

# 耐盐性高吸水树脂的辐照合成及其后处理工艺

李莉<sup>1</sup> 楚立凯<sup>1</sup> 黄伟虹<sup>2</sup> 岳凌<sup>1</sup> 杨占山<sup>1</sup>

1 (苏州大学医学部放射医学与防护学院 苏州 215123)

2 (常熟市电缆厂 常熟 215500)

**摘要** 本实验提供了一种新的 PVA/PAAS/EDTA 高吸水性树脂及其制备方法。采用聚乙烯醇(Poly vinyl alcohol, PVA)、聚丙烯酸钠(Poly acrylate sodium, PAAS)和乙二胺四乙酸(Ethylene diamine tetraacetic acid, EDTA), 将由这些材料组成的水溶液经电子束辐照交联合成共聚物凝胶, 经浸洗液溶胀和洗涤, 萃冻和冷冻干燥后处理, 制备出耐盐性高吸水性树脂。采用正交设计原理选出最佳配比, 用不同配比的洗涤液进行后处理, 研究洗涤液对树脂吸液性能的影响。测试树脂的各项性能, 与国内外著名产品进行比较。结果表明, 本实验制备出的高吸水性树脂具有优良的吸液速率和离心保液量, 去离子水吸液倍率( $821.05 \pm 1.61$ )  $\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ )和生理盐水吸液倍率( $72.57 \pm 3.01$ )  $\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ )则非常显著地优于国内外著名高吸水性树脂产品( $P < 0.01$ )。

**关键词** 高吸水性树脂(Super absorbent resin, SAR), 辐照交联, 乙二胺四乙酸(Ethylene diamine tetraacetic acid, EDTA), 耐盐性, 电子束

**中图分类号** TL99, TL13

**DOI:** 10.11889/j.0253-3219.2014.hjs.37.070301

高吸水性树脂(Super absorbent resin, SAR)是出现于 20 世纪 60 年代的新型功能高分子材料, 其研制已有 60 余年的历史。高吸水性树脂含有羧基、羟基、磺酸基等亲水基团使得他们可以吸收和保持自身质量几百倍甚至几千倍的水, 具有很强的吸水 and 保水能力, 已被广泛地应用于医疗卫生、建筑材料<sup>[1]</sup>、农林园艺、食品工业以及石油化工和环境保护等众多领域<sup>[2]</sup>。制备高吸水性树脂的原材料主要有两类: 一类为天然材料如淀粉、藻酸盐、蛋白质、壳聚糖等; 第二类为石油化工高分子材料如聚氧化乙烯<sup>[3]</sup>、聚乙烯醇<sup>[4]</sup>、聚乙烯、聚苯乙烯、聚胺酯等, 文献报道最多的是将丙烯酸及其盐与其他高分子材料的接枝研究。合成方法多为加入引发剂和交联剂<sup>[5]</sup>的化学合成法, 还有一些用反向悬浮法、凹凸棒法、微波辐照合成法等方法合成。高吸水树脂产品用于医药卫生领域, 残留的单体可对皮肤和细胞产生刺激作用、致敏性、毒性或潜在的毒性, 此外, 树脂主要用于对血、尿、组织液的吸收, 所以提高树脂的耐盐性仍是一个急需解决的问题。

本实验室研制了聚丙烯酸钠(Poly acrylate sodium, PAAS)/聚乙烯醇(Poly vinyl alcohol, PVA)<sup>[6]</sup>和 PVA/PAAS/AM(Acrylamide)系列的水凝胶<sup>[7]</sup>及树脂, 这些凝胶在吸水性、耐盐性方面有了明显的提

