



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0031340

(51)⁸ B32B 27/32

(13) B

(21) 1-2017-02379

(22) 12/12/2014

(86) PCT/CN2014/093708 12/12/2014

(87) WO2016/090633 16/06/2016

(45) 25/03/2022 408

(43) 27/11/2017 356A

(73) DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (US)

2040 Dow Center Midland Michigan 48674, United States of America

(72) YUN, Xiao B. (CN); PAN, Jianping (CN).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) CẤU TRÚC NHIỀU LỚP, TẦM MỎNG CÓ CẤU TRÚC NÀY VÀ BAO BÌ CHỨA TẦM MỎNG NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến cấu trúc nhiều lớp bao gồm ít nhất một lớp chất bịt kín ngoài cùng, trong đó lớp ngoài cùng này chứa polyetylen có độ kết tinh C_S ; lớp liên kết chứa polyetylen thứ nhất có độ kết tinh C_T , trong đó lớp liên kết này được kết dính với lớp ngoài cùng; và lớp chính chứa polyetylen thứ hai có độ kết tinh C_B , trong đó lớp liên kết được bố trí giữa lớp chính và lớp chất bịt kín ngoài cùng; trong đó độ kết tinh $C_B > C_T > C_S$; và trong đó các lớp được ép đùn đồng thời và cấu trúc nhiều lớp được định hướng bằng quá trình định hướng nửa nóng chảy. Sáng chế cũng đề cập đến tấm mỏng có cấu trúc nhiều lớp và sản phẩm chứa tấm mỏng này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến cấu trúc nhiều lớp, tấm mỏng có cấu trúc này và sản phẩm chứa tấm mỏng này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Định hướng là phương pháp thông thường để cải thiện độ bền vật lý của polyme. Một số màng polyetylen được định hướng hai trục đã được sử dụng để tạo ra độ dai và độ trong suốt, điều này có lợi cho việc làm giảm độ dày ở các ứng dụng bao bì mềm. Tuy nhiên, màng polyetylen được định hướng hai trục như vậy lại tác động tiêu cực đến đặc tính mối hàn kín bằng nhiệt, đặc biệt là đến nhiệt độ ban đầu của mối hàn kín bằng nhiệt. Do vậy, các cấu trúc bổ sung dùng cho các ứng dụng bao bì để tạo ra độ dai, độ trong suốt và đặc tính tốt của mối hàn kín bằng nhiệt trở nên có lợi.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất cấu trúc nhiều lớp, tấm mỏng có cấu trúc này và sản phẩm chứa tấm mỏng này.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất cấu trúc nhiều lớp bao gồm ít nhất một lớp chất bịt kín ngoài cùng, trong đó lớp ngoài cùng này chứa polyetylen có độ kết tinh C_S ; lớp liên kết chứa polyetylen thứ nhất có độ kết tinh C_T , trong đó lớp liên kết này được kết dính với lớp ngoài cùng; và lớp chính chứa polyetylen thứ hai có độ kết tinh C_B , trong đó lớp liên kết được bố trí giữa lớp chính và lớp chất bịt kín ngoài cùng; trong đó độ kết tinh $C_B > C_T > C_S$; và trong đó các lớp được ép dùn đồng thời và cấu trúc nhiều lớp được định hướng bằng quá trình định hướng nửa nóng chảy.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất cấu trúc nhiều lớp, tấm mỏng có cấu trúc này và sản phẩm chứa tấm mỏng này.

Thuật ngữ "polyme" để chỉ hợp chất polyme được điều chế bằng cách polyme hóa các monome thuộc loại giống nhau hoặc khác nhau. Do vậy, thuật ngữ chung polyme này bao gồm thuật ngữ polyme đồng nhất (dùng để chỉ các polyme được điều chế từ chỉ một loại monome, cần hiểu rằng lượng rất nhỏ tạp chất có thể có mặt trong

cấu trúc polyme này), và thuật ngữ chất đồng trùng hợp như được xác định sau đây. Lượng rất nhỏ tạp chất (ví dụ, cặn xúc tác) có thể được đưa vào và/hoặc có trong polyme này. Polyme có thể là polyme đơn, phối liệu polyme hoặc hỗn hợp polyme.

Thuật ngữ “polyolefin” để chỉ polyme chứa hơn 50% trọng lượng đơn vị có nguồn gốc từ một hoặc nhiều monome olefin, ví dụ, etylen hoặc propylen (tính theo trọng lượng polyme) và, tùy ý, có thể chứa ít nhất một comonome.

Thuật ngữ “polyetylen” để chỉ polyme chứa hơn 50% trọng lượng đơn vị có nguồn gốc từ monome etylen.

Thuật ngữ “polypropylen” để chỉ polyme chứa hơn 50% trọng lượng đơn vị có nguồn gốc từ monome propylen.

