



(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)



1-0031925

(51)⁷ C09J 133/08; G09F 3/10; C09J 7/02;
G09F 3/02; C08F 220/18; C09J 7/00

(13) B

(21) 1-2017-01896

(22) 22/10/2015

(86) PCT/US2015/056888 22/10/2015

(87) WO/2016/065133 28/04/2016

(30) 14/523,380 24/10/2014 US

(45) 25/05/2022 410

(43) 25/07/2017 352A

(73) SYNTHOMER USA LLC (US)

160 Greentree Dr., Suite 101 Dover, DE 19904 (US)

(72) LACHAPPELL, Andrew (US); GUO, Jong (US).

(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Thảo Thọ Quyển (INVENCO.,LTD)

(54) VẬT LIỆU BỌC BỀ MẶT DẠNG MÀNG DÙNG CHO BAO BÌ POLYME

(57) Sáng chế đề cập đến chất kết dính nhạy áp (PSA) loại bỏ được có thể sử dụng với vật liệu bọc bề mặt và/hoặc nhãn bao bì được thiết kế để loại bỏ trong khi tái chế bao bì polyme. PSA theo sáng chế bao gồm (a) ít nhất một monome có thể trải qua phản ứng trùng hợp gốc tự do và homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh nhỏ hơn hoặc bằng 10°C, (b) ít nhất một monome chưa bão hòa monoolefin có nhóm chức aldehyt hoặc keton, và (c) một lượng hiệu quả của ít nhất một chất liên kết ngang polyhydrazit có nhóm chức hydrazin. PSA theo sáng chế có giá trị bám dính vỏ nằm trong khoảng từ 0,4lbs/in (70N/m) đến 4lbs/in (700N/m), và tỷ lệ phần trăm màng còn lại trên bao bì polyme sau thử nghiệm tuyển tách chìm-nổi nằm trong khoảng từ 0% đến 8%.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chất kết dính nhạy áp dạng nhũ tương chứa nước (pressure sensitive adhesive: PSA) hữu ích cho vật liệu bọc bề mặt và/hoặc nhãn bao bì mà được thiết kế để được loại bỏ đi khi tái chế bao bì polyme.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong những năm gần đây, việc sử dụng bao bì polyme (ví dụ như polyetylen terephthalat (polyethylene terephthalate-PET), polyetylen mật độ cao (high density polyethylene-HDPE), polyvinyl clorua (polyvinyl chloride-PVC), polypropylen (polypropylene-PP), hoặc các loại nhựa khác) tăng lên do tính nhẹ và khả năng chịu đứt. Nhãn dạng màng nhạy áp cũng được sử dụng nhiều với các hệ bao bì polyme do khả năng chịu được độ ẩm và mẫu mã cải thiện, và khả năng tái chế vật liệu bao bì này được mong muốn. Trong quá trình tái chế điển hình, bồn chứa chất ăn mòn nóng chứa chất hoạt động bề mặt được sử dụng để giải phóng vảy nhựa nền khỏi nhãn. Sau đó, vảy nhựa được tách ra khỏi nhãn đã được loại bỏ trong quá trình tuyển tách chìm-nổi. Hiệp hội các nhà tái chế nhựa sau tiêu thụ (Association of Postconsumer Plastic Recyclers: APR) đã thiết lập quy trình để đánh giá các hệ thống nhãn để tái chế. Không loại bỏ nhãn dạng màng trong quá trình tái chế sẽ làm bẩn màu và làm giảm độ sạch của PET tái chế.

Nhãn dạng màng có khả năng chịu được điều kiện tái chế dẫn đến một phần của nhãn vẫn còn dính vào lúc cuối của quá trình. Do đó, mong muốn rằng các nhãn dạng màng và chất kết dính được thiết kế để giải phóng trong bước rửa của quá trình tái chế, và tách khỏi PET trong chất lỏng, có trọng lực riêng cho phép các thành phần tách ra nổi hoặc chìm.

Do đó, có nhu cầu về chất kết dính nhạy áp (PSA) cho nhãn dạng màng mà có thể tạo điều kiện thuận lợi cho việc tách trong quá trình tái chế trong khi vẫn duy trì đặc tính hoạt động mong muốn trong suốt vòng đời của sản phẩm.

