$ , 因此对此两组因素进行交互作用分析, 结果如图 1 和 2 所示。

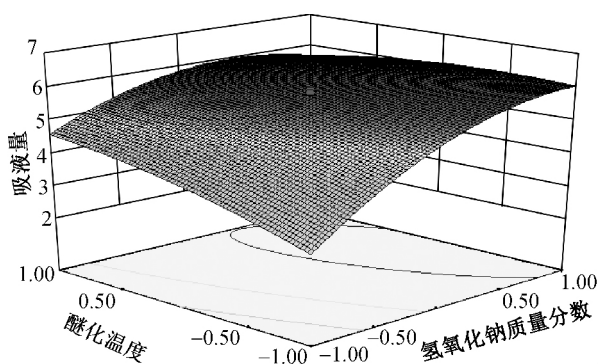


图 1 醚化温度与氢氧化钠质量分数间的交互作用

Fig. 1 Interaction of etherification temperature and mass fraction of sodium hydroxide

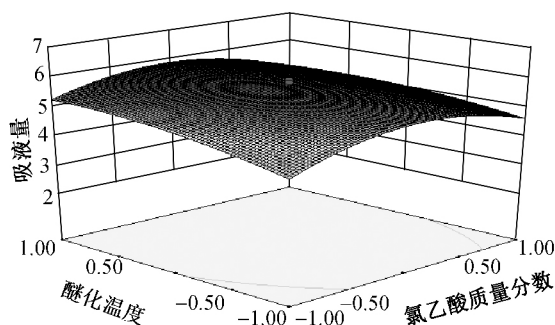


图 2 醚化温度与氯乙酸质量分数间的交互作用

Fig. 2 Interaction of etherification temperature and mass fraction of chloroacetic acid

由图 1 可知, 当醚化温度和氢氧化钠质量分数均处于较低水平时, 纱布的吸液量也最低。当醚化温度处于零水平以下, 氢氧化钠质量分数对纱布吸液量的影响比较明显, 且随着氢氧化钠质量分数的增大, 纱布的吸液量呈增加趋势。因为当氢氧化钠质量分数较低时, 溶液中钠离子较少, 纱布中的纤维素与钠离子结合生成的碱纤维素也较少, 从而降低了纱布中纤维素的反应活性, 同时较低的醚化温度也不利于醚化反应的进行, 因此纱布的吸液量较低; 当氢氧化钠质量分数增大以后, 纱布中部分因被碱化而生成的碱纤维素含量增加, 使得这部分碱化的

纤维素反应活性增加, 即使在较低的醚化温度下, 这些被碱化的纤维素也能发生醚化反应, 将羧甲基引入被碱化的纤维素大分子链中, 提高了纱布的吸液量。

由图 2 可知, 纱布的吸液量随着醚化温度和氯乙酸质量分数的增大呈先增加后减小的趋势, 且在醚化温度的任意水平, 醚化温度和氯乙酸质量分数成抛物线关系。这可能是因为适当增加氯乙酸质量分数和醚化温度, 会使纱布中因被碱化而生成的碱纤维素有更多的机会接触氯乙酸, 并与之反应生成羧甲基纤维素, 从而有利于纱布吸液量的提高; 但若氯乙酸质量分数增加过多, 则会使反应体系的碱性下降, 抑制醚化反应的进行, 从而降低纱布的吸液量。

## 2.5 工艺参数的寻优与验证

### 2.5.1 工艺参数的寻优

利用 Design-Expert 软件对回归方程进行预测分析<sup>[16]</sup>, 以纱布吸液量作为优化指标, 在试验范围内得到的一组较优的工艺如表 4 所示。

表 4 优化工艺参数及性能预测值

Table 4 Optimization of process parameters and performance prediction

工艺参数的编码值			预测吸液量 ( $Y_1$ )/(g·g <sup>-1</sup> )
氢氧化钠质量 分数 ( $X_1$ )	氯乙酸质量 分数 ( $X_2$ )	醚化温度 ( $X_3$ )	
0.73	0.04	-0.11	6.17

由表 4 解码可得, 氢氧化钠质量分数为 18.5%, 氯乙酸分数为 20.08%, 醚化温度为 58.9 °C, 此时纱布吸液量最大为 6.17 g/g。为方便实际操作, 简化工艺: 氢氧化钠质量分数为 18.5%, 氯乙酸质量分数为 20%, 醚化温度为 59 °C。