Thuật ngữ “cấu trúc nhiều lớp” để chỉ cấu trúc bất kỳ có nhiều hơn một lớp. Ví dụ, cấu trúc nhiều lớp có thể có hai, ba, bốn, năm lớp hoặc nhiều hơn. Cấu trúc nhiều lớp có thể được mô tả là có các lớp được ký hiệu bằng các chữ cái. Ví dụ, cấu trúc ba lớp có lớp lõi B, và hai lớp ngoài A và C có thể được ký hiệu là A/B/C. Tương tự, cấu trúc có hai lớp lõi B và C và hai lớp ngoài A và D sẽ được ký hiệu là A/B/C/D.

Theo phương án thứ nhất, sáng chế đề xuất cấu trúc nhiều lớp bao gồm ít nhất một lớp chất bịt kín ngoài cùng, trong đó lớp ngoài cùng này chứa polyetylen có độ kết tinh C_S ; lớp liên kết chứa polyetylen thứ nhất có độ kết tinh C_T , trong đó lớp liên kết này được kết dính với lớp ngoài cùng; và lớp chính chứa polyetylen thứ hai có độ kết tinh C_B , trong đó lớp liên kết được bố trí giữa lớp chính và lớp chất bịt kín ngoài cùng; trong đó độ kết tinh $C_B > C_T > C_S$; và trong đó các lớp được ép đùn đồng thời và cấu trúc nhiều lớp được định hướng bằng quá trình định hướng nửa nóng chảy.

Các polyetylen có thể được dùng trong lớp ngoài cùng và lớp liên kết bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, polyme đồng nhất của etylen, copolyme etylen/ α -olefin, chất đồng trùng hợp etylen/ α -olefin/dien, copolyme etylen vinyl axetat và copolyme etylen metacrylat.

Theo phương án thứ hai, sáng chế đề xuất tấm mỏng có cấu trúc nhiều lớp theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, cấu trúc này được cán mỏng lên lớp nền được chọn từ nhóm bao gồm polyetylen terephtalat được định hướng hai trục, polypropylen được định hướng hai trục, và polyamit được định hướng hai trục, và polyetylen được định hướng hai trục

Theo phương án thứ ba, sáng chế đề xuất bao bì chứa tấm mỏng theo phương

án bất kỳ được mô tả ở đây.

Sáng chế đề xuất cấu trúc nhiều lớp, tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, ngoại trừ độ kết tinh C_B nằm trong khoảng từ 42 đến 63%. Tất cả các giá trị và các khoảng giá trị nhỏ riêng rẽ nằm trong khoảng từ 42 đến 63% đều được bao gồm và bộc lộ ở đây. Ví dụ, độ kết tinh C_B có thể nằm trong khoảng từ giới hạn dưới bằng 42, 47, 52, 59, hoặc 61% đến giới hạn trên bằng 44, 49, 54, 61 hoặc 63%. Ví dụ, độ kết tinh C_B có thể nằm trong khoảng từ 42 đến 63%, hoặc theo phương án khác, nằm trong khoảng từ 42 đến 52%, hoặc theo phương án khác, nằm trong khoảng từ 52 đến 63%, hoặc theo phương án khác, nằm trong khoảng từ 45 đến 60%.

Sáng chế đề xuất cấu trúc nhiều lớp, tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, ngoại trừ hiệu số độ kết tinh $C_B - C_S$ lớn hơn 3%. Tất cả các giá trị riêng rẽ lớn hơn 3% đều được bao gồm và bộc lộ ở đây. Ví dụ, hiệu số độ kết tinh $C_B - C_S$ lớn hơn 3%, hoặc theo phương án khác, giá trị này lớn hơn 4%, hoặc theo phương án khác, giá trị này lớn hơn 5%, hoặc theo phương án khác, giá trị này lớn hơn 6%.

Sáng chế đề xuất cấu trúc nhiều lớp, tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, ngoại trừ polyetylen thứ hai có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,910 đến 0,940 g/cm³. Tất cả các giá trị và các khoảng giá trị nhỏ riêng rẽ nằm trong khoảng từ 0,910 đến 0,940 g/cm³ đều được bao gồm và bộc lộ ở đây; ví dụ tỷ trọng có thể nằm trong khoảng từ giới hạn dưới bằng 0,910, 0,920, 0,930 hoặc 0,938 g/cm³ đến giới hạn trên bằng 0,915, 0,926, 0,937, hoặc 0,940 g/cm³. Ví dụ, polyetylen thứ hai có thể có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,910 đến 0,940 g/cm³, hoặc theo phương án khác, giá trị này nằm trong khoảng từ 0,925 đến 0,940 g/cm³, hoặc theo phương án khác, giá trị này nằm trong khoảng từ 0,910 đến 0,926 g/cm³, hoặc theo phương án khác, giá trị này nằm trong khoảng từ 0,915 đến 0,935 g/cm³.