高。本实验在上述研究的基础上, 通过对新型材料的筛选, 实验条件和单体配比的优化, 制备了一种高吸液能力的聚丙烯酸系高吸水树脂, 并对其理化性能进行了检测。

## 1 实验材料和方法

### 1.1 试剂和仪器

#### 1.1.1 试剂

乙二胺四乙酸(Ethylene diamine tetraacetic acid, EDTA)为分析纯, MW 为 380.35, 购自美国 sigma 公司; PAAS 为分析纯, MW 为 2 000–3 000, 系天津光复精细化工研究所生产; PVA 为化学纯, 聚合度为 1 900, 皂化度为 98%–99%, 系日本 Ichinaru Pharcos 公司产品; 生理盐水, 系华裕无锡制药有限公司产品; 无水甲醇为分析纯, 系江苏强盛功能化学有限公司产品。

#### 1.1.2 仪器

电子加速器辐照在常熟市电缆厂进行; 分析天平系上海精科天美科学仪器有限公司生产; 振荡器和鼓风干燥箱系上海精宏实验设备有限公司生产; 磁力搅拌器为金坛医疗仪器厂生产; 高压蒸汽灭菌锅系上海申安医疗设备厂生产;  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$  冰箱系

国家自然科学基金资助项目(No.81372922、No.81072236)、国防基础科研资助项目(No.A3820060138)、江苏高校优势学科建设工程资助项目

第一作者: 李莉, 女, 1988 年出生, 2011 年毕业于长治医学院, 现为苏州大学放射医学与防护学院 2011 级硕士研究生, 放射医学专业

通讯作者: 杨占山, E-mail: fd@suda.edu.cn

收稿日期: 2014-01-21, 修回日期: 2014-03-26

Thermo Scientific 公司的产品；纯水机，美国 Millipore 公司生产；冷冻干燥机系美国 LABCONCO 公司的产品；傅立叶变换红外光谱仪，NICOLET6700 FT-IR，美国 Thermo Scientific 公司生产。

## 1.2 方法

### 1.2.1 EDTA 对树脂吸液性能的影响

保持 PVA 和 PAAS 比例不变的情况下，探讨 EDTA 对高吸水树脂吸液性能的影响。

### 1.2.2 正交实验设计法制备高吸水树脂

本实验采用正交设计表  $L_9(3^4)$  进行三因素三水平的设计，三因素为 PVA 质量(A)、PAAS 质量(B)、EDTA 质量(C)，三个水平如表 1 所示。本实验主要考察高吸水树脂的耐盐性，以在生理盐水中的吸液倍率作为评价指标，旨在进一步优化高吸水树脂的配比。

表 1 三因素三水平设计表

Table 1 Orthogonal test of three factors at three different levels.

水平 Level	因素 Factor		
	PVA(A) / g	PAAS(B) / g	EDTA(C) / mg
1	2	22	1
2	6	26	10
3	10	30	20

### 1.2.3 树脂的制备过程

#### (1) 制备 PVA/PAAS/EDTA 三元共聚物

如表 1 所示，称取一定量的 PVA，加水，121.1 °C 1 h 高温促溶，为 A 溶液；再称取一定量的 PAAS 溶于水，为 B 溶液；将一定量的 EDTA 溶于氢氧化钠溶液后用酸滴定至中性制得 C 溶液；将 A、B、C 三种溶液混合，置于振荡器中 150 r·min<sup>-1</sup>、30 min，充分混匀得 D 溶液，总质量为 100 g。121.1 °C 高温溶解 2 h，倒入平滑的模具中，应用电子加速器辐射交联，辐照条件为：能量 2.5 MeV，电流 20 mA，束下传输速度 8–13 m·min<sup>-1</sup>，总吸收剂量 45 kGy。通过电子束辐射交联，合成凝胶态 PVA/PAAS/EDTA 共聚物。将共聚物置于 40–50 °C 烘箱干燥 48 h，粉碎成凝胶颗粒。

#### (2) 树脂的后处理

将凝胶颗粒与洗涤液（洗涤液为去离子水和无水甲醇按照一定的比例混合制得）按照 1:40 的比例混合后搅拌，室温下浸洗 6–8 h，过夜，-80 °C 萃冻 2–3 h 后置于冷冻干燥机中，冻干条件为 165 Pa，-51 °C，完全干燥后粉碎，筛分，获得 40–100 目树脂颗粒。

