

工艺·设备

留置针连接管双层复合挤出工艺研究

程玲玲, 赵明学, 陈鹏涛, 莫盼盼, 牛富超

(河南驼人医疗器械研究院有限公司 河南省医用高分子材料技术与应用重点实验室, 河南 长垣 453400)

摘要:采用热塑性聚氨酯弹性体(TPU)和聚氯乙烯(PVC)两种原材料(粒料),对留置针连接管进行双层复合挤出工艺研究。结果表明:由正交试验法确定的留置针连接管双层复合挤出的最佳工艺参数为TPU挤出输送段(一区)、熔融段(二区)、计量段(三区)、法兰和模具温度分别为170,173,180,178和173℃,挤出主机速度为15.0 r·min⁻¹,牵引速度(牵引裁切机转速)为18 r·min⁻¹;PVC挤出一区、二区、三区 and 法兰温度分别为168,170,175和173℃,挤出主机速度为15.0 r·min⁻¹,牵引速度为18 r·min⁻¹。在最佳工艺参数条件下连续试生产留置针连接管8 h,抽检产品外径的正态分析结果表明留置针连接管的双层复合挤出工艺稳定。

关键词:留置针连接管;双层复合挤出;工艺参数;热塑性聚氨酯弹性体;聚氯乙烯;正交试验法

中图分类号:TQ336.6;TQ330.6⁺4

文献标志码:A

文章编号:1000-890X(2022)05-0374-06

DOI:10.12136/j.issn.1000-890X.2022.05.0374



OSID开放科学标识码
(扫码与作者交流)

留置针连接管是一种用量大、使用广泛的一次性输注医用器具,国内每年用量达4亿多支,其材质的优劣和安全性直接关系到药物的疗效和人身健康。由于聚氯乙烯(PVC)具有价格低廉、易于粘合、粘合牢固的优点,因此国内留置针连接管的材质以含有增塑剂DEHP的PVC为主,但其存在以下主要缺点:(1)增塑剂DEHP容易被药液溶出,随药液进入人体,危害人身健康;(2)增塑剂DEHP对药物有吸附作用,降低药物疗效;(3)增塑剂DEHP会与药物发生反应,不但影响药物疗效,而且反应产物对人体有明显的毒害性^[1-4]。近年来,新型材质如热塑性聚氨酯弹性体(TPU)的留置针连接管崭露头角,得到市场青睐,但其也存在缺点:胶料发粘,成型挤出时不易裁切;难于粘合,对所用粘合剂要求苛刻;粘合处容易破损而漏液;原材料价格昂贵。

为综合TPU和PVC两种材料的优点,本工作采用TPU和PVC(均为粒料)制备留置针连接管,对其双层复合挤出工艺^[5-6]进行试验研究。

1 实验

1.1 试验对象

(1)原材料。TPU,牌号8963,市售品;PVC,牌号8408,自制。

(2)设备和仪器。挤出主机,海瑞嘉精密挤出机械有限公司产品;影像测量仪,宁波金永计量仪器有限公司产品。

(3)模具。双层复合挤出模具,自制。

(4)产品。留置针连接管,外径为(2.10±0.02) mm。

1.2 挤出生产线

双层复合挤出生产线由TPU烘料装置、TPU供料斗、TPU挤出主机、PVC供料斗、PVC挤出主机、双层复合挤出模具、真空冷却定型水槽、测量系统、牵引裁切机、传送机和接料箱组成。TPU挤出主机与挤出生产线平行放置,PVC挤出主机通过连接件与双层复合挤出模具连接,与挤出生产线垂直放置。

作者简介:程玲玲(1984—),女,河南新蔡人,河南驼人医疗器械研究院有限公司工程师,硕士,主要从事医疗器械产品加工工艺研发。

E-mail:578470430@qq.com

引用本文:程玲玲,赵明学,陈鹏涛,等.留置针连接管双层复合挤出工艺研究[J].橡胶工业,2022,69(5):374-379.

