



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114209892 A

(43) 申请公布日 2022. 03. 22

(21) 申请号 202111457062.1

(22) 申请日 2021.12.01

(71) 申请人 中国地质大学(北京)郑州研究院

地址 450000 河南省郑州市高新技术产业
开发区长椿路6号

申请人 中国地质大学(北京)

(72) 发明人 赵洪晨 王青青 王尉 岳文

余丁顺 王浩东 康嘉杰 付志强
孟德忠

(74) 专利代理机构 深圳市优赛朝闻专利代理事

务所(普通合伙) 44454

代理人 原程

(51) Int. Cl.

A61L 31/14 (2006.01)

A61L 31/06 (2006.01)

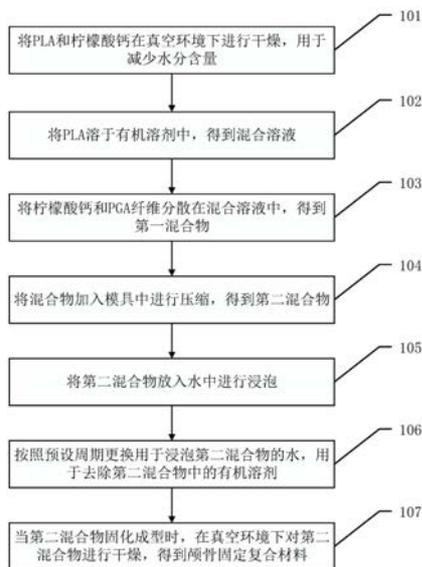
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种颅骨固定复合材料及其制备方法

(57) 摘要

本申请公开了一种颅骨固定复合材料及其制备方法,用于制备具有良好可吸收性能和固定效果的颅骨固定复合材料。本申请中的颅骨固定复合材料制备方法包括:将PLA和柠檬酸钙在真空环境下进行干燥,用于减少水分含量;将所述PLA溶于有机溶剂中,得到混合溶液;将所述柠檬酸钙和PGA纤维分散在所述混合溶液中,得到第一混合物;将所述第一混合物加入模具中进行压缩,得到第二混合物;将所述第二混合物放入水中进行浸泡;按照预设周期更换用于浸泡所述第二混合物的水,用于去除所述第二混合物中的有机溶剂;当所述第二混合物固化成型时,在真空环境下对所述第二混合物进行干燥,得到颅骨固定复合材料。



1. 一种颅骨固定复合材料,其特征在于,包括:柠檬酸钙、聚羟基乙酸(PGA)纤维、聚乳酸(PLA)以及有机溶剂。

2. 根据权利要求1所述的颅骨固定复合材料,其特征在于,所述柠檬酸钙、所述PGA纤维和所述PLA的总质量与所述有机溶剂的体积的比例为:(0.5~10)g:20mL。

3. 根据权利要求1所述的颅骨固定复合材料,其特征在于,所述柠檬酸钙的质量与所述有机溶剂的体积的比例为:(0.005~5)g:20mL。

4. 根据权利要求1所述的颅骨固定复合材料,其特征在于,所述PGA纤维与所述PLA的质量比为:(0.2~0.8)g:1。

5. 根据权利要求1所述的颅骨固定复合材料,其特征在于,所述柠檬酸钙的平均直径范围为10 μ m~200 μ m。

6. 根据权利要求1所述的颅骨固定复合材料,其特征在于,所述PGA纤维的平均直径范围为50nm~200 μ m。

7. 根据权利要求1所述的颅骨固定复合材料,其特征在于,所述PLA的平均粒径范围为100 μ m~500 μ m。

8. 根据权利要求1至7中任一项所述的颅骨固定复合材料,其特征在于,所述有机溶剂可以但不限于为二氯甲烷、四氢呋喃、二氧六环、N,N-二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮。

9. 一种颅骨固定复合材料的制备方法,其特征在于,包括:

将PLA和柠檬酸钙在真空环境下进行干燥,用于减少水分含量;