Sáng chế xuất cấu trúc nhiều lớp, tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, ngoại trừ tỷ trọng của polyetylen thứ hai lớn hơn tỷ trọng của polyetylen được định hướng ít nhất là 0,005 g/cm³. Tất cả các giá trị và các khoảng giá trị nhỏ riêng rẽ lớn hơn tỷ trọng của polyetylen được định hướng ít nhất là 0,005 g/cm³ đều được bao gồm và bộc lộ ở đây. Ví dụ, tỷ trọng của polyetylen thứ hai có thể lớn hơn tỷ trọng của polyetylen được định hướng ít nhất là 0,005 g/cm³, hoặc theo phương án khác, tỷ trọng của polyetylen thứ hai lớn hơn tỷ trọng của polyetylen được định

hướng ít nhất là $0,005 \text{ g/cm}^3$, hoặc theo phương án khác, tỷ trọng của polyetylen thứ hai lớn hơn tỷ trọng của polyetylen được định hướng ít nhất là $0,007 \text{ g/cm}^3$, hoặc theo phương án khác, tỷ trọng của polyetylen thứ hai lớn hơn tỷ trọng của polyetylen được định hướng ít nhất là $0,01 \text{ g/cm}^3$.

Sáng chế đề xuất cấu trúc nhiều lớp, tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, ngoại trừ cấu trúc nhiều lớp có độ dày nằm trong khoảng từ 20 đến 80 micron. Tất cả các giá trị và các khoảng giá trị nhỏ riêng rẽ nằm trong khoảng từ 20 đến 80 micron đều được bao gồm và bộc lộ ở đây; ví dụ độ dày của cấu trúc nhiều lớp có thể nằm trong khoảng từ giới hạn dưới bằng 20, 30, 40, 50, 60 hoặc 70 micron đến giới hạn trên bằng 25, 34, 45, 56, 65, 74 hoặc 80 micron. Ví dụ, độ dày của cấu trúc nhiều lớp có thể nằm trong khoảng từ 20 đến 80 micron, hoặc theo phương án khác, độ dày này nằm trong khoảng từ 40 đến 60 micron, hoặc theo phương án khác, độ dày này nằm trong khoảng từ 20 đến 50 micron, hoặc theo phương án khác, độ dày này nằm trong khoảng từ 40 đến 80 micron.

Sáng chế đề xuất cấu trúc nhiều lớp, tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, ngoại trừ cấu trúc nhiều lớp là lớp chất bịt kín.

Sáng chế đề xuất cấu trúc nhiều lớp, tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, ngoại trừ polyetylen thứ nhất của lớp liên kết có tỷ lệ trọng lượng tích lũy lớn hơn 0,18 đối với các phân đoạn có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 95 đến 115°C . Tất cả các giá trị và các khoảng giá trị nhỏ riêng rẽ của tỷ lệ trọng lượng tích lũy lớn hơn 0,18 đều được bao gồm và bộc lộ ở đây. Ví dụ, polyetylen thứ nhất của lớp liên kết có tỷ lệ trọng lượng tích lũy đối với các phân đoạn có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 95 đến 115°C là lớn hơn 0,18, hoặc theo phương án khác, giá trị này lớn hơn 0,22, hoặc theo phương án khác, giá trị này lớn hơn 0,25, hoặc theo phương án khác, giá trị này lớn hơn 0,3.

Sáng chế xuất tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, ngoại trừ cấu trúc nhiều lớp được cán mỏng lên trên lớp nền bằng cách cán mỏng ép đùn.

Sáng chế đề xuất tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, ngoại trừ cấu trúc nhiều lớp được cán mỏng lên trên lớp nền bằng cách cán mỏng dùng keo.

Sáng chế đề xuất tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây,

ngoại trừ keo là keo trên cơ sở dung môi.

Sáng chế đề xuất tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, ngoại trừ keo không chứa dung môi.

Sáng chế đề xuất tấm mỏng và bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây, ngoại trừ keo là keo trên cơ sở nước.