### 2.5.2 验证试验

采用上述优化工艺条件所制备的纱布吸液量为 6.19 g/g, 与预测值 6.17 g/g 较接近, 表明建立的回归模型准确合理。改性前纱布的经、纬向断裂强力分别为 127 和 109 N, 改性后纱布的经、纬向的断裂强力分别提升至 168 和 160 N。脱脂棉纱布标准<sup>[13]</sup>中要求纱线线密度为 27.8 tex×27.8 tex、经纬密为 110 根/10 cm×102 根/10 cm 的纱布经向强力需达到 85 N, 纬向强力需达到 60 N, 由此可知改性后的纱布强力符合标准要求。

## 3 结 论

(1) 通过二次通用旋转组合设计法探究得到各

因素对纱布吸液量的影响顺序为:氢氧化钠质量分数 > 醚化温度 > 氯乙酸质量分数,且醚化温度和氢氧化钠质量分数、氯乙酸质量分数间存在交互作用。

(2) 通过二次通用旋转组合设计优化得到制备高吸液性医用纱布较优工艺:氢氧化钠质量分数为 18.5%,氯乙酸质量分数为 20%,醚化温度为 59 °C。在此条件下,纱布的吸液量可以达到 6.19 g/g,且其经向和纬向的拉伸断裂强力分别为 168 和 160 N,符合标准要求。

### 参 考 文 献

- [1] 赵成如, 史文红, 金刚. 医用敷料[J]. 中国医疗器械信息, 2007, 13(7): 15-21.
- [2] 姜怀. 功能纺织品开发与应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2013: 315-320.
- [3] 俞莉玉, 郭腊梅, 田永龙. 羧甲基棉纤维水凝胶的制备与性能[J]. 中国新技术新产品, 2016(1): 46-47.
- [4] 闫永海. 棉织物羧甲基化改性工艺研究[D]. 青岛: 青岛大学纺织服装学院, 2013.
- [5] DAI H L, TAN M Y, GUO L M. Study on absorbency and strength of the carboxymethyl medical cotton gauze [J]. Advanced Materials Research, 2013, 821/822: 502-510.
- [6] 密叶. CMC 吸水性纱布的制备与吸附性能研究[D]. 青岛: 青岛大学化学化工学院, 2013.
- [7] 戴海玲. 高吸水性医用棉纱布的制备及性能研究[D]. 上海: 东华大学纺织学院, 2014.
- [8] 张楠楠, 赵瑾朝, 张传杰, 等. 医用棉纱布的羧甲基化改性[J]. 武汉纺织大学学报, 2012, 25(3): 12-16.
- [9] PARIKH D V. Carboxymethylation-cotton for wound care management[M]. New York: American Chemical Society, 2001: 115-124.
- [10] CHEN J H, LAN J Q, LI K Y, et al. Preparation of a partially carboxymethylated cotton gauze and study of its hemostatic properties[J]. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2016, 62: 407-416.
- [11] 张楠楠. 羧甲基化改性纤维素医用敷料的制备与性能研究[D]. 武汉: 武汉纺织大学化学与化工学院, 2013.
- [12] 郁崇文, 汪军, 王新厚. 工程参数的最优化设计[M]. 上海: 东华大学出版社, 2003: 109-128.
- [13] 秦益民. 创面用敷料的测试方法[J]. 产业用纺织品, 2006, 24(4): 32-36.
- [14] 山东省医疗器械产品质量检验中心. 脱脂棉纱布、脱脂棉黏胶混纺纱布的性能要求和试验方法: YY 0331—2006[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
- [15] 李云雁, 胡传荣. 实验设计与数据处理[M]. 北京: 化学工业出版社, 2008: 12-25.
- [16] 葛宜元. 试验设计方法与 Design-Expert 软件应用[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2015: 14-35.
- [7] 戴海玲. 高吸水性医用棉纱布的制备及性能研究[D]. 上海: 东华大学纺织学院, 2014.
- [8] 张楠楠, 赵瑾朝, 张传杰, 等. 医用棉纱布的羧甲基化改性[J]. 武汉纺织大学学报, 2012, 25(3): 12-16.
- [9] PARIKH D V. Carboxymethylation-cotton for wound care management[M]. New York: American Chemical Society, 2001: 115-124.
- [10] CHEN J H, LAN J Q, LI K Y, et al. Preparation of a partially carboxymethylated cotton gauze and study of its hemostatic properties[J]. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2016, 62: 407-416.
- [11] 张楠楠. 羧甲基化改性纤维素医用敷料的制备与性能研究[D]. 武汉: 武汉纺织大学化学与化工学院, 2013.
- [12] 郁崇文, 汪军, 王新厚. 工程参数的最优化设计[M]. 上海: 东华大学出版社, 2003: 109-128.
- [13] 秦益民. 创面用敷料的测试方法[J]. 产业用纺织品, 2006, 24(4): 32-36.
- [14] 山东省医疗器械产品质量检验中心. 脱脂棉纱布、脱脂棉黏胶混纺纱布的性能要求和试验方法: YY 0331—2006[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
- [15] 李云雁, 胡传荣. 实验设计与数据处理[M]. 北京: 化学工业出版社, 2008: 12-25.
- [16] 葛宜元. 试验设计方法与 Design-Expert 软件应用[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2015: 14-35.