将所述PLA溶于有机溶剂中,得到混合溶液;

将所述柠檬酸钙和PGA纤维分散在所述混合溶液中,得到第一混合物;

将所述第一混合物加入模具中进行压缩,得到第二混合物;

将所述第二混合物放入水中进行浸泡;

按照预设周期更换用于浸泡所述第二混合物的水,用于去除所述第二混合物中的有机溶剂;

当所述第二混合物固化成型时,在真空环境下对所述第二混合物进行干燥,得到颅骨固定复合材料。

10. 根据权利要求9所述的颅骨固定复合材料的制备方法,其特征在于,将所述PLA和柠檬酸钙在真空环境下进行干燥之后,将所述PLA溶于有机溶剂中之前,所述制备方法还包括:

将烘干的PGA颗粒加入至预热的旋转金属盘中进行纤维制备,得到PGA纤维。

一种颅骨固定复合材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本申请涉及颅骨锁固定材料领域,尤其涉及一种颅骨固定复合材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 开颅手术后骨瓣复位是神经外科的基本操作,骨瓣的复位固定通过颅骨固定系统实现,可以借助颅骨锁将游离骨瓣固定在周边颅骨上,避免骨瓣移位或随脑组织搏动。理想的颅骨固定材料和技术应具有以下特点:良好的生物相容性,固定方便快捷、固定效果好、可降解性及安全性、易于塑形、使用范围广、价格低廉。

[0003] 目前临床上使用的颅骨固定材料大致分为三类:第一类为钛合金材料,其主要缺陷在于钛金属微型板在颅骨发育过程中内板逐渐吸收,固定的螺钉有可能向深部移位,尖端可能刺破硬膜甚至插入脑组织,或因应力遮挡造成颅骨发育畸形。第二类为聚醚醚酮PEEK材料,其主要缺陷为不可吸收,价格高,有应力遮挡效应。第三类为可吸收材料,如聚乳酸(PolyLactic Acid,PLA),聚羟基乙酸(Polyglatic Acid,PGA),当二者单独使用时,聚乳酸自身在降解过程中,降解产物偏酸性,容易在体内引发炎症。纯聚羟基乙酸制成的植入物,由于其很强的亲水性而被人体快速吸收,快速的吸水性可导致聚合物结合力变差,并造成植入物的硬度过早减弱,起不到固定效果。

[0004] 综上,现在临床上所使用的颅骨固定材料普遍具有可吸收性能差和固定效果差的缺陷,难以为骨瓣的修复提供良好的环境。

发明内容

[0005] 本申请提供了一种颅骨固定复合材料及其制备方法,能够制备具有良好可吸收性能和固定效果的颅骨固定复合材料。

[0006] 本申请第一方面提供了一种颅骨固定复合材料,包括:

[0007] 柠檬酸钙、聚羟基乙酸PGA纤维、聚乳酸PLA以及有机溶剂。

[0008] 可选的,所述柠檬酸钙、所述PGA纤维和所述PLA的总质量与所述有机溶剂的体积的比例为:(0.5~10)g:20mL。

[0009] 可选的,所述柠檬酸钙的质量与所述有机溶剂的体积的比例为:(0.005~5)g:20mL。

[0010] 可选的,所述PGA纤维与所述PLA的质量比为:(0.2~0.8)g:1。

[0011] 可选的,所述柠檬酸钙的平均直径范围为10 μ m~200 μ m。

[0012] 可选的,所述PGA纤维的平均直径范围为50nm~200 μ m。

[0013] 可选的,所述PLA的平均粒径范围为100 μ m~500 μ m。

[0014] 可选的,所述有机溶剂可以但不限于为二氯甲烷、四氢呋喃、二氧六环、N,N-二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮。

[0015] 本申请第二方面提供了一种颅骨固定复合材料的制备方法,包括:

- [0016] 将PLA和柠檬酸钙在真空环境下进行干燥,用于减少水分含量;
- [0017] 将所述PLA溶于有机溶剂中,得到混合溶液;
- [0018] 将所述柠檬酸钙和PGA纤维分散在所述混合溶液中,得到第一混合物;
- [0019] 将所述第一混合物加入模具中进行压缩,得到第二混合物;
- [0020] 将所述第二混合物放入水中进行浸泡;
- [0021] 按照预设周期更换用于浸泡所述第二混合物的水,用于去除所述第二混合物中的有机溶剂;
- [0022] 当所述第二混合物固化成型时,在真空环境下对所述第二混合物进行干燥,得到颅骨固定复合材料。
- [0023] 可选的,其特征在于,将所述PLA和柠檬酸钙在真空环境下进行干燥之后,将所述PLA溶于有机溶剂中之前,所述制备方法还包括:
- [0024] 将烘干的PGA颗粒加入至预热的旋转金属盘中进行纤维制备,得到PGA纤维。
- [0025] 从以上技术方案可以看出,本申请具有以下效果:
- [0026] 将生物可降解高分子材料聚乳酸和聚羟基乙酸复合以达到更合适的强度、更小的体积和可吸收性能,使其优于两种聚合物单独存在时的化学特性。此外,柠檬酸钙是一种有机钙盐,可以在体内降解并被吸收,降解吸收过程中并不明显的改变人体体液pH值,且柠檬酸钙降解环境相对偏碱性,可与聚乳酸降解导致的偏酸性环境相互抵消,提供更适宜骨瓣修复的微环境。通过将柠檬酸钙、PGA纤维、PLA和有机溶剂混合得到的复合材料可以具有更好地可吸收性能和固定效果,可以为骨瓣的修复提供更好的环境。

附图说明

- [0027] 图1为本申请中颅骨固定复合材料制备方法的一个流程示意图。

具体实施方式

- [0028] 下面对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。
- [0029] 本申请提供了一种颅骨固定复合材料及其制备方法,用于制备具有良好可吸收性能和固定效果的颅骨固定复合材料。
- [0030] 请参阅图1所示,本申请描述的颅骨固定复合材料制备方法,包括:
- [0031] 101、将PLA和柠檬酸钙在真空环境下进行干燥,用于减少水分含量;
- [0032] 102、将PLA溶于有机溶剂中,得到混合溶液;
- [0033] 103、将柠檬酸钙和PGA纤维分散在混合溶液中,得到第一混合物;
- [0034] 104、将混合物加入模具中进行压缩,得到第二混合物;
- [0035] 105、将第二混合物放入水中进行浸泡;
- [0036] 106、按照预设周期更换用于浸泡第二混合物的水,用于去除第二混合物中的有机溶剂;
- [0037] 107、当第二混合物固化成型时,在真空环境下对第二混合物进行干燥,得到颅骨固定复合材料。

[0038] 在本申请中,步骤101为颅骨固定复合材料制备过程的预处理步骤,真空环境的温度具体可以为40~60℃,干燥的时间具体可以为24~72h,在对PLA和柠檬酸钙进行干燥后可以减少二者的水分含量。

[0039] 在步骤101后可以增加制备PGA纤维的过程,可以采用纺丝机制备PGA纤维,具体可以通过将烘干的PGA颗粒加入至预热的旋转金属盘中进行纤维制备。在制备PGA纤维前,可以先在步骤101中将PGA颗粒与PLA和柠檬酸钙一起进行干燥,再将干燥后的PGA颗粒加入至预热的旋转金属盘,其中旋转金属盘的温度具体可以为:200~500℃,转速:300~2000rpm。

[0040] 步骤102为混合溶液的制备过程,有机溶剂可以为二氯甲烷、四氢呋喃、二氧六环、N,N-二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮中的一种或者其他,具体此处不做限定。在PLA与有机溶剂的混合过程中,其环境温度具体可以为:25~40℃,PLA的质量具体可以为:1~2g,有机溶剂的体积具体可以为:20~40mL。