Bao bì theo phương án bất kỳ được mô tả ở đây có thể được sử dụng cho mục đích bất kỳ và để chứa loại sản phẩm bất kỳ. Theo phương án cụ thể, bao bì được sử dụng để chứa sản phẩm thực phẩm ở dạng lỏng, dạng bột, hoặc dạng khô.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau đây minh họa sáng chế nhưng không nhằm giới hạn phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Ba cấu trúc một lớp hoặc nhiều lớp được tạo ra là cấu trúc so sánh 1 và 2 và cấu trúc theo sáng chế 1. Thành phần của mỗi lớp được thể hiện ở bảng 1. Tổng độ dày của mỗi cấu trúc nhiều lớp là khoảng 1000 micron. Do toàn bộ ba lớp của cấu trúc so sánh 1 được làm từ cùng chất liệu, cấu trúc này là cấu trúc một lớp không có lớp chất bịt kín cụ thể. ELITE 5220G được ép đùn đồng thời làm lớp chất bịt kín trong cấu trúc so sánh 2. Tuy nhiên, lớp chính và lớp liên kết của cấu trúc so sánh 2 có cùng thành phần. Trong cấu trúc theo sáng chế 1, thành phần của lớp chính, lớp liên kết và lớp chất bịt kín là khác nhau. Hỗn hợp gồm 13C09R02 với lượng 63% trọng lượng, LDPE 621i với lượng 7% trọng lượng và ELITE 5220G với lượng 30% trọng lượng với tỷ trọng 0,923 g/cm³ và độ kết tinh 47% được sử dụng làm lớp liên kết.

Bảng 1

	Tỷ lệ lớp	Cấu trúc so sánh 1	Cấu trúc so sánh 2	Cấu trúc so sánh 3	Cấu trúc theo sáng chế 1
Lớp chính	70%	90% LLDPE-1 + 10% LDPE 621i	90% LLDPE-1 + 10% LDPE 621i	90% LLDPE-1 + 10% LDPE 621i	90% LLDPE-1 + 10% LDPE 621i
Lớp liên kết	15%	90% 1 LLDPE-1 + 10% LDPE 621i	90% LLDPE-1 + 10% LDPE 621i	100 % DOWLEX 2047G	63% LLDPE-1 + 7% LDPE 621i + 30% ELITE 5220G
Lớp chất bịt kín	15%	90% LLDPE-1 + 10% LDPE 621i	100% ELITE 5220G	100% ELITE 5220G	100% ELITE 5220G

LDPE 620i là polyetylen tỷ trọng thấp (sản phẩm có bán trên thị trường từ công ty Dow Chemical Company (Midland, MI, Hoa Kỳ) có chỉ số nóng chảy I_2 bằng 2,3 g/10 phút và tỷ trọng bằng 0,920 g/cm³. ELITE 5220G là LLDPE trên cơ sở octen có chỉ số nóng chảy I_2 bằng 3,5 g/10 phút và tỷ trọng bằng 0,915 g/cm³ (sản phẩm có bán trên thị trường từ công ty Dow Chemical Company). DOWLEX 2047G là polyetylen tỷ trọng thấp mạch thẳng có chỉ số nóng chảy I_2 bằng 2,3 g/10 phút và tỷ trọng bằng 0,917 g/cm³, và là sản phẩm có bán trên thị trường từ công ty Dow Chemical Company.

LLDPE-1 là polyetylen tỷ trọng thấp mạch thẳng (Linear Low Density Polyethylene: LLDPE) trên cơ sở etylen/1-octen với I_2 bằng 1,6 g/10 phút và tỷ trọng bằng 0,926 g/cm³.

LLDPE bao gồm polyetylen tỷ trọng thấp mạch thẳng được xúc tác bằng Ziegler Natta, polyetylen tỷ trọng thấp mạch thẳng (chứa metaloxen) (m-LLDPE) được xúc tác ở một vị trí và polyetylen tỷ trọng trung bình (Medium Density Polyethylene: MDPE) miễn là MDPE có tỷ trọng không lớn hơn 0,940 g/cm³; cũng như hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất nêu trên. Các nhựa polyetylen này thường là đã biết trong lĩnh vực. Nhựa LLDPE thích hợp nhất để dùng trong sáng chế có thể được đặc trưng bởi ba thông số sau đây.

LLDPE để sử dụng trong sáng chế có $MW_{HDF>95}$ lớn hơn 135 kg/mol và $I_{HDF>95}$ lớn hơn 42 kg/mol.

Tốt hơn, nếu LLDPE có chỉ số nóng chảy (190°C, 2,16 kg) nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 g/10 phút.

Tốt hơn, nếu LLDPE có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,91 đến 0,94 g/cm³.

Trọng lượng phân tử của phân đoạn có tỷ trọng cao ($MW_{HDF>95}$) và chỉ số của phân đoạn có tỷ trọng cao ($I_{HDF>95}$)

