



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111514366 B

(45) 授权公告日 2021. 11. 30

(21) 申请号 202010457169.5

(22) 申请日 2020.05.26

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 111514366 A

(43) 申请公布日 2020.08.11

(73) 专利权人 山东朱氏药业集团有限公司
地址 273700 山东省菏泽市单县开发区樊
楼路南

(72) 发明人 朱晓肸 朱坤福

(74) 专利代理机构 济南尚本知识产权代理事务
所(普通合伙) 37307

代理人 张晓瑾

(51) Int. Cl.

A61L 17/12 (2006.01) (续)

(56) 对比文件

- CN 1712426 A, 2005.12.28
- WO 2011005375 A3, 2011.03.03
- CN 105079869 A, 2015.11.25
- CN 105601891 A, 2016.05.25
- CN 105920655 A, 2016.09.07
- CN 106543669 A, 2017.03.29
- CN 106977924 A, 2017.07.25
- CN 108992700 A, 2018.12.14
- CN 109251115 A, 2019.01.22
- CN 110817857 A, 2020.02.21
- CN 110947025 A, 2020.04.03

Pramoda KP等.Covalent Bonded Polymer-
Graphene Nanocomposites.《JOURNAL OF
POLYMER SCIENCE PART A-POLYMER
CHEMISTRY》.2010,第48卷(第19期),

Hui Li Shao等.A New Green Process for
Synthesising High Quality PLLA Materials.
《Advanced Materials Research》.2013,第2527
卷

赵长虹.基于聚乳酸和氧化石墨烯的功能化
改性及生物医学应用研究.《中国博士学位论文
全文数据库(医药卫生科技辑)》.2017,(第2
期),

Ma Yu等.Robust and Antibacterial
Polymer/Mechanically Exfoliated Graphene
Nanocomposite Fibers for Biomedical
Applications.《ACS applied materials &
interfaces》.2018,第10卷(第3期),

马明昊等.氧化石墨烯的表面化学修饰及纳
米-生物界面作用机理.《化学学报》.2020,第78
卷(第9期),

Anis Sakinah Zainal Abidin等.Surface
functionalization of graphene oxide with
octadecylamine for improved thermal and
mechanical properties in polybutylene
succinate nanocomposite.《Polymer
Bulletin》.2018,第75卷(第8期), (续)

审查员 陈天奇

权利要求书2页 说明书6页

(54) 发明名称

一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线及其
制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种聚乳酸高强度高抗菌医用
缝合线及其制备方法,由以下质量分的各组分
组成:聚乳酸纳米材料110-130份,脱乙酰化壳聚糖
20-25份,聚乙二醇单甲醚3-5份,茶树油1-2份,
桂皮油2-3份,山梨醇1-2份,甘露醇1-2份;其中,
聚乳酸纳米材料制备方法为:L-丙交酯、正十八

胺改性的氧化石墨烯、催化剂、表面活性剂和抗
菌药物在超临界二氧化碳中反应得到原位包裹
抗菌药物的聚乳酸纳米材料。本发明方法制备的
聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线拉力强度高、打
结牢固、生物相容性好,抗菌能力强。本发明制备
聚乳酸纳米材料的方法无毒无污染,是一种经济
实用、绿色环保的制备方法。

CN 111514366 B

[接上页]

(51) Int.Cl.

A61L 17/10 (2006.01)

A61L 17/06 (2006.01)

A61L 17/00 (2006.01)