Citation: CHENG Lingling, ZHAO Mingxue, CHEN Pengtao, et al. Study on double-layer composite extrusion process for indwelling needle connecting tube[J]. China Rubber Industry, 2022, 69(5): 374-379.

1.3 试验方案

预先设置好挤出温度,将TPU粒料(预先烘料)和PVC粒料(不烘料)分别加入TPU供料斗和PVC供料斗中,粒料在螺杆的输送下依次通过输送段(一区)、熔融段(二区)、计量段(三区)和法兰,然后熔融粒料在模具内部汇合,以双层复合坯管形式出模具口,牵引坯管经过真空定径套、冷却水、测量系统(激光测径仪),最后送入牵引裁切机进行裁切,裁切的管体由传送带送入接料箱。

以挤出温度(TPU挤出温度包括一区、二区、三区、法兰和模具温度,PVC挤出温度包括一区、

二区、三区 and 法兰温度)为因子 A ,以挤出主机速度(TPU挤出主机速度与PVC挤出主机速度相同,为挤出主机螺杆转速)为因子 B ,以牵引速度(牵引裁切机转速)为因子 C ,各因子选取3个水平进行优化试验^[7-10]。

根据经验,选择因子 A, B, C 的参数范围,如表1所示。

用影像测量仪对产品(留置针连接管)外直径进行检测,结果应为 (2.10 ± 0.02) mm。本试验是3因子3水平试验,选择 $L_9(3^4)$ 正交表安排试验,增加空白列 E ,试验方案如表2所示。

表1 因子 A, B 和 C 的参数范围
Tab. 1 Parameter ranges of factor A, B and C

项 目	A					B	C
	一区温度/℃	二区温度/℃	三区温度/℃	法兰温度/℃	模具温度/℃	挤出主机速度/($r \cdot \min^{-1}$)	牵引速度/($r \cdot \min^{-1}$)
TPU挤出	170~175	173~178	180~185	178~183	178~183	14.5~15.5	17~19
PVC挤出	168~172	170~175	175~180	173~178		14.5~15.5	

表2 试验方案
Tab. 2 Schemes of tests

试验方案	A					B	C	E
	一区温度/℃	二区温度/℃	三区温度/℃	法兰温度/℃	模具温度/℃	挤出主机速度/($r \cdot \min^{-1}$)	牵引速度/($r \cdot \min^{-1}$)	
1								
TPU挤出	170	173	180	178	178	14.5	17	水平1
PVC挤出	168	170	175	173		14.5		
2								
TPU挤出	170	173	180	178	178	15.0	18	水平2
PVC挤出	168	170	175	173		15.0		
3								
TPU挤出	170	173	180	178	178	15.5	19	水平3
PVC挤出	168	170	175	173		15.5		
4								
TPU挤出	173	175	182	180	180	14.5	18	水平3
PVC挤出	170	173	178	175		14.5		
5								
TPU挤出	173	175	182	180	180	15.0	19	水平1
PVC挤出	170	173	178	175		15.0		
6								
TPU挤出	173	175	182	180	180	15.5	17	水平2
PVC挤出	170	173	178	175		15.5		
7								
TPU挤出	175	178	185	183	183	14.5	19	水平2
PVC挤出	172	175	180	178		14.5		
8								
TPU挤出	175	178	185	183	183	15.0	17	水平3
PVC挤出	172	175	180	178		15.0		
9								
TPU挤出	175	178	185	183	183	15.5	18	水平1
PVC挤出	172	175	180	178		15.5		

2 结果与讨论

2.1 极差分析

根据试验方案进行留置针连接管复合挤出试验,结果如表3所示,试验数据的极差(R)分析^[11-13]结果如表4所示。

表3 试验结果
Tab. 3 Results of tests

试验方案	产品外直径/mm	试验方案	产品外直径/mm
1	2.14	5	2.03
2	2.11	6	2.18
3	2.06	7	1.98
4	2.05	9	2.08
5	2.03		