Ngoài ra còn có nhu cầu về hệ bao bì polyme mà có thể cung cấp quá trình tái chế hiệu quả và tiết kiệm về mặt chi phí.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất vật liệu bọc bề mặt dạng màng dùng cho bao bì polyme, bao gồm thành phần chất kết dính nhạy áp (PSA). PSA bao gồm (a) ít nhất một monome mà có thể trải qua phản ứng trùng hợp gốc tự do và homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh (T_g) nhỏ hơn hoặc bằng 10°C , (b) ít nhất một monome chưa bão hòa mono-olefin có nhóm chức aldehyt hoặc keton, và (c) một lượng hiệu quả của ít nhất một chất liên kết ngang polyhydrazit có nhóm chức hydrazin. Thành phần PSA theo sáng chế có giá trị bám dính vỏ nằm trong khoảng từ 0,4lbs/in (70N/m) đến 4lbs/in (700N/m), và tỷ lệ phần trăm màng còn lại trên bao bì polyme sau thử nghiệm tuyển tách chìm nổi nằm trong khoảng từ 0% đến khoảng 8%. Theo khía cạnh khác, thành phần PSA theo sáng chế còn bao gồm chất hoạt động bề mặt với một liên kết đôi cacbon-cacbon hoạt động.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất vật liệu bọc bề mặt dạng màng dùng cho bao bì polyme, bao gồm thành phần PSA. Thành phần PSA này bao gồm (a) ít nhất một monome mà có thể trải qua phản ứng trùng hợp gốc tự do và homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh (T_g) nhỏ hơn hoặc bằng 10°C với lượng nằm trong khoảng từ 50% đến 95% trọng lượng, (b) ít nhất một monome chưa bão hòa mono-olefin có nhóm chức aldehyt hoặc keton với lượng $> 0,1\%$, (c) một lượng hiệu quả của ít nhất một chất liên kết ngang polyhydrazit có nhóm chức hydrazin và một chất hoạt động bề mặt có liên kết đôi cacbon-cacbon hoạt động, với phần trăm theo trọng lượng tính theo trọng lượng của hỗn hợp monome, với lượng hiệu quả của chất liên kết ngang polyhydrazit là lượng sao cho tỷ lệ của nhóm chức hydrazin nằm trong khoảng từ 0,02 đến 5 đương lượng trên 1 đương lượng nhóm chức aldehyt hoặc keton. Thành phần PSA theo sáng chế có giá trị bám dính vỏ nằm trong khoảng từ 0,4lbs/in (70N/m) đến

4lbs/in (700N/m), và tỷ lệ phần trăm màng còn lại trên bao bì polyme sau thử nghiệm tuyển tách chìm-nổi nằm trong khoảng từ 0% đến khoảng 8%.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 là biểu đồ từng điểm thể hiện độ bám dính vỏ theo khả năng tái sử dụng thành phần PSA theo sáng chế và thành phần PSA đối chứng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Thành phần PSA loại bỏ được theo sáng chế bao gồm thể phân tán polyme acrylic chứa hỗn hợp monome có (a) ít nhất một monome mà có thể trải qua phản ứng trùng hợp gốc tự do. Theo một phương án, hỗn hợp monome có thể bao gồm ít nhất một este axit acrylic hoặc este axit (met)acrylic mà homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh (T_g) nhỏ hơn hoặc bằng 10°C , và (b) ít nhất một monome chưa bão hòa mono-olefin có một nhóm aldehyt hoặc nhóm keton. Nhũ tương theo sáng chế được cho phản ứng với (c) một lượng hiệu quả của ít nhất một chất liên kết ngang polyhydrazit.

Ví dụ về ít nhất một este axit acrylic hoặc este axit (met)acrylic mà homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh (T_g) nhỏ hơn hoặc bằng 10°C bao gồm, nhưng không giới hạn ở, benzyl acrylat, n-butyl acrylat, sec-butyl acrylat, xyanoethyl acrylat, iso-decyl acrylat, n-decyl acrylat, dodecyl acrylat, dodecyl metacrylat, 2-etoxyethyl acrylat, ethyl acrylat, 2-ethylhexyl acrylat, 2-ethylhexyl acrylat, n-hexyl acrylat, hexyl metacrylat, isobutyl acrylat, isopropyl acrylat, isotactic, 2-metoxyethyl acrylat, methyl acrylat, octadecyl metacrylat, octyl metacrylat, 2-phenylethyl acrylat, n-propyl acrylat, và 2,2,2-trifloethyl acrylat, cũng như các hỗn hợp hoặc tập con bất kỳ của chúng.

Theo một phương án, T_g của homopolyme của este axit acrylic hoặc este axit (met)acrylic nằm trong khoảng từ -100°C đến 10°C , hoặc nằm trong khoảng từ -70°C đến 10°C , hoặc nằm trong khoảng từ -70°C đến -10°C .

Theo một phương án, ít nhất một este axit acrylic hoặc este axit (met)acrylic mà homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh (T_g) nhỏ hơn

hoặc bằng 10°C có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 50% đến 95% trọng lượng hoặc nằm trong khoảng từ 70% đến 90% trọng lượng tính theo trọng lượng của hỗn hợp monome.

Theo một phương án, ít nhất một este axit acrylic hoặc este axit (met)acrylic mà homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh (T_g) nhỏ hơn hoặc bằng 10°C bao gồm 2-ethylhexyl acrylat, n-butyl acrylat, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Monome chưa bão hòa mono-olefin có nhóm chức keton hoặc aldehyt là monome chứa một gốc aldo hoặc keto và liên kết đôi cacbon-cacbon có thể trùng hợp. Các ví dụ bao gồm, nhưng không giới hạn ở, acrolein, metacrolein, vinylbenzaldehyt, crotonaldehyt, (met)acryloxyalkylpropanal, điaxeton acrylamit (DAAM), điaxeton acrylat, hoặc hỗn hợp bất kỳ hoặc các tập con của chúng.

Theo một phương án, lượng monome chưa bão hòa mono-olefin có nhóm chức aldehyt hoặc keton có mặt với lượng $> 0,1\%$ trọng lượng, hoặc nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10% trọng lượng, hoặc nằm trong khoảng từ 0,75% đến 5% trọng lượng, tính theo trọng lượng của hỗn hợp monome.

