

聚碳酸丙烯酯/醋酸纤维素纳米复合膜的制备及其抗菌性研究

张文宇^{1,2}, 鲁雅宁^{1,2}, 席曼^{2*}, 崔杰^{1*}

¹辽宁石油化工大学石油化工学院, 辽宁 抚顺

²嘉兴大学材料与纺织工程学院, 浙江 嘉兴

收稿日期: 2024年4月23日; 录用日期: 2024年5月24日; 发布日期: 2024年5月31日

摘要

聚碳酸丙烯酯(PPC)作为一种双向环保材料, 具有原料种类繁、环保、生物相容性好等优点, 在医用材料中具有广阔的应用前景。但存在热稳定性差、表面疏水性差等问题。为了增强PPC的热稳定性与抗菌性, 本研究将醋酸纤维素(CA)纤维与PPC纤维复合, 再将磺胺嘧啶银(SS)加入到PPC组分中, 通过共轭纺丝的方法制备了PPC(SS)/CA三元复合纤维膜。所制备的纤维膜最大可承受344℃高温, 比较纯PPC纤维膜的最大耐热温度226℃提升了118℃, 并有优异的抗菌性能, 对金黄色葡萄球菌的抑菌率均达到99%, 这使得所制备的复合纤维膜在伤口敷料领域具有广阔的应用前景。

关键词

伤口敷料, 耐热, 抗菌, 静电纺丝

Preparation and Antibacterial Study of Polycarbonate Propylene Ester/Cellulose Acetate Nanocomposite Membrane

Wenyu Zhang^{1,2}, Yaning Lu^{1,2}, Man Xi^{2*}, Jie Cui^{1*}

¹College of Petrochemical Engineering, Liaoning University of Petrochemical Engineering, Fushun Liaoning

²School of Materials and Textile Engineering, Jiaxing University, Jiaxing Zhejiang

Received: Apr. 23rd, 2024; accepted: May 24th, 2024; published: May 31st, 2024

*通讯作者。

文章引用: 张文宇, 鲁雅宁, 席曼, 崔杰. 聚碳酸丙烯酯/醋酸纤维素纳米复合膜的制备及其抗菌性研究[J]. 材料科学, 2024, 14(5): 744-752. DOI: 10.12677/ms.2024.145082

Abstract

Polypropylene carbonate (PPC), as a bi-directional environmentally friendly material, has the advantages of a wide variety of raw materials, environmental friendliness, and good biocompatibility, and has broad application prospects in medical materials. But there are problems such as poor thermal stability and poor surface hydrophobicity. In order to enhance the thermal stability and antimicrobial properties of PPC, in this study, PPC(SS)/CA ternary composite fibrous membranes were prepared by conjugate spinning method by compositing cellulose acetate (CA) fibers with PPC fibers, and then incorporating silver sulfadiazine (SS) into the PPC component. The prepared fiber membrane can withstand a maximum high temperature of 344°C, which is 118°C higher than the maximum heat resistance temperature of a pure PPC fiber membrane of 226°C. It also has excellent antibacterial performance, with an inhibition rate of 99% against *Staphylococcus aureus*. This makes the prepared composite fiber membrane have broad application prospects in the field of wound dressings.

Keywords

Wound Dressings, Heat Resistance, Antibacterial, Electrospinning

Copyright © 2024 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 研究背景及意义

医用敷料作为临床创伤中使用的材料，对伤口护理至关重要。理想的医用敷料不仅可以保护伤口免受细菌感染，防止进一步感染，还可以增强细胞的附着、迁移和增殖。此外，它为伤口提供了湿润的环境，易于去除而不会造成二次损伤[1] [2] [3]。制备伤口敷料的技术有很多研究[4]，其中静电纺丝是一种最简单有效且使用最多的方法。静电纺丝是一种非常有前景的生产伤口敷料的技术，因为静电纺丝纳米纤维的比表面积大，孔隙率高，并且允许生物活性物质在纤维中原位结合并进一步释放到体内[2] [5]。静电纺丝方法主要有单轴[6]、同轴[7]、共轭和核壳[8]等。