表4 极差分析结果
Tab. 4 Results of range analysis

项目	A	B	C	E
I	6.31	6.17	6.47	6.25
II	6.26	6.29	6.24	6.27
III	6.21	6.32	6.07	6.26
K_1	2.10	2.06	2.16	2.08
K_2	2.09	2.10	2.08	2.09
K_3	2.07	2.11	2.02	2.09
R	0.03	0.05	0.14	0.01

注: I, II, III 分别为各因子的水平1, 2, 3的试验数据之和; K_1 , K_2 , K_3 分别为各因子的水平1, 2, 3的试验数据均值。R表明各因子对结果的影响幅度,即各因子水平1, 2, 3的试验数据均值的最大值与最小值之差。

从表3和4可以看出,挤出温度、挤出主机速度和牵引速度均对产品外直径有直接影响。随着挤出温度的升高,物料的表现粘度降低和流动性能变好,熔融物料的压力减小,离模管坯的膨胀因数减小,因此产品外直径变小;随着挤出温度的降低,物料的表现粘度升高和流动性能变差,熔融物料的压力增大,离模管坯的膨胀因数增大,因此产品外直径变大,即挤出温度与产品外直径成反比^[14]。随着挤出主机速度的升高,熔融物料的挤出量和挤出压力变大,离模管坯的膨胀因数增大^[15],因此产品外直径变大;随着挤出主机速度的降低,熔融物料的挤出量和挤出压力变小,离模管坯的膨胀因数减小,因此产品外直径变小,即主机转速与产品外直径成正比。随着牵引速度的增

大,产品外直径变小;随着牵引速度的减小,产品外直径变大,即牵引速度与产品外直径成反比。

由表4的极差分析结果可知 $R_C > R_B > R_A > R_E$,说明牵引速度对产品外直径的影响最大,其次是挤出主机速度,再次是挤出温度,即本试验所研究的3个因子对产品外直径影响的主次顺序为:牵引速度,挤出主机速度,挤出温度。产品的标准外直径是2.10 mm,从表3可知试验方案2的产品外直径最接近2.10 mm,因此试验最优水平组合是 $A_1B_2C_2E_2$,即最佳工艺参数组合是 $A_1B_2C_2$,TPU挤出一区、二区、三区、法兰和模具温度分别为170, 173, 180, 178和178 °C,挤出主机速度为15.0 r·min⁻¹,牵引速度为18 r·min⁻¹;PVC挤出一区、二区、三区和法兰温度分别为168, 170, 175和173 °C,挤出主机速度为15.0 r·min⁻¹,牵引速度为18 r·min⁻¹。

2.2 直观分析

以正交试验的水平为横坐标,以各因子同一水平的产品外直径均值(分别对应 K_1, K_2, K_3)为纵坐标做柱状图,结果见图1。

由图1可知,挤出温度水平1最佳,挤出主机速度水平2最佳,牵引速度水平2是最佳,即最佳工艺参数组合是 $A_1B_2C_2$,这与极差分析结果一致。

2.3 方差分析

正交试验的方差(F)分析结果如表5所示。取试验水平 $\alpha=0.05$,查表得 $F_{0.05}=3.37$ 。

从表5可以看出, F_A, F_B 和 F_C 均大于 $F_{0.05}$,故因子A, B, C均对产品外直径有显著影响。由于 $F_C > F_B > F_A$,因此各因子影响产品外直径的显著程度大小顺序为:牵引速度,挤出主机速度,挤出温度,这与极差分析的结果一致。

2.4 挤出工艺的稳定性

为了验证留置针连接管双层复合挤出工艺的稳定性,按照正交试验所得最佳挤出工艺参数进行挤出试验,连续试生产8 h,每隔0.5 h随机抽检5个产品,共抽检80个产品,用影像测量仪对产品外直径进行测量,检测数据如表6所示。