Theo một phương án, monome chưa bão hòa mono-olefin có nhóm chức aldehyt hoặc keton bao gồm điaxeton acrylamit, điaxeton acrylat, acrolein, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Theo một phương án, hỗn hợp monome tùy ý có thể bao gồm một hoặc nhiều este axit acrylic hoặc este axit (met)acrylic mà homopolyme của nó có T_g của lớn hơn 10°C, ví dụ lớn hơn 10°C đến khoảng 175°C. Các ví dụ bao gồm, nhưng không giới hạn ở, benzyl metacrylat, t-butyl acrylat, 2-tert-butylaminoethyl metacrylat, butyl metacrylat, t-butyl metacrylat, xyclohexyl acrylat xyclohexyl metacrylat, diethylaminoethyl metacrylat, dimethylaminoethyl metacrylat, etyl metacrylat, hexadexyl acrylat, hexadexyl metacrylat, hexyl acrylat, 2 hydropropyl metacrylat, 2-hydroxyethyl metacrylat, isobornyl acrylat, isobornyl metacrylat, isobutyl metacrylat, isopropyl metacrylat, methyl

metacrylat, atactic, metyl metacrylat, syndiotactic, phenyl metacrylat và trimethylsilyl metacrylat, cũng như các hỗn hợp hoặc tập con bất kỳ của chúng.

Theo một phương án, ít nhất một este axit acrylic hoặc este axit (met)acrylic mà homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh (T_g) lớn hơn 10°C có mặt với lượng từ 0% đến 50% trọng lượng, hoặc từ 0% đến 30% trọng lượng, tính theo trọng lượng của hỗn hợp monome.

Theo một phương án, hỗn hợp monome có thể bao gồm một hoặc nhiều axit carboxylic chưa bão hòa etylen. Các ví dụ bao gồm, nhưng không giới hạn ở, axit monocarboxylic chưa bão hòa monoetylen như axit acrylic, axit metacrylic, axit etacrylic, axit crotonic, và carboxyetyl acrylat, axit đicarboxylic chưa bão hòa monoetylen như axit maleic, axit fumaric, axit itaconic, và axit xitraconic, axit tricarboxylic chưa bão hòa monoetylen như axit aconitic, và dẫn xuất được thế halogen (ví dụ, axit alphachloracrylic) và anhydrit của các axit (ví dụ, anhydrit maleic và anhydrit xitraconic).

Thành phần PSA theo sáng chế có thể bao gồm axit carboxylic chưa bão hòa etylen với lượng từ 0,5 đến 7% trọng lượng hoặc từ 1 đến 3% trọng lượng, tính theo trọng lượng của hỗn hợp monome.

Theo một phương án của sáng chế, thành phần PSA theo sáng chế có thể bao gồm chất chuyển mạch alkyl mercaptan như C_6 - C_{18} alkyl mercaptan, ví dụ n-hexyl mercaptan, n-octyl mercaptan và n-dodecyl mercaptan. Khi được sử dụng, thành phần PSA theo sáng chế có thể bao gồm chất chuyển mạch mercaptan với lượng từ 0,01% đến 0,5% trọng lượng, tính theo trọng lượng của hỗn hợp monome.

Theo một phương án, quá trình điều chế thể phân tán theo sáng chế có thể sử dụng một pha liên tục (thường là nước), và các thành phần tiêu chuẩn khác và đã biết trong lĩnh vực này, chẳng hạn như chất khơi mào, chất khử, chất hoạt động bề mặt, chất xúc tác, chất làm ướt, chất liên kết ngang, chất bảo quản và các chất tương tự. Ví dụ, chất khơi mào trùng hợp bất kỳ tan trong nước thông thường phù hợp cho việc trùng hợp nhũ tương có thể được sử dụng. Tỷ lệ phần trăm theo trọng lượng thông thường của chất khơi mào nằm trong khoảng từ

0,01% đến 2,0%, tốt hơn là từ 0,01% đến 1,0% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của monome. Ví dụ về chất khơi mào bao gồm, nhưng không giới hạn ở, persulfat, peroxit, các hợp chất azo, và hỗn hợp của chúng. Các chất khơi mào tan trong nước có thể được sử dụng một mình hoặc kết hợp với một hoặc nhiều chất khử thông thường như, nhưng không giới hạn ở, natri formaldehyt sulfoxylat, natri metabisulfit, axit ascorbic, muối sắt, muối sắt được tạo chelat, và các chất tương tự.

Theo một phương án, hệ chất khơi mào trùng hợp tan trong nước là peroxit được sử dụng kết hợp với chất khử thông thường như các hệ dựa trên tert-butyl hydroperoxit natri formaldehyt sulfoxylat với chất xúc tác phức sắt được tạo chelat.