目前利用静电纺丝技术在生物医药领域的应用主要有二维纤维膜伤口敷料和三维仿生支架。二维纤维膜伤口敷料目前已经取得一定进展，如Phachamud和Phiriyawirut等[9]优化电纺参数制备聚乙烯醇(PVA)纳米纤维膜，得益于纤维直径分布均匀、孔隙率高等特点，PVA膜的透气性与机械性能均满足伤口敷料的要求。徐宏宇等[10]制备聚乳酸-羟乙基酸(PLGA)与聚乙烯亚胺(PEI)同轴电纺纤维膜，同时兼顾了PLGA良好的机械性能和PEI的吸水性，获得了透气性与保水性均佳的纤维膜。

碳酸聚丙烯(PPC)是一种由环氧丙烷和二氧化碳合成的可生物降解高分子材料。作为一种双向环保材料，具有原料范围广、环境友好、生物相容性好等优点，在医用材料中具有广阔的应用前景[11] [12]。但也存在热稳定性差的缺点[13] [14]。而醋酸纤维素(Cellulose acetate, CA)的热稳定性很高且具有生物相容性好、无毒、价格低、产量高、韧性好、热塑性好等特点[15]。在静电纺丝中常被用作纤维素的替代材料。2005年的一项研究表明，醋酸纤维素的年产量超过15亿英镑，这证明了醋酸纤维素早已普及[16]。

因此，本研究选择性能优异的CA纤维与PPC纤维进行复合，通过共轭静电纺丝法制备PPC/CA复合纳米纤维膜，提高PPC纤维膜的热稳定性。由于磺胺嘧啶银(SS)作为磺胺类局部抗生素，常用于治疗

铜绿假单胞菌和金黄色葡萄球菌感染的皮肤烧伤和创面，我们选择在 PPC 组分中加入磺胺嘧啶银(SS)来增强复合纤维膜的抗菌性能。最后，我们制备了具有优异抗菌性能和良好亲水性的可生物降解的 PPC (SS)/CA 复合纤维膜。在医用敷料领域具有潜在的应用前景。

2. 实验部分

2.1. 材料

聚碳酸丙烯酯(PPC:Mw = $6.9 \times 10^4 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$)购自中国科学院长春应用化学研究所。醋酸纤维素(CA:Mw = $7.27 \times 10^4 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$)由 Sigma-Aldrich 提供。丙酮(AR)和 N,N-二甲基乙酰胺($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$, DMAc, 99.8%)购自中国北京化工有限公司。氯化钠(NaCl, 生物技术级), 牛肉膏(BR), 琼脂粉(BR), 蛋白胨(BR)和氢氧化钠(97%, 片状)均购自上海麦克林生化科技有限公司。金黄色葡萄球菌(CMCC(B)26003)购自上海鲁微科技有限公司, 所有化学品均按原样使用, 无需进一步纯化。

2.2. 制备方法

PPC/CA 复合纤维膜的制备

首先, 将 PPC 溶解在 CH_2Cl_2 中制备了 10 wt% 的 PPC 溶液, 将 CA 溶解在丙酮/DMAc (V/V = 3:1) 溶剂体系中, 在磁力搅拌下制备了 15 wt% 的 CA 溶液。然后, 利用静电纺丝集成装置(SS-3656H, 北京永康乐业科技发展有限公司), 采用共轭静电纺丝法制备 PPC/CA 复合纤维膜, 如图 1 所示。通过初步正交实验确定了两种聚合物的最佳纺丝工艺, 具体工艺参数如表 1 所示。静电纺丝过程中, 将聚合物溶液分别转移到装有内径 0.51 mm 和 0.60 mm 的针头的刻度玻璃注射器(5 mL)中, 并放置在系统的输液泵中。在静电纺丝过程中, 将聚合物溶液转移到 5 mL 塑料注射器中, 接收装置为滚筒接收器。纺丝温度 $25 \pm 1.5^\circ\text{C}$, 相对湿度 $45\% \pm 5\%$ 。纤维膜在 25°C 下真空干燥 24 h, 用于进一步分析。