(56) 对比文件

狄莹莹等.1聚乳酸/氧化石墨烯纳米复合材料的界面调控与性能研究.《中国塑料》.2019,第33卷(第1期),

1. 一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线,其特征是,由以下质量份的各组分组成:聚乳酸纳米材料110-130份,脱乙酰化壳聚糖20-25份,聚乙二醇单甲醚3-5份,茶树油1-2份,桂皮油2-3份,山梨醇1-2份,甘露醇1-2份;其中,聚乳酸纳米材料制备方法为:(1)将L-丙交酯、正十八胺改性的氧化石墨烯、表面活性剂和抗菌药物加入到预先干燥的反应釜中,65℃-85℃用油泵真空干燥2-3小时;(2)在氩气保护下加入催化剂,升温至130℃-150℃,打入25MPa-30MPa二氧化碳气体;(3)搅拌下反应15-20小时,而后搅拌下降温至室温,排出二氧化碳气体,打开反应釜收集样品即为聚乳酸纳米材料。

2. 根据权利要求1所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线,其特征是,所述的脱乙酰化壳聚糖为脱乙酰化75%~85%的壳聚糖。

3. 根据权利要求1所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线,其特征是,所述的聚乙二醇单甲醚种类为聚乙二醇8000单甲醚、聚乙二醇9000单甲醚和聚乙二醇10000单甲醚中的一种或几种。

4. 根据权利要求1所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线,其特征是,步骤(1)所述的氧化石墨烯种类为单层氧化石墨烯,双层氧化石墨烯和三层氧化石墨烯中的一种或几种。

5. 根据权利要求1所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线,其特征是,步骤(1)所述的氧化石墨烯是使用Staudenmaier法制备的。

6. 根据权利要求1所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线,其特征是,步骤(1)所述的正十八胺改性的氧化石墨烯的制备方法为:将氧化石墨烯超声分散于DMF中,-5℃-5℃下加入草酰氯在80℃-85℃处理反应12-14小时;反应结束后,用二氯甲烷洗涤反应产物,并在50℃-60℃鼓风干燥10-12小时,得到酰氯基团功能化的氧化石墨烯;而后将酰氯基团功能化的氧化石墨烯超声分散于DMF中,加入三乙胺和正十八胺,将混合物100℃-110℃反应10-15小时;过滤黑色产物,用少量乙醇洗涤并在70℃-80℃鼓风干燥8-10小时得到正十八胺改性的氧化石墨烯。

7. 根据权利要求1所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线,其特征是,步骤(1)所述的表面活性剂种类为辛基酚聚氧乙烯醚和壬基酚聚氧乙烯醚的一种或两种。

8. 根据权利要求1所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线,其特征是,步骤(1)所述的抗菌药物种类为青霉素和红霉素中的一种或两种。

9. 根据权利要求1所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线,其特征是,步骤(2)所述的催化剂为乳酸亚锡、乳酸铝和乳酸锌中的一种或几种。

10. 根据权利要求1所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线,其特征是,步骤(1)和步骤(2)所述的L-丙交酯、正十八胺改性的氧化石墨烯、表面活性剂、抗菌药和催化剂质量份数为(100-120):(5-8):(2-3):(1-2):(2-3)。

11. 如权利要求1-10任一项所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线的制备方法,其特征是,包括如下步骤:

(a) 制备缝合线纤维:将聚乳酸纳米材料,脱乙酰化壳聚糖,聚乙二醇单甲醚,茶树油,桂皮油,山梨醇和甘露醇混合均匀,升温至75℃-85℃,以200-300r/min的速度搅拌5-8h,升温至115-125℃,用双螺杆挤出机挤出,水冷,风干,切粒得到母粒;升温至190-220℃使母粒熔融,脱泡,通过喷丝板得到初级纤维;将初级纤维在50-60℃的水浴中拉伸,得到缝合

线纤维；

(b)干燥灭菌：将缝合线纤维使用环氧乙烷进行进一步干燥灭菌得到干燥的聚乳酸高强度高抗菌缝合线。

12. 根据权利要求11所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线的制备方法，其特征是，步骤(b)所述的环氧乙烷灭菌浓度为250mg/L-350mg/L。

13. 根据权利要求11所述的一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线的制备方法，其特征是，步骤(b)所述的环氧乙烷灭菌时间为4h-5h。