对产品外直径测量数据进行正态分析^[16-17],规格下限为2.08 mm,规格上限为2.12 mm,整体标准差为0.004 686 03,组内标准差为0.004 785 73,

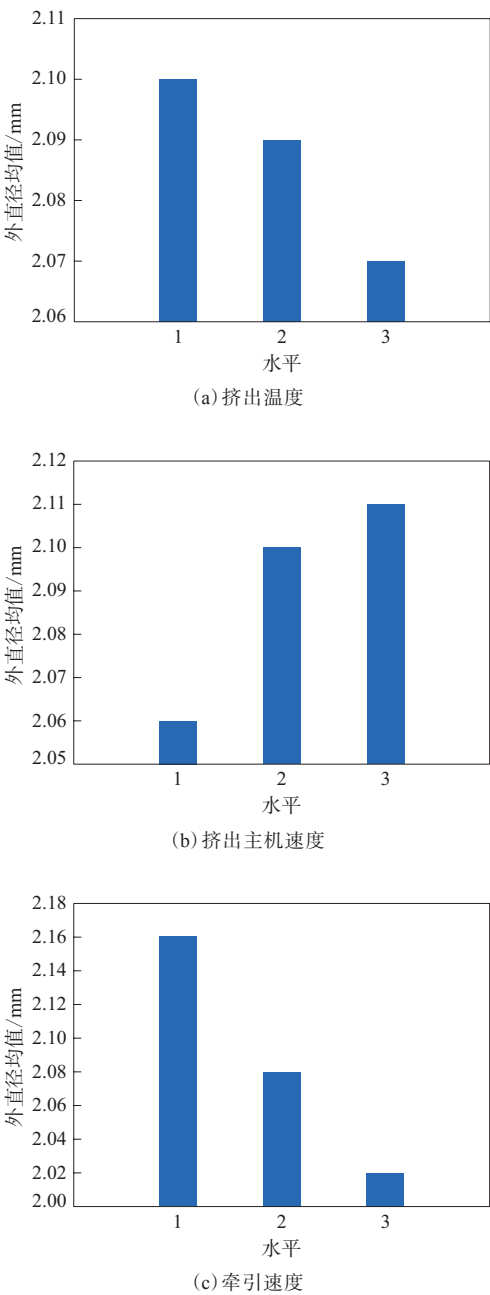


图1 各因子的各水平的产品外直径均值
Fig. 1 Average values of product outer diameters at each level of each factor

表5 方差分析结果
Tab. 5 Results of variance analysis

因子	自由度	偏差平方和	偏差均方和	F
A	2	0.001 7	0.000 8	25
B	2	0.004 2	0.002 1	63
C	2	0.026 9	0.013 4	403
E	2	0.000 1	0	
误差	0.000 067	0.000 067	0.000 033	

表6 产品外直径检测结果 Tab. 6 Metering results of product outer diameters			
产品序号	外直径/mm	产品序号	外直径/mm
1	2.096	41	2.099
2	2.101	42	2.097
3	2.102	43	2.103
4	2.098	44	2.106
5	2.102	45	2.091
6	2.093	46	2.095
7	2.102	47	2.106
8	2.108	48	2.103
9	2.097	49	2.108
10	2.102	50	2.104
11	2.114	51	2.099
12	2.098	52	2.097
13	2.100	53	2.094
14	2.096	54	2.103
15	2.105	55	2.101
16	2.099	56	2.099
17	2.101	57	2.104
18	2.099	58	2.103
19	2.098	59	2.096
20	2.105	60	2.095
21	2.102	61	2.099
22	2.099	62	2.094
23	2.097	63	2.102
24	2.097	64	2.108
25	2.105	65	2.095
26	2.103	66	2.107
27	2.104	67	2.096
28	2.097	68	2.102
29	2.099	69	2.101
30	2.098	70	2.105
31	2.101	71	2.113
32	2.097	72	2.098
33	2.091	73	2.109
34	2.099	74	2.103
35	2.096	75	2.099
36	2.099	76	2.107
37	2.104	77	2.106
38	2.101	78	2.096
39	2.095	79	2.098
40	2.092	80	2.097