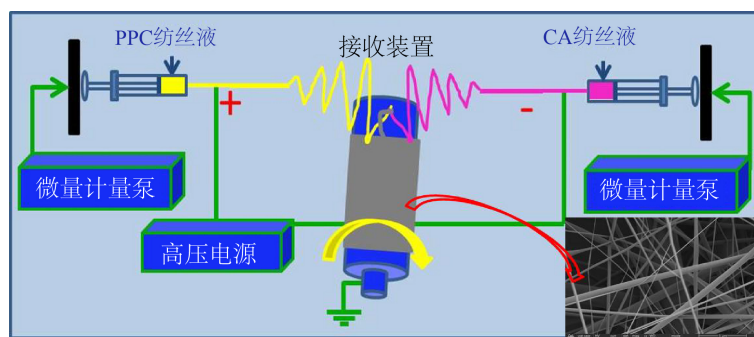


Figure 1. Schematic diagram of conjugated electrospinning method for preparing composite fiber membranes

图 1. 共轭静电纺丝法制备复合纤维膜示意图

Table 1. The optimal spinning parameters for PPC and CA fiber membranes

表 1. PPC 和 CA 纤维膜的最佳纺丝参数

溶液	溶液浓度 (%)	电压(kV)	针头内径(mm)	推助速率 (mm/min)	接收距离(cm)	接收速率(rpm)
PPC	10	14	0.51	0.08	13	80
CA	15	17	0.60	0.10	18	80

2.3. 性能表征

2.3.1. 傅里叶变换红外光谱分析(FTIR)-ATR

采用衰减全反射(ATR)模块(Bruker Vertex70, 德国)的 FTIR 光谱分析了 PPC、CA 和三种亲水性纤维素的掺入情况。分析在室温($T = 25^{\circ}\text{C}$)下进行, 范围从 4000 到 400 cm^{-1} , 对每个样品进行 16 次扫描(分辨率为 4 cm^{-1})。得到的结果被归一化, 以确保结果之间的准确比较。所获得的数据也减去了基线。

2.3.2. 热重分析(TGA)

纤维的热稳定性采用热重分析仪(TA Instruments Q50, USA)测定。所有样品(平均质量为 2.500 mg)置于陶瓷坩埚中, 在氮气(N_2)下(流量为 $60\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$), 加热速率为 $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ (温度范围: 50°C 至 600°C)。

2.3.3. 扫描电子显微镜(SEM)

通过扫描电子显微镜(SEM)分析了纤维的形貌、均匀性和直径, 使用配备的二次电子检测器(赛默飞世尔 Apreo S, 赛默飞世尔科技)。使用 Denton Vacuum (Desk V) 110 V 金属化器对样品进行金金属化(厚度 $\sim 5\text{ nm}$), SEM 图像用于确定纤维粗细以及是否均匀。

2.3.4. X 射线衍射(XRD)

通过 X 射线衍射法对样品晶体结构和结晶度进行研究, 使用具有 2θ 角衍射的布鲁克衍射仪, 范围为 7° 至 60° (λ 的 $\text{CuK}\alpha$ 辐射 = 1.5406 \AA ; 石墨单色器)。

2.3.5. 抗菌测试

1) 培养基制作方法

营养肉汤培养基: 称取 10 g 蛋白胨、 5 g 牛肉膏和 5 g 氯化钠溶解于 1 L 去离子水中, 调节 pH 至 $7.2\sim 7.4$, 将营养肉汤培养基在 121°C 、 0.1 MPa 下灭菌 20 min 。

营养琼脂培养基: 称取 10 g 蛋白胨、 5 g 牛肉膏、 5 g 氯化钠和 15 g 琼脂粉溶解于 1 L 去离子水中, 调节 pH 至 $7.2\sim 7.4$, 将混合溶液煮沸至溶液澄清透明使琼脂粉完全溶解, 将营养肉汤培养基在 121°C 、 0.1 MPa 下灭菌 20 min 。

2) 菌种活化及传代

菌种活化: 将购买的第二代菌种在室温下放置 30 min 。在超净台上, 用接种环从斜面培养基中挑取一点菌落移入装有 100 mL 营养肉汤培养基的锥形瓶中, 用无菌铝箔纸封口摇匀, 在 37°C 的摇床中活化 24 h 。