### 1.2.4 树脂的外观

观察其形态、大小、质地、颜色等。

### 1.2.5 树脂的性能测试（参照国际标准化组织 ISO17910–2001 标准进行检测）

#### (1) 吸水率(Deionized water absorption capacity, DAC)的测定

称量 0.5 g 的高吸水树脂 SAR(精确度为 0.001)，放入装有 500 g 去离子水的大烧杯中，充分吸液 60 min，达到溶胀平衡后滤除多余的水分<sup>[8]</sup>，静置 10 min，称其质量  $m$ ，计算吸水率：

$$DAC=(m-0.5)/0.5 \quad (1)$$

#### (2) 生理盐水中吸液率(Saline absorption capacity, SAC)的测定

精确称量 0.5 g 高吸水性树脂 SAR(精确度为 0.001)，放入装有 50 g 生理盐水的烧杯中，充分吸液 60 min，达到溶胀平衡后，滤除液体并静置 10 min，称其质量  $m$ ，计算生理盐水吸液倍率：

$$SAC=(m-0.5)/0.5 \quad (2)$$

#### (3) 高吸水性树脂的傅里叶红外光谱图(Fourier transform infrared spectra, FTIR)

应用溴化钾压片法，研磨后压成透明薄片，放入傅立叶变换红外光谱仪中测定其红外光谱图。

#### (4) pH 值的测定

配制好标准缓冲液后将 pH 电极插入缓冲液中进行校正。将 0.5 g 高吸水性树脂放入装有 100 mL 生理盐水的烧杯中，将烧杯置于磁力搅拌器上，使用直径 25 mm 的铁芯四氟搅拌子，中速搅拌 10 min，静置 1 min 后用校正过的标准 pH 电极测定上清液的 pH 值。

#### (5) 吸液速率(Absorption rate, AR)的测定

采用漩涡法测定，称 50 g 生理盐水放入容量为 100 mL 烧杯中，将烧杯置于搅拌器上，烧杯中放入直径 25 mm 的铁芯四氟搅拌子，观察到烧杯中溶液的漩涡后，加入 2.0 g 高吸水性树脂，同时开始计时，直到漩涡消失时记录时间  $t$ ，单位 s，以此作为高吸水性树脂的吸液速率。

#### (6) 离心保液量(Fluid handing capacity, FHC)的测定

做 6 个大小一样的无纺布袋，尺寸为 60 mm×60 mm，其中 3 个为样品袋，3 个为空白袋。每个样品袋装入 0.2 g 高吸水性树脂，热封。将样品袋和空白袋置于生理盐水中，溶胀 30 min，分别称量样品袋和空白袋质量，二者均数之差即为离心前溶胀样品质量  $m_1$ 。放入离心机离心，转速 250 g·min<sup>-1</sup>，时间 3 min，称量样品袋和空白袋质量，二者均数之差即为离心后溶胀样品质量  $m_2$ 。由此计

算出离心保液量：

$$FHC = m_2/m_1 \quad (3)$$

### 1.2.6 统计学处理

实验结果以均数  $\pm$  标准差 ( $\bar{x} \pm sd$ ) 表示。采用 SPSS19.0 统计软件包对实验数据进行统计学分析，多组均数比较应用方差分析两两比较 SNK 法， $P < 0.05$  表示具有显著性统计学差异， $P < 0.01$  表示具有非常显著性统计学差异。

## 2 实验结果

### 2.1 EDTA 对树脂吸液倍率的影响

保持 PVA 和 PAAS 的比例不变，改变体系中 EDTA 的量，观察 EDTA 对高吸水树脂吸液倍率的影响，结果如图 1 所示。

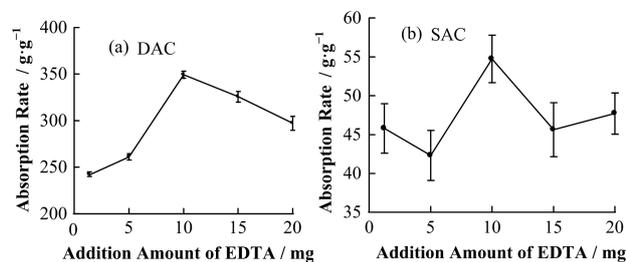


图 1 EDTA 对高吸水树脂吸液倍率的影响  
(a) 去离子水中吸水率(DAC), (b) 生理盐水中吸水率(SAC)  
Fig.1 Influence of EDTA contents on the absorbency of SAR.  
(a) Deionized water absorption capacity (DAC), (b) Saline absorption capacity (SAC)