样本外直径均值为2.100 37 mm, C_{pk} 为1.37, 正态分布如图2所示。由于 C_{pk} 大于1.33, 故可判断本批次留置针连接管的试生产工艺是稳定的。

3 结论

使用TPU和PVC两种粒料, 对留置针连接管进行双层复合挤出工艺研究。由正交试验法确定的留置针连接管双层复合挤出的最佳工艺参数为:

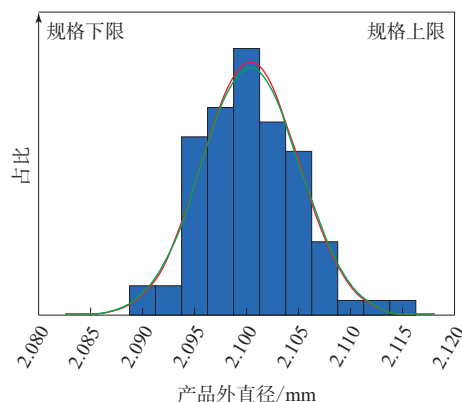


图2 产品外直径的正态分析结果

Fig. 2 Normal analysis results of product outer diameters

TPU挤出一区、二区、三区、法兰和模具温度分别为170, 173, 180, 178和178℃, 挤出主机速度为15.0 $r \cdot \min^{-1}$, 牵引速度为18 $r \cdot \min^{-1}$; PVC挤出一区、二区、三区、法兰温度分别为168, 170, 175和173℃, 挤出主机速度为15.0 $r \cdot \min^{-1}$, 牵引速度为18 $r \cdot \min^{-1}$ 。在最佳工艺参数条件下连续试生产留置针连接管8 h, 共抽检80个产品, 产品外直径的正态分析结果表明留置针连接管的双层复合挤出工艺稳定。

参考文献:

- [1] WEN Y, RATTAN S, FLAWS J A, et al. Multi and transgenerational epigenetic effects of di-(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP) in liver[J]. *Toxicology and Applied Pharmacology*, 2020 (402): 115123.
- [2] 杜英英, 刘文栋, 郝晓红, 等. 儿童用品塑化材料中6种增塑剂在4种不同模拟物中的迁移行为[J]. *塑料科技*, 2019, 47(5): 85-88.
DU Y Y, LIU W D, HAO X H, et al. Study on migration behaviors of 6 kinds of plasticizers in plastic materials for children's products in 4 different simulates[J]. *Plastics Science and Technology*, 2019, 47(5): 85-88.
- [3] 黄卓权, 刘瑞菁, 黄少文, 等. DEHP短期暴露下的大鼠代谢酶及其代谢动态变化[J]. *农业环境科学学报*, 2021, 40(5): 943-948.
HUANG Z Q, LIU R J, HUANG S W, et al. Metabolic enzymes and DEHP metabolic dynamics in rats under short-term exposure to DEHP[J]. *Journal of Agro-Environment Science*, 2021, 40(5): 943-948.
- [4] 董瑞娜, 刘殊, 张敏, 等. DEHP对小鼠精原细胞Bax和Bcl-2表达水平的影响[J]. *生态毒理学报*, 2017, 12(5): 270-277.
DONG R N, LIU S, ZHANG M, et al. Effect of DEHP on Bax and Bcl-2 expressions in mouse spermatogonial cells[J]. *Asian Journal of Ecotoxicology*, 2017, 12(5): 270-277.
- [5] 武汉智迅创源科技发展有限公司. 一种双层共挤输注管路[P]. 中国: CN 201684247 U, 2010-12-29.
- [6] 上海康德莱企业发展集团股份有限公司. 一种用于避光输液器的导管[P]. 中国: CN 103861191 A, 2014-06-18.
- [7] 陈明同, 姜晓妍, 赵羽劲, 等. 基于正交试验的高铁橡胶外风挡注射成型工艺参数优化[J]. *橡胶工业*, 2021, 68(3): 168-174.
CHEN M T, JIANG X Y, ZHAO Y J, et al. Optimization on injection molding process parameters of rubber outer windshield for high-speed train based on orthogonal test[J]. *China Rubber Industry*, 2021, 68(3): 168-174.
- [8] 王健, 任雪梅, 丁晓雯. 正交试验优化超声波辅助提取果蔬中赤霉素GA3残留量的测定方法[J]. *食品研究与开发*, 2020, 41(3): 195-201.
WANG J, REN X M, DING X W. Optimization for ultrasonic-assisted extraction of gibberellic acid residues determination in fruits and vegetables by orthogonal experiment[J]. *Food Research and Development*, 2020, 41(3): 195-201.
- [9] ZORATTO S, WEISS V U, FRIEDBACHER G, et al. Adeno-associated virus virus-like particle characterization via orthogonal methods: Nanoelectrospray differential mobility analysis, asymmetric flow field-flow fractionation, and atomic force microscopy[J]. *ACS Omega*, 2021, 6(25): 16428-16437.
- [10] 蔡力钢, 刘海东, 程强, 等. 基于正交试验法的模锻模具磨损分析及优化[J]. *北京工业大学学报*, 2020, 46(1): 1-9.
CAI L G, LIU H D, CHENG Q, et al. Analysis and optimization of die forging wear based on orthogonal test method[J]. *Journal of Beijing University of Technology*, 2020, 46(1): 1-9.
- [11] 刘晓庆, 赵贵哲, 刘亚青, 等. 酚醛树脂/氯丁橡胶胶粘剂的制备及其对45°钢与天然橡胶粘接性能的影响[J]. *橡胶工业*, 2021, 68(4): 269-275.
LIU X Q, ZHAO G Z, LIU Y Q, et al. Preparation of phenolic resin/CR adhesive and its effect on bonding properties to 45° steel and NR[J]. *China Rubber Industry*, 2021, 68(4): 269-275.
- [12] TU M. Refined range analysis of early warning and pre-control based on multi-element spatiotemporal clustering[J]. *Journal of Physics: Conference Series*, 2021. DOI: 10.1088/1742-6596/1941/1/012002.
- [13] 梅益, 薛茂远, 唐芳艳, 等. 基于极差分析法与GA-ELM的电器连接器壳体注射成型工艺优化[J]. *塑料工业*, 2021, 49(1): 75-80.
MEI Y, XUE M Y, TANG F Y, et al. Optimization of injection molding process of electrical connector shell based on range analysis and GA-ELM[J]. *China Plastics Industry*, 2021, 49(1): 75-80.
- [14] 傅学军, 刘岩, 卢涛, 等. 机头温度对薄壁小口径软管成型尺寸的影响[J]. *现代塑料加工应用*, 2020, 41(2): 1-5.
FU X J, LIU Y, LU T, et al. Effects of head-temperature on the moulding dimension of the thin and flexible tube[J]. *Modern Plastics Processing and Application*, 2020, 41(2): 1-5.
- [15] 李福成. 异型医用多腔导管挤出离模膨胀变形机理与调控[D]. 南昌: 南昌大学, 2020.
- [16] 张阳, 全厚德, 李雄伟, 等. 基于多元正态分析的硬件木马检测研究[J]. *华中科技大学学报(自然科学版)*, 2018, 46(1): 17-21.
ZHANG Y, QUAN H D, LI X W, et al. Detection of hardware Trojan based on multiple normal distribution analysis[J]. *Journal of*

Huazhong University of Science and Technology (Nature Science Edition), 2018, 46(1): 17-21.