Trọng lượng phân tử của polyme có thể được xác định trực tiếp từ bộ dò LS (tán xạ ánh sáng ở góc 90 độ, Precision Detectors) và bộ dò nồng độ (IR-4, Polymer Char) theo phép tính xấp xỉ Rayleigh-Gans-Debys (A. M. Striegel và W. W. Yau, Modern Size-Exclusion Liquid Chromatography, 2nd Edition, trang 242 và trang 263, 2009) bằng cách giả thiết thừa số dạng bằng 1 và toàn bộ hệ số virial bằng không. Các đường gốc được trừ khỏi phổ sắc ký LS (90 độ) và IR-4 (kênh đo). Đối với toàn bộ

nhựa, các ô tích phân được thiết lập để tích phân toàn bộ phổ sắc ký ở nhiệt độ giải hấp (việc hiệu chỉnh nhiệt độ được nêu rõ trên đây) nằm trong khoảng từ 25,5 đến 118°C. Phân đoạn có tỷ trọng cao được xác định là phân đoạn có nhiệt độ giải hấp cao hơn 95,0°C trong CEF. Phương pháp đo $MW_{HDF>95}$ và $I_{HDF>95}$ bao gồm các bước sau đây:

- (1) Đo độ lệch giữa các bộ dò. Độ lệch được xác định là độ lệch thể tích hình học giữa bộ dò LS so với bộ dò IR-4. Độ lệch này được tính toán dưới dạng chênh lệch thể tích giải hấp (ml) của đỉnh polyme giữa phổ sắc ký IR-4 và phổ sắc ký LS. Độ lệch này được chuyển hóa thành độ lệch nhiệt độ bằng cách sử dụng tỷ lệ nhiệt giải hấp và tốc độ dòng giải hấp. Polyetylen tỷ trọng cao (không chứa comonome, chỉ số nóng chảy I_2 bằng 1,0, tính đa phân tán hoặc sự phân bố trọng lượng phân tử M_w/M_n bằng khoảng 2,6 xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm gel thông thường) được sử dụng. Các điều kiện thử nghiệm là giống như trong phương pháp CEF trên đây được sử dụng ngoại trừ các thông số sau đây: kết tinh ở tốc độ 10°C/phút từ 140°C đến 137°C, cân bằng nhiệt ở 137°C trong 1 phút là thời gian giải hấp phân đoạn hòa tan, và giải hấp ở tốc độ 1°C/phút từ 137°C đến 142°C. Tốc độ dòng trong quá trình kết tinh là 0,10 ml/phút. Tốc độ dòng trong quá trình giải hấp là 0,80 ml/phút. Nồng độ mẫu là 1,0 mg/ml.
- (2) Mỗi điểm dữ liệu trong phổ sắc ký LS được dịch chuyển để hiệu chỉnh độ lệch giữa các bộ dò trước khi tích phân.
- (3) Trọng lượng phân tử ở mỗi nhiệt độ duy trì được tính toán dưới dạng tín hiệu LS đã trừ đường gốc / tín hiệu IR4 đã trừ đường gốc / hằng số MW (K)
- (4) Phổ sắc ký LS và IR-4 đã trừ đường gốc được tích phân ở nhiệt độ giải hấp nằm trong khoảng từ 95,0 đến 118,0°C.
- (5) Trọng lượng phân tử của phân đoạn có tỷ trọng cao ($MW_{HDF>95}$) được tính theo công thức

$$MW_{HDF>95} = \int_{95}^{118} Mw \cdot C \cdot dT / \int_{95}^{118} C \cdot dT$$

trong đó Mw là trọng lượng phân tử của phân đoạn polyme ở nhiệt độ giải hấp T và C là tỷ lệ theo trọng lượng của phân đoạn polyme ở nhiệt độ giải hấp T trong CEF, và

$$\int_{25}^{118} C \cdot dT = 100\%$$

(6) Chỉ số của phân đoạn có tỷ trọng cao ($I_{HDF>95}$) được tính theo công thức

$$I_{HDF>95} = \int_{95}^{118} Mw \cdot C \cdot dT$$

trong đó Mw là trọng lượng phân tử của phân đoạn polyme ở nhiệt độ giải hấp T trong CEF.

Hằng số MW (K) của CEF được tính toán bằng cách sử dụng polyetylen NIST 1484a được phân tích bởi cùng các điều kiện như để xác định độ lệch giữa các bộ dò. Hằng số MW (K) được tính toán dưới dạng “(tổng diện tích tích phân LS) của NIST PE1484a / (tổng diện tích tích phân) của kênh đo IR-4 của NIST PE 1484a / 122000”.

Mức nhiễu trắng của bộ dò LS (90 độ) được tính toán từ phổ sắc ký LS trước khi giải hấp polyme. Trước hết, phổ sắc ký LS được hiệu chỉnh để hiệu chỉnh đường gốc để thu được tín hiệu đã trừ đường gốc. Mức nhiễu trắng của LS được tính toán dưới dạng độ lệch chuẩn của tín hiệu LS đã trừ đường gốc bằng cách sử dụng ít nhất 100 điểm dữ liệu trước khi giải hấp polyme. Mức nhiễu trắng điển hình đối với LS nằm trong khoảng từ 0,20 đến 0,35 mV trong khi toàn bộ polyme có chiều cao đỉnh đã trừ đường gốc thường bằng khoảng 170 mV đối với polyetylen tỷ trọng cao không chứa comonome, I_2 bằng 1,0, tính đa phân tán M_w/M_n bằng khoảng 2,6 được sử dụng trong phép đo độ lệch giữa các bộ dò. Cần lưu ý để duy trì tỷ số tín hiệu trên mức nhiễu (tỷ số chiều cao đỉnh của toàn bộ polyme và mức nhiễu trắng) bằng ít nhất là 500 đối với polyetylen tỷ trọng cao.