由图 1 可见，在 PVA 和 PAAS 组成不变的条件 下，随着 EDTA 量的增加，树脂的吸水率和在生理 盐水中的吸液倍率逐步增加，达到峰值后随着 EDTA 的增加，吸液倍率呈下降趋势。在去离子水 和生理盐水中，吸液倍率呈现相同的增减趋势。

### 2.2 正交试验的结果

根据表 1 设计，实验结果列于表 2、表 3 和表 4。 从极差分析表(表 3)和方差分析表(表 4)可以得

出，影响高吸水性树脂吸盐水倍率的因素的顺序为  $A > B > C$ 。根据实验结果综合分析，得出单体配比 的最佳组合为  $A_1B_2C_2$ ，当 PVA 为 2 wt%，PAAS 为 26 wt%，EDTA 为 0.01wt% 的时候，高吸水树脂 的吸盐水倍率可以达到最大，其吸盐水倍率可达  $(54.74 \pm 3.41) \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$ 。以下实验以该配比制备的树脂 进行后处理工艺。

表 2 正交试验的结果 ( $\bar{x} \pm sd, n=7$ )  
Table 2 Results of orthogonal test ( $\bar{x} \pm sd, n=7$ ).

因素 Factor	PVA	PAAS	EDTA	SAC / g·g <sup>-1</sup>
1	2	22	1	43.63 $\pm$ 3.26
2	2	26	10	54.74 $\pm$ 3.41
3	2	30	20	49.00 $\pm$ 1.05
4	6	22	10	39.76 $\pm$ 2.38
5	6	26	20	37.09 $\pm$ 1.19
6	6	30	1	41.58 $\pm$ 2.17
7	10	22	20	38.34 $\pm$ 3.00
8	10	26	1	44.08 $\pm$ 2.81
9	10	30	10	39.10 $\pm$ 1.81

表 3 正交试验结果的极差分析表  
Table 3 Range analysis of orthogonal experiment.

因素 Factor	A	B	C	D (Blank)
K <sub>1</sub>	47.943	40.577	43.097	39.940
K <sub>2</sub>	39.477	44.123	43.353	44.280
K <sub>3</sub>	40.507	43.227	41.477	43.707
Range value	8.466	3.546	1.876	4.340

表 4 正交试验结果的方差分析表  
Table 4 Variance analysis of orthogonal experiment.

因素 Factor	SS	df	F
A	128.049	2	3.839
B	20.405	2	0.612
C	6.212	2	0.186
Error	33.35	2	—

### 2.3 高吸水树脂的后处理工艺结果

辐射交联后共聚物凝胶经烘干粉碎后应用不同 配比的洗涤液对其进行溶胀洗涤、萃冻、冷冻干燥， 测试其吸液倍率及吸液速率，结果列于表 5。

表 5 经不同配比的洗涤液处理后高吸水性树脂的吸液性能 ( $\bar{x} \pm sd, n=7$ )  
Table 5 Properties of the SAR washed by various washing liquids ( $\bar{x} \pm sd, n=7$ ).