菌种传代: 在超净台上, 将加热融化后的营养琼脂培养基倒入培养皿中待冷却凝固。用接种环从活化后的营养肉汤培养基中接取一环菌悬液采用划线法在营养琼脂培养基上将菌悬液均匀涂开, 放入 37°C 恒温培养箱中培养 24 h 。

3) 菌种浓度测量及稀释

菌悬液浓度测量: 先将酶标仪打开预热 30 min , 将活化后的菌悬液通过混匀仪混匀, 然后在超净台上使用 $100\text{ }\mu\text{l}$ 移液枪将菌悬液移入 96 孔板中的 A1、A2 和 A3 中, 将空白营养肉汤培养基移入 96 孔板中的 B1、B2 和 B3 中, 将 96 孔板放入酶标仪中并在 600 nm 波长下测量吸光度, 当菌悬液吸光度与空白培养基吸光度之差为 $0.1\sim 0.2$ 之间时菌悬液浓度为 10^8 CUF/mL 。

菌悬液稀释: 如活化后菌悬液浓度过高则用 PBS 缓冲液稀释至 10^8 CUF/mL 。采用梯度稀释法稀释菌悬液, 将测量稀释后浓度为 10^8 CUF/mL 的菌悬液通过混匀仪振荡均匀, 在超净台上用移液枪移取 1 mL 浓度为 10^8 CUF/mL 菌悬液于 9 mL 的 PBS 缓冲液中, 此浓度为 10^7 CUF/mL 的菌悬液, 依次类推进行稀释获得所需浓度的菌悬液。

4) 振荡接触法操作流程

振荡接触法：根据悬菌液稀释方法，配制浓度为 10^6 CUF/mL 的金黄色葡萄球菌悬液 70 mL 放入 0.75 g 样品在 37°C 恒温摇床培养 18~24 h。

对培养后的锥形瓶进行稀释，稀释三次作为 10^3 CUF/mL 的稀释悬菌液，再稀释一次得到 10^2 的稀释悬菌液，然后分别移取 100 μL 的 10^2 和 10^3 稀释液于培养基表面进行均匀涂布，倒置于 37°C 恒温培养箱中培养 24 h，培养结束后观察实验结果，记录单菌落的数量。

3. 结果与讨论

3.1. 物理化学表征

复合纤维膜的 FTIR 分析

图 2 是 PPC 纤维膜、CA 纤维膜和 PPC/CA 复合纤维膜的红外光谱图，由 PPC 纤维膜的红外光谱可见 1735 cm^{-1} 处为羰基(C=O)的伸缩振动吸收峰， 1220 cm^{-1} 处为碳氧单键(C-O)的不对称伸缩振动吸收峰， 1060 cm^{-1} 处为碳氧单键(C-O)的对称伸缩振动吸收峰。CA 纤维膜的红外光谱图， 3476 cm^{-1} 处为-OH 的伸缩振动峰， 1736 cm^{-1} 处是羰基(C=O)的伸缩振动吸收峰； 1218 cm^{-1} 处是碳氧单键(C-O)的不对称伸缩振动吸收峰； 1036 cm^{-1} 是碳氧单键(C-O)的对称伸缩振动吸收峰；在 898 cm^{-1} 和 765 cm^{-1} 处出现了 C-H 的弯曲振动吸收峰。而 PPC/CA 复合纤维膜中 PPC 和 CA 的各个特征吸收峰均存在，只有部分峰值向低频偏移，如羰基(C=O)的伸缩振动吸收峰由 1735 cm^{-1} 处偏移至 1739 cm^{-1} ；这可能是由于共轭静电纺丝法制备的 PPC/CA 复合纤维膜中 PPC 和 CA 分子间形成了分子间氢键，而两种不同大分子之间形成的氢键比同一聚合物的分子之间形成更强。