Ví dụ về hệ chất hoạt động bề mặt thích hợp là các chất đã được biết đến trong lĩnh vực này và bao gồm chất nhũ hoá anion, không ion, cation, hoặc lưỡng tính và hỗn hợp của chúng. Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt chứa anion bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các alkyl sulfat, sulfat của rượu etoxylat, aryl sulfonat, phosphat của rượu etoxylat hóa, sulfosuxinat, sulfat và sulfonat của các alkylphenol được etoxyl hóa, và các hỗn hợp của chúng. Các ví dụ về chất hoạt động bề mặt không ion bao gồm, nhưng không giới hạn ở, rượu được etoxyl hóa, các alkylphenol etoxyl hóa, và các hỗn hợp của chúng. Các ví dụ về chất hoạt động bề mặt cation bao gồm, nhưng không giới hạn ở, amin béo được etoxyl hóa. Theo một phương án, chất hoạt động bề mặt hoạt động hóa học có liên kết đôi cacbon-cacbon hoạt động được sử dụng. Ví dụ về chất phản ứng bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các alkylphenol etoxylat có chứa nhóm thế alkenyl, các hợp chất muối polyoxyalkylen-1-(alyloxymetyl) alkyl ete sulfat, các muối poly (oxy-1,2-etandiyl), alpha-sulfo-omega-[1-(hydroxymetyl)-2-(2-propen-yloxy) etoxy] (Adeka SR Series, có sẵn trên thị trường từ Adeka Corporation), và hỗn hợp hoặc các tập con của chúng. Theo một phương án, chất hoạt động bề mặt hoạt động bao gồm chất hoạt động bề mặt hoạt động dòng Adeka SR. Trọng lượng điển hình của chất hoạt động bề mặt nằm trong khoảng từ 0,2% đến 5,0% và tốt hơn là, từ 1,0% đến 5,0% trọng lượng và tốt nhất là

nằm trong khoảng từ 1,0% đến 3,0 % trọng lượng. Chất hoạt động bề mặt này được sử dụng bởi phương pháp thông thường được biết rõ trong lĩnh vực này. Theo một phương án, quy trình điều chế PSA bao gồm nhũ tương hóa hỗn hợp monome với hệ chất hoạt động bề mặt trước phản ứng trùng hợp.

Sau phản ứng trùng hợp, độ pH của nhũ tương latec được điều chỉnh bằng một bazơ thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các hydroxit kim loại, amoni hydroxit, amin, và các hỗn hợp của chúng. Độ pH được điều chỉnh đến ít nhất là 6,0, và tốt hơn là, từ 6,5 đến 9,5, và tốt nhất là từ 7,0 đến 9,0. Theo một phương án, bazơ phù hợp là amoni hydroxit.

Nhũ tương PSA theo sáng chế có hàm lượng chất rắn thông thường nằm trong khoảng từ 30 đến 70% và tốt hơn là từ 40 đến 55%. Phản ứng trùng hợp có thể được thực hiện ở nhiệt độ thông thường dùng cho phản ứng trùng hợp nhũ tương. Phản ứng trùng hợp tốt nhất là được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°F (43,3°C) đến 210°F (99°C) và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 130°F (54°C) đến 190°F (88°C).

Thành phần PSA theo sáng chế được cho phản ứng với lượng hiệu quả của hợp chất polyhydrazit có ít nhất hai nhóm chức hydrazit (NH-NH₂). Ví dụ cụ thể về hợp chất polyhydrazit bao gồm, nhưng không giới hạn ở, dihydrazit axit oxalic, dihydrazit axit malonic, dihydrazit axit succinic, dihydrazit axit glutaric; dihydrazit axit adipic, dihydrazit axit sebacic; dihydrazit axit dicarboxylic chưa bão hòa monoolefin như dihydrazit axit maleic, dihydrazit axit fumaric, dihydrazit axit itaconic; 10 polyhydrazit axit cacbonic như dihydrazit axit cacbonic; dihydrazit thơm như dihydrazit axit phthalic, dihydrazit axit terephthalic, dihydrazit axit isophthalic; trihydrazit như 1,2,4-butanetricarbohydrazit, 1,1,4-butanetricarbohydrazit, 1,2,5-pentanetricarbohydrazit, 1,3,6-hexanetricarbohydrazit, 1,3,7-heptanetricarbohydrazit, và 1-hydroxy-1,2,4-butanetricarbohydrazit, và hỗn hợp hoặc tập con bất kỳ của chúng. Theo một phương án, polyhydrazit bao gồm dihydrazit adipic, dihydrazit isophthalic, dihydrazit sebacic, bis-semicarbizit, và hỗn hợp của chúng. Theo phương án khác, polyhydrazit là dihydrazit axit adipic.

Lượng có hiệu quả của chất liên kết ngang polyhyđrazit là lượng sao cho tỷ lệ nhóm chức hyđrazin nằm trong khoảng từ 0,02 đến 5, hoặc từ 0,1 đến 3, hoặc từ 0,5 đến 2 đương lượng trên 1 đương lượng nhóm chức aldehyt hoặc keton của monome chưa bão hòa mono-olefin có nhóm chức aldehyt hoặc keton. Hợp chất polyhyđrazit có thể được thêm vào ở thời điểm bất kỳ trong quá trình này. Theo một phương án, hợp chất này được thêm vào sau phản ứng nhũ tương. Theo một phương án, chất liên kết ngang polyhyđrazit là tùy ý.