组别 Groups	$m_{\text{methanol}} : m_{\text{water}}$	DAC / g·g <sup>-1</sup>	SAC / g·g <sup>-1</sup>	AR / s
1	5:5	821.05 $\pm$ 1.61	72.57 $\pm$ 3.01	33.92 $\pm$ 1.43
2	1:9	308.99 $\pm$ 6.82*	48.74 $\pm$ 3.23*	52.33 $\pm$ 0.58*
3	3:7	340.47 $\pm$ 6.07*	47.69 $\pm$ 1.66*	60.00 $\pm$ 1.00*
4	7:3	433.65 $\pm$ 9.63*	47.53 $\pm$ 2.85*	80.33 $\pm$ 0.58*
5	9:1	287.49 $\pm$ 6.92*	46.51 $\pm$ 0.68*	76.33 $\pm$ 1.52*
6	0	349.27 $\pm$ 1.10*	54.74 $\pm$ 3.41*	55.00 $\pm$ 4.36*

注：与第 1 组相比，\* $P < 0.01$ 。

Note: Compared with group 1, \* $P < 0.01$ .

从表 5 可以得出经甲醇:去离子水=5:5 的洗涤液浸洗后,高吸水树脂在去离子水中的吸液倍率高达  $(821.05 \pm 1.61) \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$ , 吸生理盐水倍率高达  $(72.57 \pm 3.01) \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$ , 明显高于其他组别, 同时吸液速率也加快, 数据具有明显统计学差异 ( $P < 0.01$ )。

## 2.4 高吸水树脂的外观

本实验制备的高吸水树脂的外观如图 2 所示。图 2(a)为未吸水的树脂,呈白色致密的颗粒,图 2(b)为吸去离子水 1 h 后的状态,呈透明状,挤压后也不会有水流出,说明本实验制备的高吸水树脂有良好的吸液和保水性能。

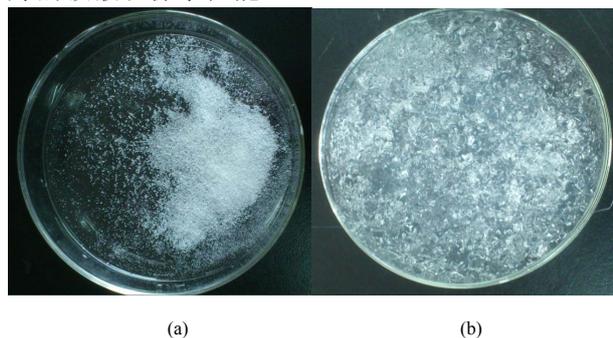


图 2 高吸水树脂吸液前后的状态图  
(a) 吸液前, (b) 吸液后

Fig.2 SAR before swelling (a) and after swelling (b).

## 2.5 红外光谱图分析

本实验制备的优化高吸水性树脂的红外光谱图显示于图 3。由图 3 可见,  $1560 \text{ cm}^{-1}$  处为 PAAS 中  $-\text{COONa}$  中羧基的不对称伸缩振动吸收峰;  $1420 \text{ cm}^{-1}$  附近和  $1250 \text{ cm}^{-1}$  处分别为 EDTA 中羧酸的 C-O 伸缩振动和 O-H 的面内弯曲振动的吸收峰。  $2941 \text{ cm}^{-1}$  为 C-H 键的伸缩振动峰,  $1460 \text{ cm}^{-1}$  处为 C-H 键的面内弯曲振动峰, 表明共聚物中  $-\text{CH}_2-$  键

的存在。  $3412 \text{ cm}^{-1}$  和  $3477 \text{ cm}^{-1}$  之间出现一个宽而强的吸收谱带, 为 PVA 中的  $-\text{OH}$  的伸缩振动吸收峰,  $1128 \text{ cm}^{-1}$  处出现的吸收峰为 PVA 中 C-O 的伸缩振动吸收峰。由红外分析证明该聚合物是由 PAAS、PVA、EDTA 三种组成材料交联形成的产物。

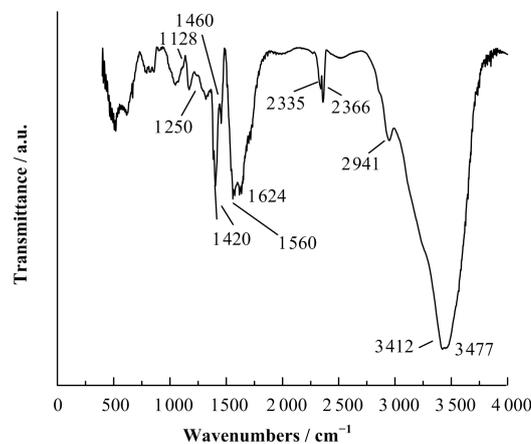


图 3 高吸水树脂的红外光谱图  
Fig.3 FTIR of SAR.