一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线及其制备方法,属于纳米医用缝合线加工技术领域。

背景技术

[0002] 聚乳酸医用缝合线在手术中普遍使用,对促进伤口愈合具有重要作用。但是现有技术中聚乳酸用缝合线强度远不如非可吸收缝合线,需要特别的抗菌剂进行处理才能起到较好的抗菌效果,且抗菌效果不持久,因此制备拉力强度高、打结牢固、生物相容性好,在人体内无不良反应,具有持久抗菌性能的聚乳酸高强度高抗菌缝合线具有重要意义。

[0003] 聚乳酸常规的合成方法有三种,分别是是乳酸直接缩合聚合、丙交酯开环聚合(ROP)和乳酸共沸脱水缩合聚合法。乳酸缩合聚合反应是由乳酸经本体缩合聚合反应生成聚乳酸的方法,但乳酸缩合聚合过程中会生成水,而水的存在不利于反应正向进行,因此所得到的产物分子链较短。乳酸共沸脱水缩合聚合是将乳酸和催化剂在减压条件下于回流的高沸点非质子溶剂中共沸脱水以制备分子量较高的聚乳酸的一种方法,但该反应条件苛刻,生产成本低且工艺复杂。与前面两种合成方法相比,ROP 反应过程中没有副产物产生,可以获得分子量较高的聚乳酸,但传统的丙交酯开环聚合反应通常要使用有机溶剂如甲苯,不仅增加了成本,而且引起毒副作用的提高。因此需要一种经济实用、绿色环保的聚乳酸制备方法。

[0004] 氧化石墨烯拉伸模量为1.01TPa,极限强度为116 GPa,是一种具有高强度高韧性的纳米材料,在L-丙交酯单体中加入正十八胺改性的氧化石墨烯和抗菌药,利用原位聚合的反应方法合成包裹抗菌药的聚乳酸纳米材料,(1)通过 π - π 堆积作用使得聚乳酸与正十八胺改性的氧化石墨烯结合,填补了聚合物的孔隙,增强了聚合物链段之间的作用力(2)通过化学反应使得聚乳酸与正十八胺改性的氧化石墨烯交联形成化学键,提升聚聚乳酸医用缝合线强度(3)改性的氧化石墨烯锐利的边缘能够切割、机械包裹、过氧化和磷脂分子抽提破细菌和真菌的结构和功能完整性(4)氧化石墨烯片层上的含氧官能团与细菌和真菌中细胞的糖或蛋白质形成氢键阻断细菌和真菌的物质交换从而使细菌和真菌缺乏营养物质死亡(5)将聚乳酸合成、正十八胺改性氧化石墨烯和抗菌药三者结合,同时实现聚乳酸纳米材料原位合成与抗菌药的原位包裹,是研发出拉力强度高、打结牢固、生物相容性好,在人体内无不良反应,具有持久抗菌性能提升的聚乳酸医用缝合线的重要思路。

[0005] 超临界二氧化碳技术是一种在绿色化学领域中有巨大发展潜力的新型技术。该技术以二氧化碳为化学合成或加工的介质,其具有化学性质稳定、无毒性、无腐蚀性、不易燃、不爆炸、临界状态易实现(304 K,73.8 bar)等特点,同时兼有液体的高溶解能力和气体的高扩散性,是代替使用传统的有机溶剂合成聚乳酸的重要思路。

发明内容

[0006] 本发明涉及一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线及其制备方法,本发明的聚乳酸

高强度高抗菌缝合线由以下质量份的各组分组成：聚乳酸纳米材料110-130份，脱乙酰化壳聚糖20-25份，聚乙二醇单甲醚3-5份，茶树油1-2份，桂皮油2-3份，山梨醇1-2份，甘露醇1-2份；其中，聚乳酸纳米材料制备方法为：(1) 将L-丙交酯、正十八胺改性的氧化石墨烯、表面活性剂和抗菌药物加入到预先干燥的反应釜中，65℃-85℃用油泵真空干燥2-3小时；(2) 在氩气保护下加入催化剂，升温至130℃-150℃，打入25MPa-30MPa二氧化碳气体；(3) 搅拌下反应15-20小时，而后搅拌下降温至室温，排出二氧化碳气体，打开反应釜收集样品即为聚乳酸纳米材料。