[0041] 步骤103为第一混合物的制备过程,在柠檬酸钙、PGA纤维与混合溶液的混合过程中,其环境温度具体可以为:25~40℃,柠檬酸钙的质量具体可以为:0.005~10g,PGA纤维的质量具体可以为:0.2~1.6g;

[0042] 步骤104为第一混合物的压缩过程,用于压缩的模具可以采用自制的模具,压缩的时间具体可以为:0.5~6h。

[0043] 步骤105和106为第二混合物的浸泡过程,第二混合物在水中浸泡的时间具体可以为:2~4天,换水的预设周期具体可以为:每隔12h换一次水。

[0044] 步骤107为第二混合物的干燥过程也是制备颅骨固定复合材料的最终步骤,在将第二混合物加水浸泡除去有机溶剂后,等待其固化成型,然后将其在真空环境下进行干燥,真空环境的温度具体可以为:40~60℃,干燥完成后即可得到用于颅骨固定的复合材料。

[0045] 为了进一步说明本申请的技术方案,下面结合具体实施例对本申请的优选实施方案进行描述,但是应当理解,这些描述只是为了进一步说明本申请的特征和优点,而不是对本申请权利要求的限制。

[0046] 实施例1

[0047] 本发明提供了一种颅骨固定复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0048] 将PGA颗粒、PLA颗粒和柠檬酸钙在40℃真空下干燥24h,以减少水分含量;

[0049] 将烘干的PGA颗粒加入至预热的旋转金属盘中进行纤维制备,得到PGA纤维,其中加热温度为:250℃,转速为:350rpm;

[0050] 在30℃下,将1gPLA颗粒溶于20mL二氯甲烷中,得到混合溶液;

[0051] 在30℃下,将0.005g柠檬酸钙和0.2gPGA纤维分散在混合溶液中,得到第一混合物;

[0052] 将第一混合物加入自制的模具中压缩0.5h,得到第二混合物;

[0053] 压缩后,放入水中浸泡2天,每隔12h换一次水以彻底去除有机溶剂,固化成型后,在40℃真空环境下进行干燥,得到颅骨固定复合材料。

[0054] 实施例2

[0055] 本发明提供了一种颅骨固定复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0056] 将PGA颗粒、PLA颗粒和柠檬酸钙在50℃真空下干燥36h,以减少水分含量;

[0057] 将烘干的PGA颗粒加入至预热的旋转金属盘中进行纤维制备,得到PGA纤维,其中

加热温度为:300℃,转速为:500rpm;

[0058] 在35℃下,将1.5gPLA颗粒溶于30mL N-甲基吡咯烷酮中,得到混合溶液;

[0059] 在35℃下,将0.01g柠檬酸钙和0.4gPGA纤维分散在混合溶液中,得到第一混合物;

[0060] 将第一混合物加入自制的模具中压缩2h,得到第二混合物;

[0061] 压缩后,放入水中浸泡3天,每隔12h换一次水以彻底去除有机溶剂,固化成型后,在50℃真空环境下进行干燥,得到颅骨固定复合材料。

[0062] 实施例3

[0063] 本发明提供了一种颅骨固定复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0064] 将PGA颗粒、PLA颗粒和柠檬酸钙在60℃真空下干燥72h,以减少水分含量;

[0065] 将烘干的PGA颗粒加入至预热的旋转金属盘中进行纤维制备,得到PGA纤维,其中加热温度为:350℃,转速为:1000rpm;

[0066] 在40℃下,将2gPLA颗粒溶于40mL N,N-二甲基甲酰胺中,得到混合溶液;

[0067] 在40℃下,将0.015g柠檬酸钙和0.8gPGA纤维分散在混合溶液中,得到第一混合物;

[0068] 将第一混合物加入自制的模具中压缩6h,得到第二混合物;

[0069] 压缩后,放入水中浸泡4天,每隔12h换一次水以彻底去除有机溶剂,固化成型后,在60℃真空环境下进行干燥,得到颅骨固定复合材料。

[0070] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,对于本领域的普通技术人员而言,可以理解在不脱离本发明的原理和精神的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由所附权利要求及其等同物限定。