## 3 本产品与国内外产品的比较

本实验制备的高吸水树脂称为 Suda3, 与所购得的国内外知名品牌的高吸水树脂在相同的实验条件下, 测试各项性能, 结果列于表 6。由表 6 可见, Suda3 的吸液倍率明显高于其他产品, 数据具有明显统计学差异 ( $P < 0.01$ ), 其离心保液量处于中等水平, 吸液速率较快, pH 值与同类产品差异不大, 呈弱酸性。Suda3 在保持较快的吸液速率和良好的保水量的同时, 吸液倍率有了明显的提高, 可以吸收更多的渗液, 适合应用于各类医疗卫生用品中。

表 6 国内外高吸水树脂性能的比较 ( $\bar{x} \pm \text{sd}, n=7$ )  
Table 6 Performance comparison of SAR at home and abroad ( $\bar{x} \pm \text{sd}, n=7$ ).

SAR	DAC / $\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	SAC / $\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	FHC / $\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	AR / s	pH
Suda3	$821.1 \pm 1.6$	$72.6 \pm 3.0$	$47.9 \pm 3.4$	$33.9 \pm 1.4$	$6.3 \pm 0.1$
Suda-W <sup>[6]</sup>	$502.0 \pm 1.6^{**}$	$48.8 \pm 2.3^{**}$	$41.8 \pm 1.6$	$32.0 \pm 2.4$	$6.0 \pm 0.3$
Japan1	$357.7 \pm 5.6^{**}$	$58.5 \pm 2.8^{**}$	$56.8 \pm 2.1^{**}$	$42.7 \pm 3.6$	$6.2 \pm 0.0$
Japan2	$320.0 \pm 3.8^{**}$	$53.1 \pm 2.5^{**}$	$52.1 \pm 4.0$	$144.0 \pm 2.7^{**}$	$6.0 \pm 0.2$
Korea	$359.3 \pm 8.2^{**}$	$53.6 \pm 3.5^{**}$	$31.3 \pm 1.4^{**}$	$29.3 \pm 2.0^*$	$5.4 \pm 0.2$
Home	$557.3 \pm 2.6^{**}$	$57.3 \pm 2.2^{**}$	$50.6 \pm 2.8$	$53.7 \pm 1.8^{**}$	$5.8 \pm 0.1$

注: 与 Suda3 相比,  $^{**}P < 0.01$ ,  $^*P < 0.05$ 。

Note: Compared with Suda3,  $^{**}P < 0.01$ ,  $^*P < 0.05$ .

## 4 讨论

正交实验设计是一种广泛应用的实验设计方法，主要是从试验因素的全部水平组合中挑选部分有代表性的水平组合进行试验，并且通过对这部分试验结果的分析了解全面试验的情况，找出最优的水平组合<sup>[9]</sup>。经正交试验结果综合分析后，本实验所选取的最优组合为 PVA=2 wt%，PAAS=26 wt%，EDTA=0.01 wt%。

Suda-W 是选用最佳配比的 PVA 和 PAAS 所制备的高吸水树脂，有着较强的吸水率和较快的吸液速率，在此基础上加入螯合剂 EDTA 时<sup>[10]</sup>，所制备的高吸水树脂的吸盐倍率有了明显提高，其可能的原因是树脂中的 EDTA 螯合了生理盐水中的金属钠离子后，可以降低金属 Na 离子对共聚物树脂吸水溶胀的抑制作用，使得树脂网络内外的渗透压增大，渗透作用增强，同时 EDTA 中含有的亲水基团 -COOH 和水分子水合作用后使得树脂网络结构内外的离子浓度差增大，这两个作用共同使得树脂吸盐能力显著增加。但是当体系中引入过多的酸性基团后，反应体系的酸性增加，会抑制交联反应的进行，导致共聚物的网络结构变的稀疏<sup>[11]</sup>，吸液倍率反而会下降。PVA 和 PAAS 对树脂吸液倍率的影响在文献[7]中已有阐明，在其他单体配比不变的情况下，随着 PVA 含量的增加，吸液倍率逐渐下降。随着 PAAS 含量的增加，吸液倍率先上升后下降。