(责任编辑: 郭小敏)

(上接第 718 页)

- [5] GOTO H, ICHINO S, KUROZAKI S. Fibre motion in roller drafting [J]. Journal of the Textile Institute (Transactions), 1957, 48(10): T389-T404.
- [6] GRISHIN P F. A theory of drafting and its practical applications [J]. Journal of The Textile Institute, 1954, 45(2): 167-266.
- [7] RAO J S. A mathematical model for the ideal sliver and its applications to the theory of roller drafting [J]. Journal of the Textile Institute (Transactions), 1961, 52(12): T571-T600.
- [8] MARTINDALE J G. A correlation periodograph for the measurement of periods in disturbed wave-forms [J]. Journal of the Textile Institute (Transactions), 1941, 32(5): 71-82.
- [9] MARTINDALE J G. Irregularities in rovings and yarns [J]. Journal of the Textile Institute (Proceedings), 1942, 33(2): P9-P22.
- [10] MARTINDALE J G. A new method of measuring the irregularity of yarns with some observations on the origin of irregularities in worsted slivers and yarns [J]. Journal of the Textile Institute (Transactions), 1945, 36(3): T35-T47.
- [11] 林倩, 郁崇文. 纤维线密度及直径不均匀对成纱条干的影响[J]. 东华大学学报(自然科学版), 2009, 35(3): 299-303.
- [12] LIN Q, YAN G S, YU C W. The analysis of the influence of fiber length distribution on the theoretical and additional unevenness of yarn [J]. Fibers and Polymers, 2010, 11(2): 266-270.
- [13] LIN Q, YAN G S, YU C W. Effect of fiber length distribution and fineness on theoretical unevenness of yarn [J]. Journal of the Textile Institute, 2011, 102(3): 214-219.
- [14] YAN G S, ZHU J, YU C W. A new approach to theoretical yarn unevenness: A binomial distribution model [J]. Journal of the Textile Institute, 2010, 101(8): 753-757.
- [15] 严广松, 苏玉恒, 朱进忠. 纱线条干不匀的随机模拟 [J]. 纺织学报, 2012, 33(1): 33-37.
- [16] 严广松, 苏玉恒. 理想纱条的纤维排列与随机过程分析 [J]. 河南工程学院学报(自然科学版), 2014, 26(1): 1-5.
- [17] KUANG X Q, YAN G S, JIANG Z, et al. A new mathematical expression of yarn limit unevenness [J]. Fibers and Polymers, 2013, 14(11): 1943-1946.
- [18] 麻宝龙, 汪军. 运用离散事件仿真的罗拉牵伸模型 [J]. 纺织学报, 2016, 37(2): 125-132.
- [19] 郁崇文. 纺纱学 [M]. 北京: 中国纺织出版社, 2009.
- [20] 张文康. 罗拉牵伸原理 [M]. 上海: 东华大学出版社, 2011.
- [21] LAW M A, KELTON W D. Simulation modeling and analysis [M]. 3rd ed. New York: McGraw-Hill, 2000.

(责任编辑: 徐惠华)