Tỷ trọng toàn phần và độ kết tinh theo tính toán của chế phẩm polyme ở mỗi lớp trong cấu trúc so sánh 1 và 2 và cấu trúc theo sáng chế 1 được thể hiện ở bảng 2.

Bảng 2

	Cấu trúc so sánh 1	Cấu trúc so sánh 2	Cấu trúc so sánh 3	Cấu trúc theo sáng chế 1
Tỷ trọng lớp chính	0,926 g/cm ³	0,926 g/cm ³	0,926 g/cm ³	0,926 g/cm ³
Độ kết tinh lớp chính	52,9%	52,9%	52,9%	52,9%
Tỷ trọng lớp liên kết	0,926 g/cm ³	0,926 g/cm ³	0,917 g/cm ³	0,923 g/cm ³
Độ kết tinh lớp liên kết	52,9%	52,9%	46,6%	50,8%

Tỷ trọng lớp chất bịt kín	0,926 g/cm ³	0,915 g/cm ³	0,915 g/cm ³	0,915 g/cm ³
Độ kết tinh lớp chất bịt kín	52,9%	45,1%	45,1%	45,1%

Cấu trúc so sánh và cấu trúc theo sáng chế được thử nghiệm kéo giãn đồng thời 6x6 trên thiết bị kéo giãn dùng cho phòng thí nghiệm Accupull với nhiệt độ kéo giãn 118°C và tốc độ kéo giãn 200%/giây. Màng kéo giãn được cán mỏng lên trên màng polyetylen terephthalat được định hướng hai trục (Biaxially Oriented Polyethylene Terephthalate: BOPET) có độ dày 12micron, bằng hỗn hợp MOR-FREE MF698A + C79 (100:50) (là hệ keo polyuretan hai thành phần, không dung môi hữu cơ được xử lý ở nhiệt độ 40-45°C và có bán trên thị trường từ công ty Dow Chemical Company) với trọng lượng lớp phủ 1,7 g/m². Kết quả độ bền mỗi hàn kín của màng được cán mỏng được thử nghiệm và độ bền mỗi hàn kín bằng nhiệt (N/25 mm) được thể hiện ở bảng 3.

Bảng 3

Nhiệt độ hàn kín (°C)	90	100	110	120	130	140	150	160
Cấu trúc so sánh 1/ Tấm mỏng BOPET	0,16	-0,09	0,06	0,2	1,53	40,6	31,85	10,67
Cấu trúc so sánh 2/ tấm mỏng BOPET	-0,04	4,64	6,85	7,26	12,75	28,90	31,18	26,65
Cấu trúc so sánh 3/ tấm mỏng BOPET	0,89	1,09	6,16	6,29	10,97	22,92	17,7	18,50
Cấu trúc theo sáng chế 1/ tấm mỏng BOPET	-0,09	-0,13	9,79	13,77	19,52	33,92	41,63	39,79

Phân tích sự phân bố comonome được thực hiện theo phương pháp kết tinh – giải hấp – cất phân đoạn (Crystallization Elution Fractionation: CEF) được tiến hành đối với cấu trúc so sánh 3 và cấu trúc theo sáng chế 1. Kết quả phân tích CEF được trình bày ở bảng 4.

Bảng 4

	Tỷ lệ % trọng lượng ở mỗi vùng nhiệt độ		
°C	25-35	35-95	95-115
Cấu trúc so sánh 3	6,1%	79,0%	14,9%
Cấu trúc theo sáng chế 1	2,9%	64,1%	33,0%

Phương pháp thử nghiệm

Các phương pháp thử nghiệm bao gồm các phương pháp sau đây:

Độ kết tinh polyme có thể được xác định bằng phương pháp đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân, và các phương pháp phân tích khác. Đối với polyme đồng nhất của etylen hoặc copolyme etylen alpha-olefin, và các ví dụ ở đây, độ kết tinh có thể được tính theo tỷ trọng của nó theo công thức sau đây:

$$\text{Độ kết} = \frac{1}{\text{Tỷ trọng}} \left(\frac{\text{Tỷ trọng} - 0,855}{0,145} \right)$$

Tỷ trọng polyme được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D792.