高吸水性树脂中未交联的物质会降低树脂的吸液性能，影响其生物相容性。我们在国内外首次研制出由甲醇和三蒸水组成的洗涤液，该洗涤液具有去除树脂中未交联物质和溶胀树脂的双重作用。我们研究了甲醇和去离子水不同质量配比的洗涤液处理高吸水性树脂后其吸液性能的变化，以便确定洗涤液的最佳配比。当洗涤液中水分过多时，树脂吸水溶胀后冷冻干燥的时间就会延长，同时未交联的单体也不能充分地溶出；配比中甲醇过多时，残留在洗涤后的树脂中的甲醇挥发需要很长的时间，延长了后处理工艺的时间，如果没有完全挥发掉，残留的有机溶剂及未交联的单体会影响高吸水树脂的吸液性能，同时也会降低高吸水树脂的生物相容性。

## 5 结语

本实验利用电子加速器辐照交联技术合成了 PVA/PAAS/EDTA 不同配比的共聚物，研究了高吸水树脂的不同后处理工艺。结果表明，PVA/PAAS/EDTA 共聚物的最佳组合为

PVA=2 wt%，PAAS=26 wt%，EDTA=0.01 wt%，后处理工艺中，树脂、水和甲醇的最佳配比为 1:20:20。经处理后的高吸水树脂，在保持其他性能优良的前提下，极大地提高了其在生理盐水中的吸液倍率和吸液速率。在本实验条件下制备的高吸水树脂具有优良的吸液性能，适于各类医疗卫生用品。

## 参考文献

- 1 Song X F, Wei J F, He T S. A method to repair concrete leakage through cracks by synthesizing super-absorbent resin in situ[J]. *Construction and Building Materials*, 2009, **23**: 386–391
- 2 Huang Z H, Liu S X, Fang G Z, *et al.* Synthesis and swelling properties of  $\beta$ -cyclodextrin-based super-absorbent resin with network structure[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2013, **92**: 2314–2320
- 3 杨占山, 朱南康, 杨淑琴. 含药聚氧化乙烯共聚水凝胶膜的制备及其性能研究[J]. *辐射研究与辐射工艺学报*, 1999, **17**(4): 214–218  
YANG Zhanshan, ZHU Nankang, YANG Shuqin. Preparation of reinforced poly (ethylene oxide) blend hydrogel films containing a drug and assessment of their properties[J]. *Journal of Radiation Research and Radiation Processing*, 1999, **17**(4): 214–218
- 4 Singh B, Pal L. Sterculia crosslinked PVA and PVA-poly(AAm) hydrogel wound dressings for slow drug delivery: mechanical, mucoadhesive, biocompatible and permeability properties[J]. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2012, **9**: 9–21
- 5 Pourjavadi A, Ayyari M, Amini-Fazl M S. Taguchi optimized synthesis of collageng poly (acrylic acid)/kaolin composite superabsorbent hydrogel[J]. *European Polymer Journal*, 2008, **44**(4): 1209–1216
- 6 魏召阳, 卢祖坤, 岳凌, 等. PAAS/PVA 水凝胶高吸水性树脂的制备及其性能研究[J]. *苏州大学学报(医学版)*, 2012, **32**(5): 661–664  
WEI Zhaoyang, LU Zukun, YUE Ling, *et al.* Study on preparation and properties of PAAS/PVA hydrogel super absorbent polymer[J]. *Journal of Soochow University (Medical Science)*, 2012, **32**(5): 661–664
- 7 卢祖坤, 李莉, 楚立凯, 等. PVA/PAAS/AM 水凝胶伤口敷料的制备及其性能研究[J]. *辐射研究与辐射工艺学报*, 2013, **31**(3): 030302(1–7)  
LU Zukun, LI Li, CHU Likai, *et al.* Study on preparation and properties of PVA/PAAS/AM hydrogel wound dressings[J]. *Journal of Radiation Research and Radiation*