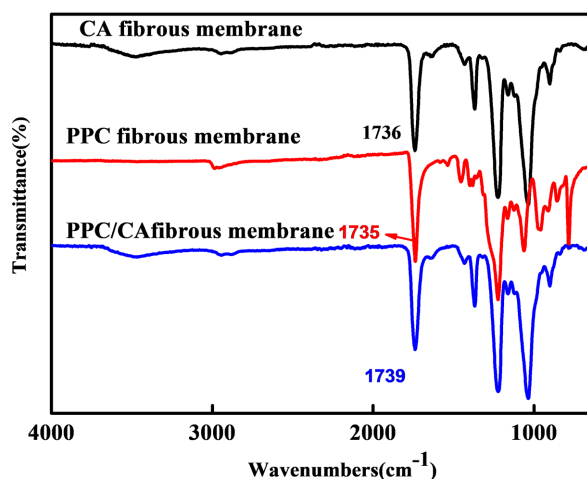


Figure 2. Infrared spectra of PPC fiber membrane, CA fiber membrane, and PPC/CA composite fiber membrane

图 2. PPC 纤维膜、CA 纤维膜和 PPC/CA 复合纤维膜的红外光谱

3.2. 复合纤维膜的热性能分析

通过前期对 PPC 纤维膜和 CA 纤维膜的热性能进行分析，得到 PPC 纤维膜(浓度为 10 wt%)的最大热分解温度为 226.2°C ；CA 纤维膜(浓度 15 wt%)的最大热分解温度为 346.9°C ；图 3 为 PPC/CA 复合纤维膜的热失重曲线，可以看出复合纤维膜有两个最大热分解温度为 280.39°C 和 344.30°C ，分别对应复合纤维膜中的两种组分 PPC 和 CA，说明共轭静电纺丝法制备的 PPC/CA 复合纤维膜两个组分的最大热分解温

度均得到了提高。这是由于两种聚合物在共轭静电纺丝过程中形成了分子间氢键，从而增加了各组分的稳定性。

图 4 是 PPC 纤维膜、CA 纤维膜和 PPC/CA 的三元复合纤维膜的 DTG 曲线。由于两种纤维素之间也能通过羟基生成氢键，不仅使复合膜混合更均匀，也提高了 PPC 最大失重峰温度。