[0007] 所述的脱乙酰化壳聚糖为脱乙酰化75%~85%的壳聚糖。

[0008] 所述的聚乙二醇单甲醚种类为聚乙二醇8000单甲醚、聚乙二醇9000单甲醚和聚乙二醇10000单甲醚中的一种或几种。

[0009] 步骤(1)所述的氧化石墨烯种类为单层氧化石墨烯，双层氧化石墨烯和三层氧化石墨烯中的一种或几种。

[0010] 步骤(1)所述的氧化石墨烯是使用Staudenmaier法制备的。

[0011] 步骤(1)所述的正十八胺改性的氧化石墨烯的制备方法为：将氧化石墨烯超声分散于DMF中，-5℃-5℃下加入草酰氯在80℃-85℃处理反应12-14小时；反应结束后，用二氯甲烷洗涤反应产物，并在50℃-60℃鼓风干燥10-12小时，得到酰氯基团功能化的氧化石墨烯；而后将酰氯基团功能化的氧化石墨烯超声分散于DMF中，加入三乙胺和正十八胺，将混合物100℃-110℃反应10-15小时；过滤黑色产物，用少量乙醇洗涤并在70℃-80℃鼓风干燥8-10小时得到正十八胺改性的氧化石墨烯。

[0012] 步骤(1)所述的表面活性剂种类为辛基酚聚氧乙烯醚和壬基酚聚氧乙烯醚的一种或两种。

[0013] 步骤(1)所述的抗菌药物种类为青霉素和红霉素中的一种或两种。

[0014] 步骤(2)所述的催化剂为乳酸亚锡、乳酸铝和乳酸锌中的一种或几种。

[0015] 步骤(1)和步骤(2)所述的L-丙交酯、正十八胺改性的氧化石墨烯、表面活性剂、抗菌药和催化剂质量份数为(100-120) : (5-8) : (2-3) : (1-2) : (2-3)。

[0016] 一种聚乳酸高强度高抗菌医用缝合线的制备方法，包括如下步骤：

[0017] (a) 制备缝合线纤维：将聚乳酸纳米材料，脱乙酰化壳聚糖，聚乙二醇单甲醚，茶树油，桂皮油，山梨醇和甘露醇混合均匀，升温至75℃-85℃，以200-300r/min的速度搅拌5-8h，升温至115-125℃，用双螺杆挤出机挤出，水冷，风干，切粒得到母粒；升温至190-220℃使母粒熔融，脱泡，通过喷丝板得到初级纤维；将初级纤维在50-60℃的水浴中拉伸，得到缝合线纤维；

[0018] (b) 干燥灭菌：将缝合线纤维使用环氧乙烷进行进一步干燥灭菌得到干燥的聚乳酸高强度高抗菌缝合线。

[0019] 步骤(b)所述的环氧乙烷灭菌浓度为250mg/L-350mg/L。

[0020] 步骤(b)所述的环氧乙烷灭菌时间为4h-5h。

[0021] 本发明的有益效果是：

[0022] 本发明所采用将聚乳酸合成、改性氧化石墨烯和抗菌药三者结合，同时实现聚乳酸纳米材料的原位合成与抗菌药的原位包裹，通过 π - π 堆积作用使得聚乳酸与改性的正十八胺改性的氧化石墨烯结合，填补了聚合物的孔隙，增强了聚合物链段之间的作用力；通过