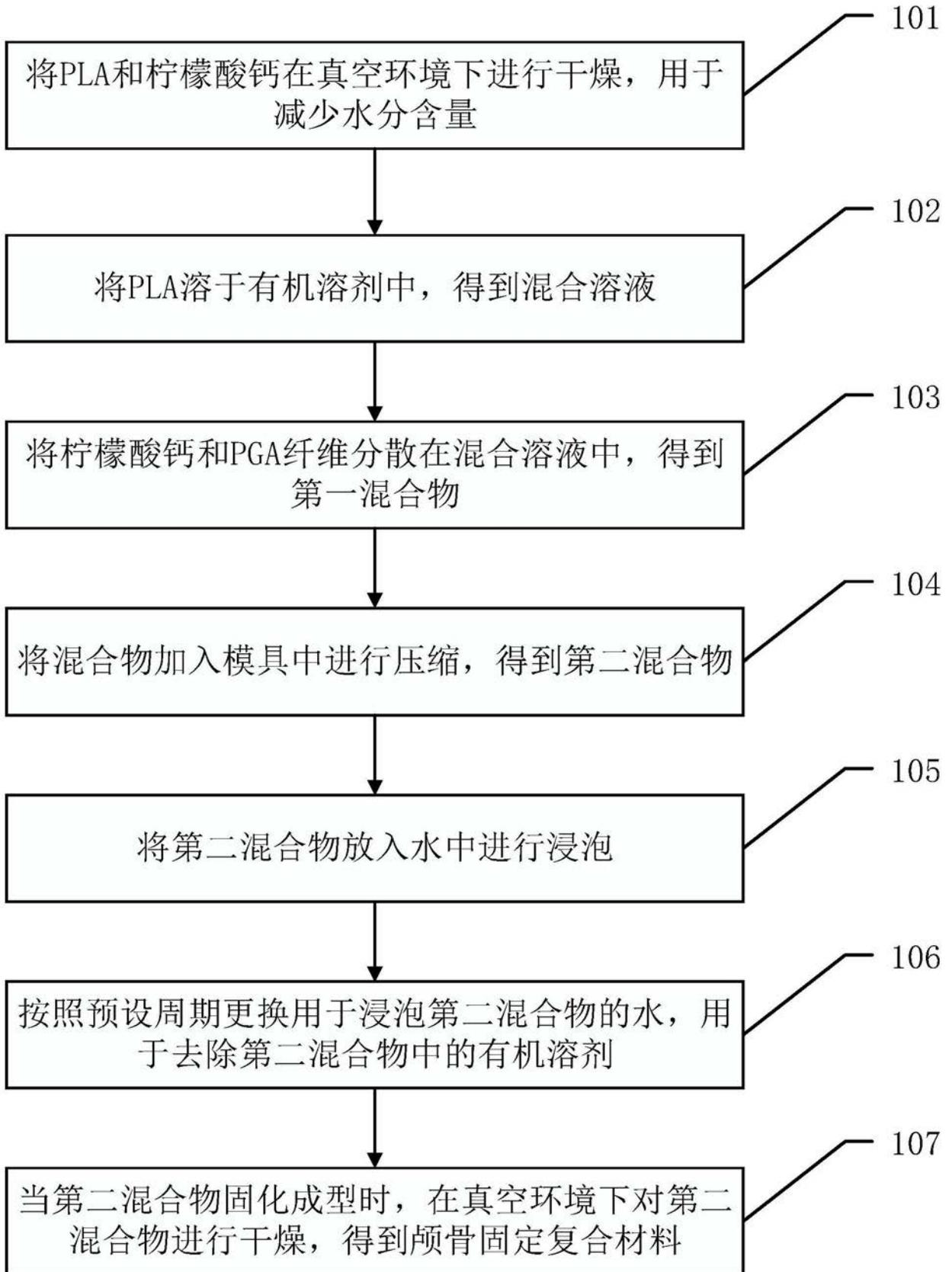


图1