Thành phần PSA theo sáng chế có thể được sử dụng với vật liệu bọc bề mặt dạng màng hoặc giấy. Ví dụ về vật liệu bọc bề mặt dạng màng thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn ở, vật liệu olefin (ví dụ polypropylen, polyetylen, v.v.), vật liệu bọc bề mặt polystyren, vật liệu bọc bề mặt PET, polyvinyl clorua và hỗn hợp của chúng. Cấu trúc của vật liệu bọc bề mặt có thể bao gồm nhiều lớp. Vật liệu bọc bề mặt cũng có thể chứa một lớp phủ, lớp in, và/hoặc lớp dát mỏng.

Theo một phương, thành phần PSA theo sáng chế thường có giá trị bám dính vỏ nhỏ hơn 4lbs/in (700N/m), nhỏ hơn khoảng 2lbs/in (350N/m), nhỏ hơn khoảng 1lb/in (175N/m) hoặc nằm trong khoảng từ 0,4lbs/in (70N/m) đến 4 lbs/in (700N/m) hoặc nằm trong khoảng từ 0,4 lbs/in (70N/m) đến 2lbs/in (350N/m). Theo một phương án khác, trong quá trình tái chế bao bì polyme với nhãn dạng màng bám dính vào thành phần PSA theo sáng chế, tỷ lệ phần trăm màng (% màng) còn lại trên PET sau thử nghiệm tuyển tách chìm-nổi nằm trong khoảng từ 0% đến khoảng 8%, hoặc từ 0% đến 5%, hoặc từ 0% đến 3%.

Theo một phương án, thành phần PSA theo sáng chế không chứa các chất phụ gia như được mô tả trong công bố đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số US 2010/0051200 nhằm tạo thuận lợi cho việc rửa bằng chất ăn mòn đối với chất nền polyme trong quá trình tái chế. Đã biết trong lĩnh vực này, việc sử dụng các chất phụ gia có thể tạo ra độ nhạy ẩm cho thành phần PSA.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Để hiểu hơn về sáng chế kể cả các ưu điểm đặc trưng của nó, phần dưới

đây mô tả các ví dụ thực hiện sáng chế.

Ví dụ 1: Trong lò phản ứng thủy tinh có vỏ 2L được trang bị bình ngưng tụ hồi lưu, cặp nhiệt điện, và cánh khuấy 4 lưỡi, 1800,0g latec được điều chế. Lò phản ứng được nạp 410,7g nước, 5,6g chất hoạt động bề mặt Abex 2535 (có sẵn từ Rhodia Solvay Group), và 0,0040g chất xúc tác Dissolvine 4.5 (có sẵn từ Akzo Nobel NV), được đun nóng đến 140°F (60°C), và được khuấy ở tốc độ 100-300 vòng/phút. Tiền nhũ tương monome được điều chế trong một bình riêng biệt bằng cách trộn 257,7g nước, 16,1g chất hoạt động bề mặt Adeka SR 3025 (có sẵn từ công ty Adeka), 2,4g chất hoạt động bề mặt Abex 2535, 8,05g chất làm ướt Surfynol 440 (có sẵn từ Air Products and Chemicals, Inc), 12,1g betacarboxyethyl acrylat, 8,1g axit acrylic, 40,3g butyl acrylat, 40,3g etyl acrylat, và 724,8g 2-ethylhexyl acrylat. Sau khi tiền nhũ tương được trộn và tạo ra, 32,8g tiền nhũ tương được thêm vào lò phản ứng. Và 32,2g Adeka SR3025 nữa được thêm vào tiền nhũ tương. 24,2g nước với 0,4g tertbutyl hydroperoxit và 24,2g nước với 0,2g natri formaldehyt sulfoxylat được thêm vào lò phản ứng để tạo ra hạt nhũ tương tại chỗ. Sau khi hạt tại chỗ được tạo ra được chỉ ra bằng sự tỏa nhiệt ban đầu, tiền nhũ tương được nạp trong 180 phút và chất oxy hóa gồm 48,3g nước với 2,4g tertbutyl hydroperoxit và chất khử gồm 96,6g nước với 1,2g natri formaldehyt sulfoxylat được thêm vào trong 300 phút. Phản ứng được thực hiện ở nhiệt độ từ 138°F (59°C) đến 142°F (142°C). Sau 90 phút tiền nhũ tương được nạp, 24,2g dung dịch điaxeton acrylamit 30% được pha loãng trong nước được thêm vào tiền nhũ tương. Khi chất oxy hóa và chất khử đã được nạp xong, lò phản ứng được làm nguội đến < 110°F (43°C) và 8,1g nước với 6,4g dung dịch nước amoni hydroxit 28% được thêm vào, 4,0g nước với 1,6g chất bảo quản Acticide LA (có sẵn từ Thor Specialties, Inc) được thêm vào lò phản ứng. Các ví dụ từ 2 đến 10 được tổng hợp theo cách giống như ví dụ 1 với những thay đổi về các thành phần được chỉ ra trong bảng 1 và 2.