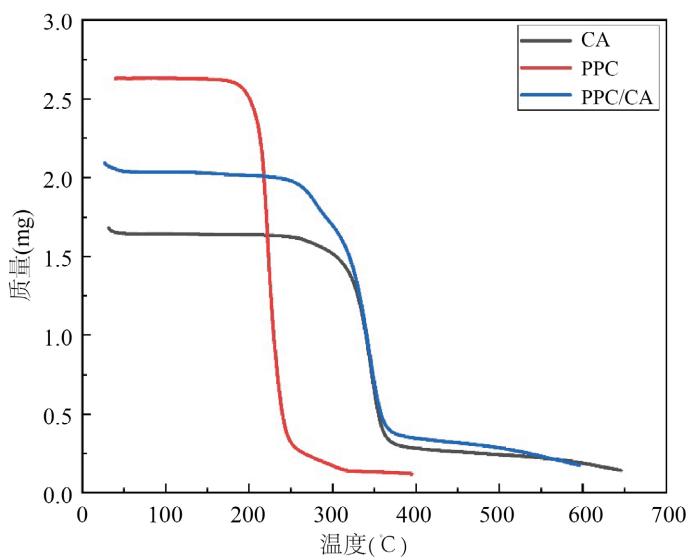


Figure 3. TG curves of PPC fiber membrane, CA fiber membrane, and PPC/CA

图 3. PPC 纤维膜、CA 纤维膜和 PPC/CA 的 TG 曲线

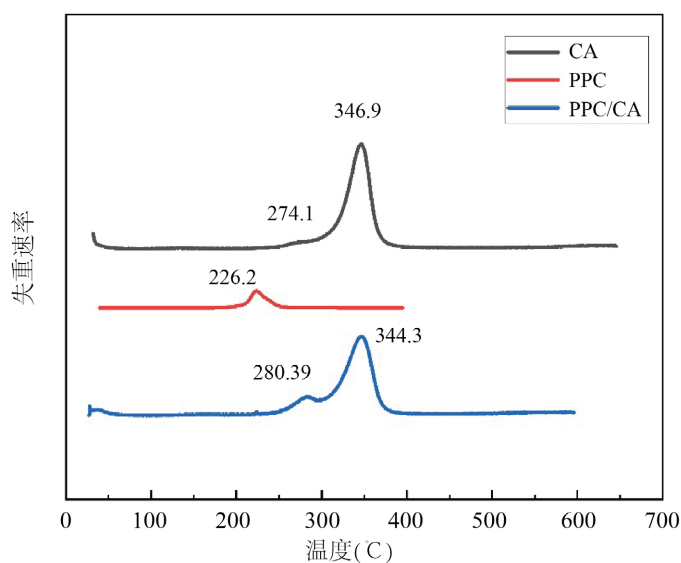


Figure 4. DTG curves of PPC fiber membrane, CA fiber membrane, and PPC/CA

图 4. PPC 纤维膜、CA 纤维膜和 PPC/CA 的 DTG 曲线

3.3. 扫描电镜测试

复合纤维膜的微观形貌通过 SEM 表征，图 5 是 PPC/CA 三元复合纤维膜放大倍数为 12000 倍的样品

扫描电镜图。

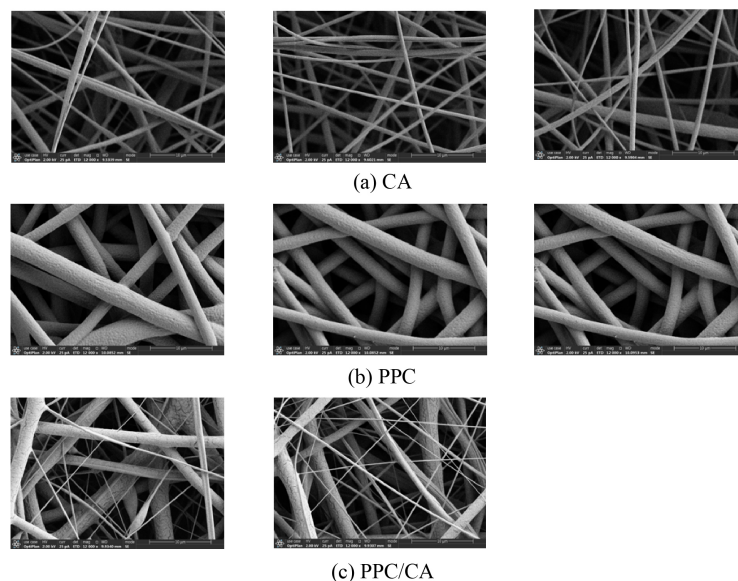


Figure 5. SEM images of PPC fiber membrane, CA fiber membrane, and PPC/CA composite fiber membrane

图 5. PPC 纤维膜, CA 纤维膜, PPC/CA 复合纤维膜的 SEM 照片

从图片中可以看出,整体纤维粗细均匀,PPC 纤维与 CA 纤维均匀交织在一起,从而提升复合纤维膜的热稳定性。

3.4. X 射线衍射

还通过 XRD 分析对相互作用进行了评估。图 6 显示了获得的结果。观察到的峰值 SS 衍射图中的 $2\theta \approx 10.2^\circ$ 证实了其结晶性质。因此,它在溶液中的结合(在生产纤维之前)会产生核,有利于结晶过程,从而提高材料的结晶度。在这种情况下,SS 的浓度越高,纤维中形成的细胞核就越多。