化学反应使得聚乳酸与正十八胺改性的氧化石墨烯交联形成化学键,提升了聚乳酸医用缝合线强度;正十八胺改性的氧化石墨烯对真菌和细菌有较好的亲和性并保持锐利的边缘,能够切割、机械包裹、过氧化和磷脂分子抽提破细菌和真菌的结构和功能完整性;正十八胺改性的氧化石墨烯片层上的含氧官能团与细菌和真菌中细胞的糖或蛋白质形成氢键阻断细菌和真菌的物质交换从而使细菌和真菌缺乏营养物质死亡。研发出拉力强度高、打结牢固、生物相容性好,在人体内无不良反应,具有持久抗菌性能提升的聚对二氧杂环己酮医用缝合线。采用超临界二氧化碳技术合成原位包裹抗菌药的聚乳酸纳米材料,合成方法经济实用、绿色环保。

具体实施方式

[0023] 下面结合具体实施例进一步说明。

[0024] 实施例1

[0025] 一种聚乳酸高强度高抗菌缝合线及制备方法,聚乳酸高强度高抗菌缝合线由以下质量份的各组分组成:聚乳酸纳米材料130份,脱乙酰化壳聚糖25份,聚乙二醇单甲醚5份,茶树油2份,桂皮油3份,山梨醇2份,甘露醇2份;其中,聚乳酸纳米材料制备方法为:(1)将L-丙交酯、正十八胺改性的氧化石墨烯、辛基酚聚氧乙烯醚和青霉素加入到预先干燥的反应釜中,85℃用油泵真空干燥3小时;(2)在氩气保护下加入乳酸亚锡,升温至150℃,打入30MPa二氧化碳气体;(3)搅拌下反应20小时,而后搅拌下降温至室温,排出二氧化碳气体,打开反应釜收集样品即为聚乳酸纳米材料。

[0026] 聚乳酸高强度高抗菌的制备方法包括以下步骤:

[0027] (1).制备缝合线纤维:将聚乳酸纳米材料,脱乙酰化壳聚糖,聚乙二醇单甲醚,茶树油,桂皮油,山梨醇和甘露醇混合均匀,升温至85℃,以300r/min的速度搅拌8h,升温至125℃,用双螺杆挤出机挤出,水冷,风干,切粒得到母粒;升温至220℃使母粒熔融,脱泡,通过喷丝板得到初级纤维;将初级纤维在50-60℃的水浴中拉伸,得到缝合线纤维;

[0028] (2).干燥灭菌:将缝合线纤维使用环氧乙烷进行进一步干燥灭菌得到干燥的聚乳酸高强度高抗菌缝合线。环氧乙烷灭菌浓度为350mg/L,环氧乙烷灭菌时间为5h。

[0029] 实施例2

[0030] 一种聚乳酸高强度高抗菌缝合线及制备方法,聚乳酸高强度高抗菌缝合线由以下质量份的各组分组成:聚乳酸纳米材料110份,脱乙酰化壳聚糖20份,聚乙二醇单甲醚3份,茶树油1份,桂皮油2份,山梨醇1份,甘露醇1份;其中,聚乳酸纳米材料制备方法为:(1)将L-丙交酯、正十八胺改性的氧化石墨烯、辛基酚聚氧乙烯醚和红霉素加入到预先干燥的反应釜中,80℃用油泵真空干燥2.5小时;(2)在氩气保护下加入乳酸亚锡和乳酸锌,升温至1400℃,打入28MPa二氧化碳气体;(3)搅拌下反应18小时,而后搅拌下降温至室温,排出二氧化碳气体,打开反应釜收集样品即为聚乳酸纳米材料。

[0031] 聚乳酸高强度高抗菌的制备方法包括以下步骤:

[0032] (1).制备缝合线纤维:将聚乳酸纳米材料,脱乙酰化壳聚糖,聚乙二醇单甲醚,茶树油,桂皮油,山梨醇和甘露醇混合均匀,升温至82℃,以270r/min的速度搅拌7h,升温至118℃,用双螺杆挤出机挤出,水冷,风干,切粒得到母粒;升温至215℃使母粒熔融,脱泡,通过喷丝板得到初级纤维;将初级纤维在50-60℃的水浴中拉伸,得到缝合线纤维;