[17] 秦琪, 张玄一, 卢朝辉, 等. 简化三阶矩拟正态变换及其在结构可靠度分析中的应用[J]. 工程力学, 2020, 37(12): 78-86, 113.

QIN Q, ZHANG X Y, LU C H, et al. Simplified third-order normal transformation and its application in structural reliability analysis[J]. Engineering Mechanics, 2020, 37(12): 78-86, 113.

收稿日期: 2021-11-19

Study on Double-layer Composite Extrusion Process for Indwelling Needle Connecting Tube

CHENG Lingling, ZHAO Mingxue, CHEN Pengtao, MO Panpan, NIU Fuchao

(Henan Tuoren Medical Equipment Research Institute Co., Ltd, Changyuan 453400, China)

Abstract: The double-layer composite extrusion process of the indwelling needle connecting tube was studied by using thermoplastic polyurethane elastomer (TPU) and polyvinyl chloride (PVC) as raw material (pellets). The results showed that, the optimum process parameters of the double-layer composite extrusion determined by orthogonal test were that the temperatures of TPU extrusion conveying section (zone 1), melting section (zone 2), metering section (zone 3), flange and die were 170, 173, 180, 178 and 178 °C respectively, the speed of extrusion host was 15.0 r · min⁻¹, and the traction speed (traction cutting machine speed) was 18 r · min⁻¹. The temperatures of PVC extrusion zone 1, zone 2, zone 3 and flange were 168, 170, 175 and 173 °C respectively, the speed of extrusion host was 15.0 r · min⁻¹ and the traction speed was 18 r · min⁻¹. Under the optimum process parameters, the indwelling needle connecting tubes were continuously produced for 8 h, and the normal analysis results of the outer diameters of the sampled products showed that the double-layer composite extrusion process of the indwelling needle connecting tube was stable.

Key words: indwelling needle connecting tube; double-layer composite extrusion; process parameter; TPU; PVC; orthogonal test method

专利3则

由陕西省石油化工研究设计院申请的专利(公布号 CN 113861529A, 公布日期 2021-12-31)“一种耐乙醇汽油复合橡胶材料及其制备方法”, 涉及的橡胶材料配方为: 橡塑合金橡胶 60~90, 氯醚橡胶 10~40, 补强填充剂 70~100, 偶联剂 2~4, 纳米氧化铈 3~12, 活性剂 8~15, 增塑剂 15~25, 防老剂 2~4, 硫化剂和促进剂 2.5~6.5。该橡胶材料具有优异的耐油性能和耐寒性能、良好的耐热性能和耐臭氧性能, 同时具有较低的成本和较好的加工工艺性能。

由中国科学院长春应用化学研究所申请的专利(公布号 CN 113861323A, 公布日期 2021-12-31)“一种高强度、高定伸应力的仿生橡胶及其制备方法和应用”, 涉及的仿生橡胶由异戊二烯

单体和助剂在稀土催化剂催化下反应制成。其中助剂为烷基铝和磷脂经反应得到的改性磷脂物质, 烷基铝为三烷基铝或氢化烷基铝, 磷脂选自卵磷脂、磷脂酰肌醇、甘油磷酸酯、甘油磷酸胆碱和长链烷基磷酸酯中的1种或多种。该仿生橡胶具有高强度、高定伸应力等特点, 可用于航空轮胎胎面胶。

由东莞世纪创造绝缘有限公司申请的专利(公布号 CN 113717474A, 公布日期 2021-11-30)“一种EPDM阻燃橡胶”, 涉及的阻燃橡胶配方为: 三元乙丙橡胶(EPDM) 35.1, 高效复合阻燃剂 52.6, 炭黑 2, 氧化锌 1.8, 硬脂酸 0.55, 石蜡油 4.8, 内脱模剂 0.55, 硫黄 0.55, 促进剂TMTD 0.73, 二丁基二硫代氨基甲酸锌 0.18, 复合促进剂 1.14。该发明不需要添加含卤阻燃剂。

(本刊编辑部 赵 敏)