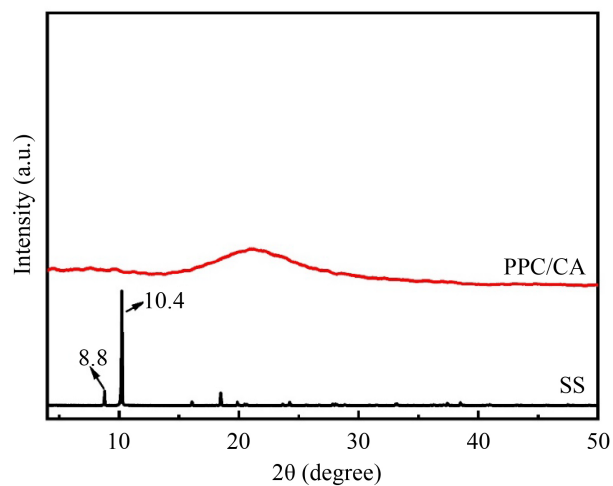


Figure 6. XRD diffraction of PPC/CA fiber membrane and SS

图 6. PPC/CA 纤维膜与 SS 的 XRD 射线衍射

3.5. 复合纤维膜的抑菌性分析

医用敷料与伤口接触时，如果敷料具有抗菌性能，则渗出液中的细菌能被杀死，因此抑菌性能是医用敷料的重要指标。图 7 是通过对 PPC(SS)/CA 复合纤维膜进行振荡接触法测试抗菌性的结果。可以观察到装有 PPC(SS)/CA 复合纤维膜的悬菌液几乎观察不到菌落存在。通过分析软件 Image-j 分别对空白悬菌液涂布琼脂平板和放有 PPC(SS)/CA 复合纤维膜悬菌液涂布的琼脂平板进行分析得出 PPC(SS)/CA 复合纤维膜对金黄色葡萄球菌的抑菌率为 99%。因此该复合纤维膜对金黄色葡萄球菌有良好的抑菌效果，具备应用于医用敷料的必要条件。

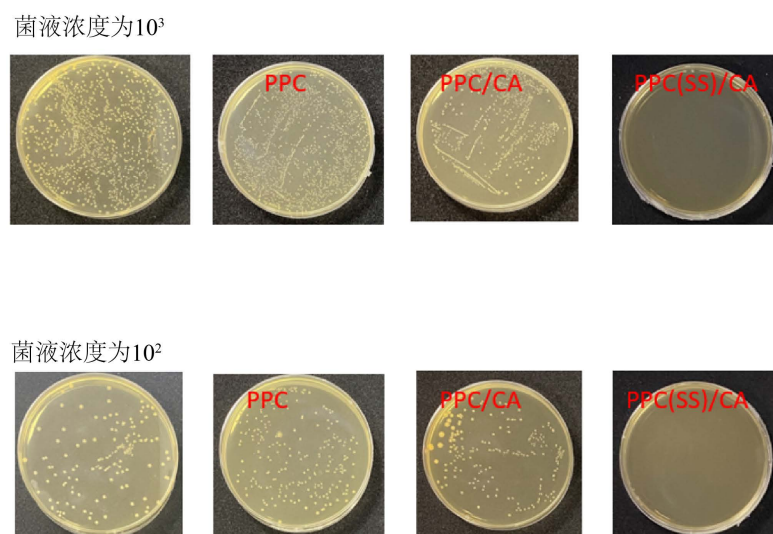


Figure 7. Figure of antibacterial results using oscillating contact method
图 7. 振荡接触法抗菌结果图

4. 结论

综上所述，在本研究中将 CA 纤维与 PPC 纤维进行复合，在 PPC 组分中加入磺胺嘧啶银(SS)后通过共轭静电纺丝法制备 PPC(SS)/CA 复合纳米纤维膜，提高 PPC 纤维膜的热稳定性和抗菌性能。最后通过表征、热稳定性和抗菌性能测试。得到了外表薄厚均匀、最大可承受 344℃ 高温，且对金黄色葡萄球菌的抑菌率均达到 99% 的耐热抗菌纤维膜。该纤维膜所具备的优异性能令其在伤口敷料领域的应用具有广阔前景。

参考文献

- [1] Hajilou, H., Farahpour, M.R. and Hamishehkar, H. (2020) Polycaprolactone Nanofiber Coated with Chitosan and Gamma Oryzanol Functionalized as a Novel Wound Dressing for Healing Infected Wounds. *International Journal of Biological Macromolecules*, **164**, 2358-2369. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.08.079>
- [2] Breitenbach, G.L., Rosenberger, M.G., Rosenberger, A.G., Caetano, J., Pellá, M.C.G., Scheidt, D.T., Martins, C.V.B., Munizc, E.C. and Dragunski, D.C. (2020) Antimicrobial Activity of Polymeric Microfibers Containing *Coix Lacryma-Jobi* Extract. *Macromolecular Research*, **9**, 869-876. <https://doi.org/10.1007/s13233-020-8115-z>
- [3] Hardt, J.C., Pellá, M.C.G., Meira, A.C.R., *et al.* (2021) Potential Wound Dressings from Electrospun Medicated Poly(Butylene-Adipate-Co-Terephthalate)/Poly-(ϵ -Caprolactone) Microfibers. *Journal of Molecular Liquids*, **339**, 116-694. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2021.116694>
- [4] Muzzarelli, A.A., Guerrieri, M., Goteri, G., Muzzarelli, C., Armeni, T., Ghiselli, R. and Cornelissen, M. (2005) The Biocompatibility of Dibutyl Chitin in the Context of Wound Dressings, *Biomaterials*, **26**, 5844-5854.