- Processing, 2013, **31**(3): 030302(1-7)
- 8 Ge H C, Pang W, Luo D K. Graft copolymerization of chitosan with acrylic acid under microwave irradiation and its water absorbency[J]. Carbohydrate Polymers, 2006, **66**: 372-378
- 9 Liu J, Li Q, Su Y, *et al.* Synthesis of wheat straw cellulose-g-poly (potassium acrylate)/PVA semi-IPNs superabsorbent resin[J]. Carbohydrate Polymers, 2013, **94**: 539-546
- 10 王康林, 马友华, 胡园园, 等. 耐盐高吸水性树脂的合成及吸水率的测定[J]. 化工新型材料, 2011, **39**(12): 122-137
- 11 邓卫波, 申峻, 吴娟, 等. 羧甲基纤维素制备高吸水性树脂的研究[J]. 应用化工, 2011, **40**(2): 206-214
- WANG Kanglin, MA Youhua, HU Yuanyuan, *et al.* Synthesis of salt tolerant super absorbent polymer and measurement of its water absorption[J]. New Chemical Materials, 2011, **39**(12): 122-137
- DENG Weibo, SHEN Jun, WU Juan, *et al.* Study on the preparation of super absorbent resin by carboxymethyl cellulose[J]. Applied Chemical Industry, 2011, **40**(2): 206-214

## Radiation synthesis and the post-processing of a new salt resistance SAR

LI Li<sup>1</sup> CHU Likai<sup>1</sup> HUANG Weihong<sup>2</sup> YUE Ling<sup>1</sup> YANG Zhanshan<sup>1</sup>

<sup>1</sup>(School of Radiation Medicine and Protection, Soochow University, Suzhou 215123, China)

<sup>2</sup>(Changshu Cable Factory, Changshu 215500, China)

**Abstract Background:** Super absorbent resin (SAR) is widely used to absorb ion solution, while its absorbency needs further improvement. **Purpose:** The aim is to synthesise a new salt resistance SAR by radiation crosslinking, and its performance and the post-processing are researched. **Methods:** A copolymer gel composed of polyvinyl alcohol, polyacrylate sodium and ethylene diamine tetraacetic acid was prepared by the electron beam radiation crosslinking. The copolymer gels were dipped into the washing liquid comprised of different proportions of methanol and deionized water for swelling and immersion. Then these gels were frozen at -80 °C. After freeze-drying, crushing and screening, the new superabsorbent SAR was prepared. The factors may have influence on the ionic solutions absorption of the SAR which were investigated and optimized with orthogonal tests. The factors included the weight ratios of Poly vinyl alcohol (PVA) to Poly acrylate sodium (PAAS) to Ethylene diamine tetraacetic acid (EDTA) and the washing liquid. The performance of the SAR at home and abroad was tested. **Results:** The Suda3 SAR prepared under our optimized synthesis condition has excellent absorption rate and centrifugal liquid retaining capacity. The absorbency of the Suda3 SAR is  $(821.05 \pm 1.61) \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$  in deionized water and  $(72.57 \pm 3.01) \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$  in 0.9wt% NaCl solution respectively. These parameters are significantly better than that of the SAR of domestic and foreign famous companies ( $P < 0.01$ ). **Conclusion:** In this study, the new salt resistance SAR was prepared by radiation crosslinking and the post-processing. The SAR has excellent absorbency properties and could be used in the field of medicine and hygiene material.

**Key words** Super absorbent resin (SAR), Radiation crosslinking, Ethylene diamine tetraacetic acid (EDTA), Salt tolerance, Electron beam

**CLC** TL99, TL13