Độ bền mối hàn kín: Thiết bị thử nghiệm độ dính nóng (Model 4000, J&B Corp.) được sử dụng theo kiểu “chỉ hàn kín” mà không kéo, để thực hiện mối hàn kín bằng nhiệt. Các thông số mối hàn kín là như sau: chiều rộng của mẫu = 25mm; thời gian hàn kín = 0,5 giây; áp suất hàn kín = 0,275MPa. Sau đó, các mẫu đã được hàn kín được hóa già trong khoảng 24 giờ, trong môi trường được kiểm soát (23±2°C, độ ẩm tương đối 55±5). Sau đó, độ bền mối hàn kín được thử nghiệm trên máy kéo giãn (Kiểu 5943, INSTRON Corp.) với tốc độ kéo 500 mm/phút. Tải trọng lớn nhất được ghi lại là độ bền mối hàn kín.

Phương pháp CEF: Phân tích sự phân bố comonome được thực hiện bằng thiết bị kết tinh – giải hấp – cất phân đoạn (CEF) (PolymerChar, Tây Ban Nha) (Monrabal et al, Macromol. Symp. 257, 71-79 (2007)) có bộ dò IR-4 (PolymerChar, Tây Ban Nha) và hai bộ dò tán xạ ánh sáng theo góc Model 2040 (Precision Detectors, hiện nay là Agilent Technologies). Bộ dò IR-4 hoặc IR-5 được sử dụng. Cột bảo vệ hạt 10 micron có kích thước 50X4,6 mm (PolymerLab, hiện nay là Agilent Technologies) được lắp ngay trước bộ dò IR-4 ở trong lò dùng cho bộ dò này. Ortho-diclobenzen

(ODCB, loại khan 99%) và 2,5-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT, số catalô B1378-500G, số lô 098K0686) được mua từ Sigma-Aldrich. Silicagel 40 (cỡ hạt 0,2~0,5mm, số catalô 10181-3) được mua từ EMD Chemicals. Silicagel được sấy trong lò chân không ở nhiệt độ 160°C trong khoảng hai giờ trước khi sử dụng. 800mg BHT và 5g silicagel được thêm vào 2 lít ODCB. “ODCB chứa BHT và silica gel” giờ đây được gọi là “ODCB.” ODCB này được sục nitơ khô (N₂) trong một giờ trước khi sử dụng. Nitơ khô là nitơ thu được bằng cách cho nitơ ở áp suất <90 psig (0,62MPa) đi qua CaCO₃ và rây phân tử 5Å. Nitơ thu được phải có điểm sương khoảng -73°C. Việc chuẩn bị mẫu được thực hiện bằng dụng cụ lấy mẫu tự động ở mức 4 mg/ml (trừ khi được nêu theo cách khác) trong khi lắc ở nhiệt độ 160°C trong 2 giờ. Thể tích bơm mẫu là 300µl. Profin nhiệt độ trong phương pháp CEF là: kết tinh ở tốc độ 3°C/phút từ 110°C đến 30°C, cân bằng nhiệt ở nhiệt độ 30°C trong 5 phút (bao gồm thời gian giải hấp phân đoạn hòa tan được thiết lập là 2 phút), giải hấp ở tốc độ 3°C/phút từ 30°C đến 140°C. Tốc độ dòng trong quá trình kết tinh là 0,052 ml/phút. Tốc độ dòng trong quá trình giải hấp là 0,50 ml/phút. Dữ liệu được thu thập ở một điểm dữ liệu/giây.

Cột CEF của công ty Dow Chemical Company được nạp các hạt thủy tinh có cỡ hạt 125 µm± 6% (MO-SCI Specialty Products) bằng ống không gỉ có đường kính 1/8 inso (0,3175cm) theo công bố đơn yêu cầu cấp patent Hoa Kỳ số US 2011/0015346 A1. Đường kính ngoài của cột (outside diameter: OD) là 1/8 inso (0,3175cm). Các thông số quan trọng cần thiết để lắp lại phương pháp bao gồm đường kính trong của cột (ID), và chiều dài cột (L). ID và L phải được chọn sao cho khi được nạp các hạt thủy tinh có đường kính 125µm, thể tích chất lỏng bên trong nằm trong khoảng từ 2,1 đến 2,3ml. Nếu L bằng 152cm, thì ID phải bằng 0,206cm và độ dày thành phải bằng 0,056cm. Các trị số khác nhau của L và ID có thể được sử dụng, miễn là đường kính hạt thủy tinh bằng 125µm và thể tích chất lỏng bên trong nằm trong khoảng từ 2,1 đến 2,3ml. Việc hiệu chỉnh nhiệt độ cột được thực hiện bằng cách sử dụng hỗn hợp gồm polyetylen mạch thẳng là mẫu đối chứng tiêu chuẩn NIST 1475a (1,0mg/ml) và Eicosan (2mg/ml) trong ODCB. Quá trình hiệu chỉnh nhiệt độ CEF gồm bốn bước: (1) Tính toán thể tích trễ được xác định dưới dạng độ lệch nhiệt độ giữa nhiệt độ đỉnh giải hấp đo được của Eicosan trừ 30,00°C; (2) Lấy dữ liệu nhiệt độ chưa xử lý CEF trừ độ lệch nhiệt độ của nhiệt độ giải hấp. Lưu ý rằng độ lệch nhiệt độ này là hàm số của các điều kiện thử nghiệm, như nhiệt độ giải hấp, tốc độ dòng giải hấp, v.v.; (3) Tạo ra