[0033] (2).干燥灭菌:将缝合线纤维使用环氧乙烷进行进一步干燥灭菌得到干燥的聚乳酸高强度高抗菌缝合线。环氧乙烷灭菌浓度为285mg/L, 环氧乙烷灭菌时间为4h。

[0034] 实施例3

[0035] 一种聚乳酸高强度高抗菌缝合线及制备方法,聚乳酸高强度高抗菌缝合线由以下质量份的各组分组成:聚乳酸纳米材料120份,脱乙酰化壳聚糖22份,聚乙二醇单甲醚3.5份,茶树油1.5份,桂皮油2.5份,山梨醇1.5份,甘露醇1.5份;其中,聚乳酸纳米材料制备方法为:(1)将L-丙交酯、正十八胺改性的氧化石墨烯、辛基酚聚氧乙烯醚和青霉素加入到预先干燥的反应釜中,82℃用油泵真空干燥3小时;(2)在氩气保护下加入乳酸亚锡和乳酸铝,升温至145℃,打入31MPa二氧化碳气体;(3)搅拌下反应20小时,而后搅拌下降温至室温,排出二氧化碳气体,打开反应釜收集样品即为聚乳酸纳米材料。

[0036] 聚乳酸高强度高抗菌的制备方法包括以下步骤:

[0037] (1).制备缝合线纤维:将聚乳酸纳米材料,脱乙酰化壳聚糖,聚乙二醇单甲醚,茶树油,桂皮油,山梨醇和甘露醇混合均匀,升温至80℃,以295r/min的速度搅拌8h,升温至118℃,用双螺杆挤出机挤出,水冷,风干,切粒得到母粒;升温至215℃使母粒熔融,脱泡,通过喷丝板得到初级纤维;将初级纤维在55℃的水浴中拉伸,得到缝合线纤维;

[0038] (2).干燥灭菌:将缝合线纤维使用环氧乙烷进行进一步干燥灭菌得到干燥的聚乳酸高强度高抗菌缝合线。环氧乙烷灭菌浓度为310mg/L, 环氧乙烷灭菌时间为4.5h。

[0039] 实施例4

[0040] 一种聚乳酸高强度高抗菌缝合线及制备方法,聚乳酸高强度高抗菌缝合线由以下质量份的各组分组成:聚乳酸纳米材料125份,脱乙酰化壳聚糖25份,聚乙二醇单甲醚3.5份,茶树油1.5份,桂皮油25份,山梨醇15份,甘露醇15份;其中,聚乳酸纳米材料制备方法为:(1)将L-丙交酯、正十八胺改性的氧化石墨烯、辛基酚聚氧乙烯醚和红霉素加入到预先干燥的反应釜中,85℃用油泵真空干燥3小时;(2)在氩气保护下加入乳酸亚锡和乳酸铝,升温至148℃,打入31MPa二氧化碳气体;(3)搅拌下反应20小时,而后搅拌下降温至室温,排出二氧化碳气体,打开反应釜收集样品即为聚乳酸纳米材料。

[0041] 聚乳酸高强度高抗菌的制备方法包括以下步骤:

[0042] (1).制备缝合线纤维:将聚乳酸纳米材料,脱乙酰化壳聚糖,聚乙二醇单甲醚,茶树油,桂皮油,山梨醇和甘露醇混合均匀,升温至81℃,以290r/min的速度搅拌8h,升温至117℃,用双螺杆挤出机挤出,水冷,风干,切粒得到母粒;升温至212℃使母粒熔融,脱泡,通过喷丝板得到初级纤维;将初级纤维在58℃的水浴中拉伸,得到缝合线纤维;