Bảng 1

Ví dụ	1 (sáng chế)	2 (đối chứng)	3 (đối chứng)	4 (đối chứng)	5 (sáng chế)
2-Etylhexyl Acrylat	724,8	734,6	733,9	728,0	644,2
Metyl Metacrylat	0,0	0,0	0,0	0,0	80,5
Dung dịch DAAM 30%	24,2	0,0	0,0	0,0	24,2
n-Đodexyl Mercaptan	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Alyl Metacrylat	0,0	0,0	1,6	0,0	0,0
Hexandiol Diacrylat	0,0	0,0	0,0	16,2	0,0

Bảng 2

Ví dụ	6 (sáng chế)	7 (sáng chế)	8 (đối chứng)	9 (sáng chế)	10 (đối chứng)
2-Etylhexyl Acrylat	604,0	721,5	731,3	563,7	733,8
Metyl Metacrylat	120,8	0,0	0,0	161,1	0,0
Dung dịch DAAM 30%	24,2	24,2	0,0	24,2	0,0
n-Đodexyl Mercaptan	0,0	0,0	0,0	0,0	0,8
Alyl Metacrylat	0,0	3,2	3,3	0,0	0,0
Hexandiol Diacrylat	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Độ pH của mỗi ví dụ được điều chỉnh bằng 26 Be amoni hydroxit đến độ pH nằm trong khoảng từ 8,3 đến 8,5, và 1,0% chất làm ướt Surfynol 440 được bổ sung. Trong ví dụ theo sáng chế (tức là các ví dụ 1 5, 6, 7 và 9), lượng tương đương hệ số tỷ lệ của dihydrazit adipic trên diaxeton acrylamit được bổ sung vào. Các mẫu được phủ lên giấy có phủ lớp lót giải phóng silicon ở mức 10g/m² và được sấy khô trong vòng 1 phút ở 90°C. Sau đó, mẫu được dát mỏng thành 1,6mils (0,04064mm) polypropylen định hướng hai trục được tạo bọt màu trắng và được làm thích nghi ở nhiệt độ phòng trong hơn 24 giờ. Các mẫu được phủ lên nền và được lão hóa 1 giờ ở 50°C, sau đó được làm mát 1 giờ đến nhiệt độ phòng trước khi thử nghiệm.

Các ví dụ được kiểm tra theo thử nghiệm trong phòng thí nghiệm quy mô nhỏ như được mô tả trong thử nghiệm độ nổi khi gắn kín và nhãn chất dẻo chần APR đối với các chai PET “APR Screening Plastic Label and Closure Floatability Test for PET Bottles” (xem www.plasticsrecycling.org). Tuy nhiên, kích thước mảnh ở nền được giảm từ 3/8ins (9,525mm) đến 1/4ins (6,35mm), được cho là vầy còn lại đại diện chính xác hơn được tìm thấy tại các nhà máy tái chế. Bên cạnh đó, nhiệt độ thử nghiệm đã được giảm xuống còn 85°C từ 88°C.

Độ bám dính vỏ được thử nghiệm theo tiêu chuẩn của hội đồng băng dính nhảy áp PSTC 101 trên chất nền PET (ASTM Designation D3330 Standard Test Method for Peel Adhesion of Pressure-Sensitive Tape). Các kết quả được trình bày trong Bảng 3. Dữ liệu trong bảng 3 được trình bày dưới dạng biểu đồ từng điểm trên Fig.1.

Bảng 3

Ví dụ	Độ bám dính lbs/in (N/m)	% màng còn lại trên PET sau thử nghiệm tuyển tách chìm-nổi
Ví dụ 1: sáng chế	0,532 (93)	1,0%
Ví dụ 2: đối chứng	0,609 (106)	24,5%
Ví dụ 3: đối chứng	0,484 (85)	8,5%
Ví dụ 4: đối chứng	0,777 (136)	37,0%
Ví dụ 5: sáng chế	0,697 (122)	1,0%
Ví dụ 6: sáng chế	0,774 (135)	0,0%
Ví dụ 7: sáng chế	0,38 (66)	0,0%
Ví dụ 8: đối chứng	0,365 (64)	1,0%
Ví dụ 9: sáng chế	0,818 (143)	3,0%
Ví dụ 10: đối chứng	1,29 (226)	64,0%

Phòng thí nghiệm được APR (Hiệp hội các nhà tái chế nhựa) phê duyệt, công ty chế tạo chất dẻo (Plastics Forming Enterprise: PFE) (xem www.plasticsforming.com), theo quy trình APR, tiến hành đánh giá độc lập trong quá trình tái chế sử dụng thành phần PSA của ví dụ 1 và tấm PET tái chế thu được, so với tấm PET không nhãn đối chứng. Các kết quả cho kích thước $L^*a^*b^*$ màu sắc và độ mờ được nêu trong bảng 4 [L^* (100 = trắng; 0 = đen) a^* (dương = đỏ; âm = màu xanh lá cây; 0 = xám) b^* (dương = vàng, âm = xanh, 0 = xám)]

Bảng 4

Ví dụ	giá trị L*	giá trị a*	giá trị b*	L* trung bình	a* trung bình	b* trung bình	Độ mờ	Độ mờ trung bình
ví dụ 1	87,71	- 1,16	3,68	87,75	-1,15	3,58	2,67	2,56
	87,76	- 1,17	3,82				2,65	
	87,74	- 1,16	3,61				2,59	
	87,79	- 1,12	3,34				2,42	
	87,77	- 1,13	3,43				2,48	
PET đối chứng	87,76	- 1,23	3,74	87,78	-1,21	3,66	2,47	2,45
	87,85	- 1,21	3,68				2,17	
	87,78	- 1,21	3,63				2,57	
	87,83	- 1,19	3,5				2,08	
	87,67	- 1,22	3,76				2,96	