đường hiệu chỉnh tuyến tính biến đổi nhiệt độ giải hấp trong khoảng từ 30,00°C đến 140,00°C sao cho polyetylen mạch thẳng NIST 1475a có nhiệt độ đỉnh ở 101,0°C, và Eicosan có nhiệt độ đỉnh bằng 30,0°C, (4) Đối với phân đoạn hòa tan được xác định đẳng nhiệt ở nhiệt độ 30°C, nhiệt độ giải hấp được ngoại suy tuyến tính bằng cách sử dụng tốc độ gia nhiệt giải hấp bằng 3°C/phút. Thu được nhiệt độ đỉnh giải hấp sao cho đường cong hiệu chỉnh hàm lượng comonome quan sát được phù hợp với nhiệt độ được báo cáo trong công bố đơn yêu cầu cấp patent Hoa Kỳ số US 2011/0015346 A1.

Sáng chế có thể được thể hiện ở các dạng khác mà không đi trệch khỏi bản chất của nó, và do đó, cần tham khảo các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo hơn là phần mô tả trên đây, vì chúng chỉ ra phạm vi bảo hộ của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Cấu trúc nhiều lớp bao gồm:

ít nhất một lớp chất bịt kín ngoài cùng, trong đó lớp ngoài cùng này chứa polyetylen được định hướng có độ kết tinh C_S ;

lớp liên kết chứa polyetylen thứ nhất có độ kết tinh C_T , trong đó lớp liên kết này được kết dính với lớp ngoài cùng, trong đó polyetylen thứ nhất của lớp liên kết có tỷ lệ trọng lượng tích lũy lớn hơn 0,18 đối với các phân đoạn có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 95 đến 115°C; và

lớp chính chứa polyetylen thứ hai có độ kết tinh C_B , trong đó lớp liên kết được bố trí giữa lớp chính và lớp chất bịt kín ngoài cùng, trong đó độ kết tinh C_B nằm trong khoảng từ 42 đến 63%, trong đó polyetylen thứ hai có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,910 đến 0,940 g/cm³, được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D792; trong đó độ kết tinh $C_B > C_T > C_S$; và

trong đó tỷ trọng của polyetylen thứ hai lớn hơn tỷ trọng của polyetylen được định hướng ít nhất là 0,005 g/cm³ và

trong đó các lớp được ép đùn đồng thời và cấu trúc nhiều lớp được định hướng bằng quá trình định hướng nửa nóng chảy.

2. Cấu trúc nhiều lớp theo điểm 1, trong đó hiệu số độ kết tinh $C_B - C_S$ lớn hơn 3%.

3. Cấu trúc nhiều lớp theo điểm 1, trong đó tỷ trọng của polyetylen thứ hai lớn hơn tỷ trọng của polyetylen được định hướng ít nhất là 0,007 g/cm³.

4. Cấu trúc nhiều lớp theo điểm 1, trong đó cấu trúc nhiều lớp này có độ dày nằm trong khoảng từ 20 đến 80 micron.

5. Tấm mỏng có cấu trúc nhiều lớp theo điểm 1, trong đó tấm này được cán mỏng lên trên lớp nền được chọn từ nhóm bao gồm polyetylen terephthalat được định hướng hai trục, polypropylen được định hướng hai trục, và polyamit được định hướng hai trục.

6. Tấm mỏng theo điểm 5, trong đó cấu trúc nhiều lớp là lớp chất bịt kín.

7. Tấm mỏng theo điểm 5, trong đó cấu trúc nhiều lớp được cán mỏng lên trên lớp nền bằng cách cán mỏng ép đùn.
8. Tấm mỏng theo điểm 5, trong đó cấu trúc nhiều lớp được cán mỏng lên trên lớp nền bằng cách cán mỏng dùng keo.
9. Tấm mỏng theo điểm 8, trong đó keo này là keo trên cơ sở dung môi hữu cơ.
10. Tấm mỏng theo điểm 8, trong đó keo này là keo trên cơ sở nước.
11. Tấm mỏng theo điểm 8, trong đó keo này không chứa dung môi hữu cơ.
12. Bao bì chứa tấm mỏng theo điểm 8.