[0043] (2).干燥灭菌:将缝合线纤维使用环氧乙烷进行进一步干燥灭菌得到干燥的聚乳酸高强度高抗菌缝合线。环氧乙烷灭菌浓度为300mg/L, 环氧乙烷灭菌时间为4.5h。

[0044] 实施例5

[0045] 一种聚乳酸高强度高抗菌缝合线及制备方法,聚乳酸高强度高抗菌缝合线由以下质量份的各组分组成:聚乳酸纳米材料124份,脱乙酰化壳聚糖27份,聚乙二醇单甲醚3.5份,茶树油1.5份,桂皮油2.5份,山梨醇1.5份,甘露醇1份;其中,聚乳酸纳米材料制备方法为:(1)将L-丙交酯、正十八胺改性的氧化石墨烯、辛基酚聚氧乙烯醚和红霉素加入到预先干燥的反应釜中,87℃用油泵真空干燥3小时;(2)在氩气保护下加入乳酸亚锡和乳酸铝,升温至149℃,打入31MPa二氧化碳气体;(3)搅拌下反应20小时,而后搅拌下降温至室温,排出

二氧化碳气体,打开反应釜收集样品即为聚乳酸纳米材料。

[0046] 聚乳酸高强度高抗菌的制备方法包括以下步骤:

[0047] (1).制备缝合线纤维:将聚乳酸纳米材料,脱乙酰化壳聚糖,聚乙二醇单甲醚,茶树油,桂皮油,山梨醇和甘露醇混合均匀,升温至 82℃,以290r/min 的速度搅拌8h,升温至117℃,用双螺杆挤出机挤出,水冷,风干,切粒得到母粒;升温至 213℃使母粒熔融,脱泡,通过喷丝板得到初级纤维;将初级纤维在59℃的水浴中拉伸,得到缝合线纤维;

[0048] (2).干燥灭菌:将缝合线纤维使用环氧乙烷进行进一步干燥灭菌得到干燥的聚乳酸高强度高抗菌缝合线。环氧乙烷灭菌浓度为315mg/L, 环氧乙烷灭菌时间为4.5h。

[0049] 对比例1

[0050] 一种聚乳酸缝合线由以下质量份的各组分组成:聚乳酸124份,脱乙酰化壳聚糖27份,聚乙二醇单甲醚3.5份,茶树油1.5份,桂皮油2.5份,山梨醇1.5份,甘露醇1份;制备方法包括以下步骤:

[0051] (1).制备缝合线纤维:将聚乳酸,脱乙酰化壳聚糖,聚乙二醇单甲醚,茶树油,桂皮油,山梨醇和甘露醇混合均匀,升温至 82℃,以290r/min 的速度搅拌8h,升温至117℃,用双螺杆挤出机挤出,水冷,风干,切粒得到母粒;升温至 213℃使母粒熔融,脱泡,通过喷丝板得到初级纤维;将初级纤维在59℃水浴中拉伸,得到缝合线纤维;

[0052] (2).干燥灭菌:将缝合线纤维使用环氧乙烷进行进一步干燥灭菌得到干燥的聚乳酸高强度高抗菌缝合线。环氧乙烷灭菌浓度为315mg/L, 环氧乙烷灭菌时间为4.5h。

[0053] 对比例1中未采用原位包裹抗菌药的聚乳酸纳米材料而是直接使用聚乳酸作为医用缝合线的原料。

[0054] 对比例2

[0055] 一种聚乳酸高强度高抗菌缝合线及制备方法,聚乳酸高强度高抗菌缝合线由以下质量份的各组分组成:聚乳酸纳米材料125份,脱乙酰化壳聚糖25份,聚乙二醇单甲醚3.5份,茶树油1.5份,桂皮油2.5份,山梨醇1.5份,甘露醇1.5份和青霉素1.5份;其中,聚乳酸纳米材料制备方法为:(1)将L-丙交酯、正十八胺改性的氧化石墨烯、辛基酚聚氧乙烯醚加入到预先干燥的反应釜中,85℃用油泵真空干燥3小时;(2)在氩气保护下加入乳酸亚锡和乳酸铝,升温至148℃,打入31MPa二氧化碳气体;(3)搅拌下反应20小时,而后搅拌下降温至室温,排出二氧化碳气体,打开反应釜收集样品即为聚乳酸纳米材料。