Dựa trên những kết quả trên, đề cập đến các ví dụ của sáng chế, việc bổ sung diaceton acrylamit vào PSA cho phép khả năng tái chế tại các giá trị vỏ cao hơn, điều này được mong muốn cho các hệ dán nhãn được thiết kế cho bao bì polyme. Ngược lại, đề cập đến ví dụ đối chứng 7, mức vỏ dưới 0,40 lbs/in (70N/m) là cần thiết để cho phép tách đủ nhãn từ vảy PET trong khi tái chế.

Sáng chế được hưởng quyền ưu tiên từ đơn Mỹ số 14/523380 nộp ngày 24 tháng mười năm 2014, toàn bộ nội dung của đơn này được viện dẫn ở đây để tham chiếu.

Cần phải hiểu rằng, mặc dù phần mô tả trên đây đã mô tả chi tiết các phương án được ưu tiên của sáng chế, rất nhiều thay đổi và biến thể có thể được thực hiện trên các phương án này và tất cả các thay đổi và biến thể đó đều thuộc phạm vi của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng dùng cho bao bì polyme bao gồm: thành phần chất kết dính nhạy áp bao gồm hỗn hợp monome, trong đó hỗn hợp monome bao gồm:

(a) ít nhất một monome có thể trải qua phản ứng trùng hợp gốc tự do và homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh nhỏ hơn hoặc bằng 10°C,

(b) ít nhất một monome chưa bão hòa mono-olefin có nhóm chức aldehyt hoặc keton, và

(c) ít nhất một chất liên kết ngang polyhydrazit có nhóm chức hydrazin; trong đó thành phần chất kết dính nhạy áp có giá trị bám dính vỏ nằm trong khoảng từ 0,4lbs/in (70N/m) đến 4lbs/in (700N/m); và trong đó tỷ lệ phần trăm màng còn lại trên bao bì polyme sau thử nghiệm tuyển tách chìm-nổi nằm trong khoảng từ 0% đến 8%.

2. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 1, trong đó ít nhất một monome có thể chứa ít nhất một este axit acrylic hoặc este axit (met)acrylic.

3. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 2, trong đó ít nhất một este axit acrylic hoặc este axit (met)acrylic được chọn từ nhóm gồm benzyl acrylat, n-butyl acrylat, sec-butyl acrylat, xanoetyl acrylat, iso-đexyl acrylat, n-đexyl acrylat, đodexyl acrylat, đodexyl metacrylat, 2-etoxetyl acrylat, etyl acrylat, 2-etylhexyl acrylat, 2-etylhexyl metacrylat, n-hexyl acrylat, hexyl metacrylat, isobutyl acrylat, isopropyl acrylat, isotactic, 2-metoxetyl acrylat, metyl acrylat, octadexyl metacrylat, octyl metacrylat, 2-phenyletyl acrylat, n-propyl acrylat, và 2,2,2-trifloetyl acrylat, và hỗn hợp của chúng.

4. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 3, trong đó ít nhất một este axit acrylic hoặc este axit (met)acrylic được chọn từ nhóm bao gồm 2-etylhexyl

acrylat, n-butyl acrylat, và hỗn hợp của chúng.

5. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 1, trong đó ít nhất một monome chưa bão hòa mono-olefin có nhóm chức aldehyt hoặc keton được chọn từ nhóm gồm acrolein, metacrolein, vinylbenzaldehyt, crotonaldehyt, (met)acryloxyalkylpropanal, điaxeton acrylamit, điaxeton acrylat, và hỗn hợp của chúng.

6. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 5, trong đó ít nhất một monome chưa bão hòa mono-olefin có nhóm chức aldehyt hoặc keton được chọn từ nhóm gồm điaxeton acrylamit, điaxeton acrylat, acrolein, và hỗn hợp của chúng.

7. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 1, trong đó hỗn hợp monome bao gồm: ít nhất một monome với lượng nằm trong khoảng từ 50% đến 95% trọng lượng, và ít nhất một monome chưa bão hòa mono-olefin với lượng lớn hơn 0,1% trọng lượng, trong đó phần trăm trọng lượng tính theo trọng lượng của hỗn hợp monome.

8. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 1, trong đó hỗn hợp monome còn bao gồm một hoặc nhiều axit carboxylic chưa bão hòa etylen.

9. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 1, trong đó hỗn hợp monome còn bao gồm ít nhất một monome khác có thể trải qua phản ứng trùng hợp gốc tự do và homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh lớn hơn 10°C.

10. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 1, trong đó lượng nhóm chức hydrazin nằm trong khoảng từ 0,02 đến 5 đương lượng trên 1 đương lượng nhóm chức aldehyt hoặc keton.

11. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 1, trong đó polyhydrazit được

chọn từ nhóm bao gồm đihydrazit axit oxalic, đihydrazit axit malonic, đihydrazit axit suxinic, đihydrazit axit glutaric; đihydrazit axit adipic, đihydrazit axit sebaxic; đihydrazit axit dicarboxylic chưa bão hòa monoolefin như đihydrazit axit maleic, đihydrazit axit fumaric, đihydrazit axit itaconic; 10 polyhydrazit axit cacbonic như đihydrazit axit cacbonic; đihydrazit thơm như đihydrazit axit phthalic, đihydrazit axit terephthalic, đihydrazit axit isophthalic; trihydrazit như 1,2,4-butantricarbohydrazit, 1,1,4-butantricarbohydrazit, 1,2,5-pentantricarbohydrazit, 1,3,6-hexantricarbohydrazit, 1,3,7-heptantricarbohydrazit và 1-hydroxy-1,2,4-butantricarbohydrazit, và hỗn hợp của chúng.

12. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 11, trong đó polyhydrazit được chọn từ nhóm bao gồm đihydrazit adipic, đihydrazit isophthalic, đihydrazit sebaxic, bis-semicarbazit, và hỗn hợp của chúng.

13. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 1, trong đó bao bì polyme bao gồm polyetylen teraphthalat, polyetylen mật độ cao, polyvinyl clorua, polypropylen hoặc hỗn hợp của chúng.

14. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 1, trong đó vật liệu bọc bề mặt dạng màng bao gồm vật liệu olefin, vật liệu polystyren, vật liệu polyetylen teraphthalat, polyvinyl clorua hoặc hỗn hợp của chúng.

15. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 1, trong đó thành phần chất kết dính nhạy áp còn bao gồm chất hoạt động bề mặt có liên kết đôi cacbon-cacbon hoạt động.

16. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 15, trong đó chất hoạt động bề mặt có liên kết đôi cacbon-cacbon hoạt động được chọn từ nhóm gồm alkylphenol etoxylat chứa nhóm thế alkenyl, hợp chất muối polyoxyalkylen-1-

(alyloxymetyl) alkyl ete sulfat, muối của poly(oxy-1,2-etandiyl), alpha-sulfo-omega-[1-(hydroxymetyl)-2-(2-propen-yloxy)etoxy] và hỗn hợp của chúng.

17. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 1, trong đó vật liệu bọc bề mặt là vật liệu olefin.

18. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng dùng cho bao bì polyme bao gồm:

thành phần chất kết dính nhạy áp bao gồm hỗn hợp monome, trong đó hỗn hợp monome bao gồm (a) ít nhất một monome có thể trải qua phản ứng trùng hợp gốc tự do và homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh nhỏ hơn hoặc bằng 10°C, (b) ít nhất là một monome chưa bão hòa mono-olefin có nhóm chức aldehyt hoặc keton, (c) ít nhất một chất liên kết ngang polyhydrazit có nhóm chức hydrazin, và chất hoạt động bề mặt có liên kết đôi cacbon-cacbon hoạt động;

trong đó thành phần chất kết dính nhạy áp có giá trị bám dính vỏ nằm trong khoảng từ 0,4lbs/in (70N/m) đến 4lbs/in (700N/m); và

trong đó tỷ lệ phần trăm màng còn lại trên bao bì polyme sau thử nghiệm tẩy tách chìm-nổi nằm trong khoảng từ 0% đến 8%.

19. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng dùng cho bao bì polyme bao gồm:

thành phần chất kết dính nhạy áp bao gồm hỗn hợp monome, trong đó hỗn hợp monome bao gồm (a) ít nhất một monome có thể trải qua phản ứng trùng hợp gốc tự do và homopolyme của nó có nhiệt độ chuyển thủy tinh nhỏ hơn hoặc bằng 10°C với lượng nằm trong khoảng từ 50% đến 95% trọng lượng, (b) ít nhất một monome chưa bão hòa mono-olefin có nhóm chức aldehyt hoặc keton với lượng lớn hơn 0,1%, (c) ít nhất một chất liên kết ngang polyhydrazit có nhóm chức hydrazin và chất hoạt động bề mặt có liên kết đôi cacbon-cacbon hoạt động, trong đó phần trăm trọng lượng tính theo trọng lượng của hỗn hợp monome;

trong đó lượng nhóm chức hydrazin nằm trong khoảng từ 0,02 đến 5

đương lượng trên 1 đương lượng nhóm chức aldehyt hoặc keton;

trong đó thành phần chất kết dính nhạy áp có giá trị bám dính vỏ nằm trong khoảng từ 0,4lbs/in (70N/m) đến 4lbs/in (700N/m); và

trong đó tỷ lệ phần trăm màng còn lại trên bao bì polyme sau thử nghiệm tuyển tách chìm-nổi nằm trong khoảng từ 0% đến 8%.

20. Vật liệu bọc bề mặt dạng màng theo điểm 19, trong đó chất hoạt động bề mặt có liên kết đôi cacbon-cacbon hoạt động được chọn từ nhóm gồm alkylphenol etoxylat chứa nhóm thế alkenyl, hợp chất muối polyoxyalkylen-1-(alyloxymetyl) alkyl ete sulfat, muối của poly(oxy-1,2-etandiyl), alpha-sulfo-omega-[1-hydroxymetyl)-2-(2-propen-yloxy) etoxy] và hỗn hợp của chúng.