- <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2005.03.006>
- [5] Liu, X.L., Nielsen, L.H., Kłodzińska, S.N., *et al.* (2017) Ciprofloxacin-Loaded Sodium Alginate/Poly (Lactic-Coglycolic Acid) Electrospun Fibrous Mats for Wound Healing. *European Journal of Pharmaceutics & Biopharmaceutics*, **123**, 42-49. <https://doi.org/10.1016/j.ejpb.2017.11.004>
- [6] Kang, S., Hou, S., Chen, X., *et al.* (2020) Williams, Energy-Saving Electrospinning with a Concentric Teflon-Core Rod Spinneret to Create Medicated Nanofibers, *Polymers (Basel)*, **12**, 21-24. <https://doi.org/10.3390/polym12102421>
- [7] Yan, E., Jiang, J., Yang, X., *et al.* (2020) pH-Sensitive Core-Shell Electrospun Nanofibers Based on Polyvinyl Alcohol/Polycaprolactone as a Potential Drug Delivery System for the Chemotherapy against Cervical Cancer. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, **55**, 101455-101455. <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2019.101455>
- [8] Zhou, L.Y., Zhao, G.Y., Yin, J., *et al.* (2014) Toughening Poly(3-Hydroxybutyrate) with Propylene Carbonate Plasticized Poly(Propylene Carbonate). *e-Polymers*, **14**, 283-288. <https://doi.org/10.1515/epoly-2013-0069>
- [9] Phiriawirut, M. and Phaechamud, T. (2012) Cellulose Acetate Electrospun Fiber Mats for Controlled Release of Silymarin. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, **12**, 793-799. <https://doi.org/10.1166/jnn.2012.5343>
- [10] 徐宏宇, 贾列妮, 郭秋云, 等. 芯壳型 PEI/PLGA 同轴电纺纤维的制备及其相关理化性能研究[J]. 临床口腔医学杂志, 2014(10): 582-585.
- [11] Qin, Y., Chen, L., Wang, X., *et al.* (2011) Enhanced Mechanical Performance of Poly(Propylene Carbonate) via Hydrogen Bonding Interaction with O-Lauroyl Chitosan. *Carbohydrate Polymers*, **84**, 329-334. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.11.045>
- [12] Jin, R.X., Xi, M., Zhao, H.M., *et al.* (2018) Preparation and Thermal Performance of Polypropylene Carbonate (PPC) Fiber Membrane. *Material Sciences*, **8**, 567-572. <https://doi.org/10.12677/MS.2018.85066>
- [13] Jiang, Y., Yang, S.P., Guang, H.L., *et al.* (2020) Preparation and Properties of PPC/Diatomite Composite Fiber Membrane. *China Elastomers*, **30**, 1-5.
- [14] Yu, B., Jiao, X.N. and Wang, Z.Z. (2013) The Research of Electrospun Cellulose Acetate Nanofiber and Its Application. *Technical Textiles*, No. 3, 1-5.
- [15] Biswas, A., Saha, B.C., Lawton, J.W., Shrogen, R.L. and Willett, J.L. (2006) Process for Obtaining Cellulose Acetate from Agricultural By-Products. *Carbohydrate Polymers*, **64**, 134-137. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2005.11.002>
- [16] Li, J., Zhang, L.P., Peng, F., Bian, J., Yuan, T.Q. and Xu, F. (2009) Microwave-Assisted Solvent-Free Acetylation of Cellulose with Acetic Anhydride in the Presence of Iodine as a Catalyst. *Molecules*, **14**, 3551-3566. <https://doi.org/10.3390/molecules14093551>