[0056] 聚乳酸高强度高抗菌手术缝合线的制备方法包括以下步骤:

[0057] (1).制备缝合线纤维:将聚乳酸纳米材料,脱乙酰化壳聚糖,聚乙二醇单甲醚,茶树油,桂皮油,山梨醇、甘露醇和青霉素混合均匀,升温至 81℃,以290r/min 的速度搅拌8h,升温至117℃,用双螺杆挤出机挤出,水冷,风干,切粒得到母粒;升温至 212℃使母粒熔融,脱泡,通过喷丝板得到初级纤维;将初级纤维在58℃的水浴中拉伸,得到缝合线纤维;

[0058] (2).干燥灭菌:将缝合线纤维使用环氧乙烷进行进一步干燥灭菌得到干燥的聚乳酸高强度高抗菌缝合线。环氧乙烷灭菌浓度为300mg/L, 环氧乙烷灭菌时间为4.5h。

[0059] 对比例2中采用了聚乳酸纳米材料作为原料,但是未采用原位包裹抗菌药的方法制备,而是将抗菌药与聚乳酸纳米材料共混制备手术缝合线。

[0060] 对上述实施例1-5和对比例1-2制得的手术缝合线测试其拉伸强度和抑菌率,测试和表征的方法如下:

[0061] 拉伸强度:将本发明植被得到的医用缝合线制成长度45厘米,线径规格为4-0#的缝合线样品,在温度为35℃,相对湿度在55%的条件下,使用拉力机进行试验。

[0062] 抑菌率:将本发明制备得到的医用缝合线1-5作为实验组,对比例1作为对照组,分别取1.5克作为试样,实验过程为:分别量取10毫升的大肠杆菌和金黄色葡萄球菌试验菌液(菌液浓度为16000cfu/mL),接种在无菌小瓶中,在35℃,300rpm摇床中培养24小时,而后洗下细菌并稀释15倍,注入固体牛肉膏蛋白胨培养基中,在35℃恒温培养,分别在5d、10d和15d测定抑菌率。结果如表所示:

测试项目		实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	对比例 1	对比例 2
拉伸强度(MPa)		112.5	110.5	113.2	112.5	115.2	52.2	108.5
大肠杆菌 抑菌率(%)	5d	100	100	100	100	100	88	98
	10d	100	100	100	100	100	73	92
	15d	99.3	99.2	99.2	99.2	99.2	49	84
金黄色葡萄球菌 抑菌率(%)	5d	100	100	100	100	100	84	99
	10d	100	100	100	100	100	71	91
	15d	99.5	99.4	99.2	99.3	99.4	43	82

[0064] 从实施例和对比例中可以看出,采用原位包裹抗菌药的聚乳酸纳米材料作为原料制备聚乳酸医用缝合线,可以赋予手术缝合线更高的强度,更加显著的抗菌性;采用原位包裹抗菌药的方法制备的聚乳酸手术缝合线比简单的将抗菌药与聚对二氧杂环己酮纳米材料共混制备手术缝合线的抗菌性能更加显著。

[0065] 尽管已描述了本发明的优选实施例,但本领域内的技术人员一旦得知了基本创造性概念,则可对这些实施例作出另外的变更和修改。所以,所附权利要求意欲解释为包括优选实施例以及落入本发明范围的所有变更和修改。显然,本领域的技术人员可以对本发明进行各种改动和变型而不脱离本发明的精神和范围。这样,倘若本发明的这些修改和变型属于本发明权利要求及其等同技术的范围之内,则本发明也意图包含这些改动和变型在内。