



(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)



1-0037063

(51)⁷ **B32B 7/02; B32B 27/20; B32B 27/28; (13) B**
B65D 65/40; B32B 27/32; B32B 27/34;
B32B 27/08; B32B 27/30

(21) 1-2019-00213

(22) 28/06/2017

(86) PCT/US2017/039619 28/06/2017

(87) WO/2018/005577 04/01/2018

(30) 62/355,407 28/06/2016 US

(45) 25/09/2023 426

(43) 25/06/2019 375A

(73) DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (US)

2040 Dow Center, Midland, Michigan 48674, United States of America

(72) LIN, Yijian (CN); HUANG, Wenyi (CN); BENSASON, Selim (IL).

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

(54) MÀNG NHIỀU LỚP VÀ BAO GÓI BAO GỒM MÀNG NHIỀU LỚP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến màng nhiều lớp và bao gói tạo ra từ màng này. Theo một khía cạnh, màng nhiều lớp bao gồm ít nhất 3 lớp, mỗi lớp này có các bề mặt ngoài đối nhau và được bố trí theo trình tự A/B/C, Lớp A bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và tỷ trọng là 0,957 - 0,970 g/cm³, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao bao gồm ít nhất 90% trọng lượng của Lớp A; Lớp B bao gồm lớp thấm khí, trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp B tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp A; và Lớp C bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và tỷ trọng là 0,957 - 0,970 g/cm³, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao bao gồm ít nhất 90% trọng lượng của Lớp C và trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp C tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp B, trong đó màng được định hướng theo hướng máy và trong đó màng có tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit chuẩn hóa là ít nhất 1181 cm³.mm/m²/24giờ (3000 cm³.mil/100 in²/ngày) khi được đo theo ASTM F-2476 ở 23°C, độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at), và trong đó màng có tỷ lệ giữa tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit và tốc độ truyền dẫn oxy là ít nhất 4,0, khi tốc độ truyền dẫn oxy được đo theo ASTM D3985 ở 23°C, độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at).

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến màng nhiều lớp và cụ thể là màng nhiều lớp được định hướng ít nhất theo hướng máy. Các màng như vậy có thể đặc biệt hữu ích ở các vật phẩm như bao gói di động. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất màng nhiều lớp.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc cải thiện chất lượng và thời hạn sử dụng của sản phẩm tươi sống và sản phẩm tươi đã được cắt ra từ lâu đã là mục tiêu của ngành công nghiệp thực phẩm. Các công nghệ như bảo quản bằng phương pháp kiểm soát khí quyển (CA), đóng gói bằng phương pháp điều chỉnh khí quyển (MAP) và các công nghệ kiểm soát sự chín như chất hấp thụ etylen và chất đối kháng etylen (1-MCP) đã được phát triển và được sử dụng một cách có chọn lọc để đạt được thời hạn sử dụng sản phẩm kéo dài và cải thiện được chất lượng sản phẩm. Việc hiểu biết về biến đổi sinh học như loại trái cây, giống cây, độ trưởng thành, vùng trồng trọt và đáp ứng khí hậu là rất quan trọng khi lựa chọn công nghệ thích hợp để đóng gói, bảo quản và vận chuyển sản phẩm.

Hầu hết các sản phẩm bị hỏng đáng kể do nấm và nấm mốc khi mức hơi ẩm bên trong bao gói quá cao và xảy ra hiện tượng ngưng tụ. Hầu hết các sản phẩm bị hỏng đáng kể khi mức hơi ẩm bên trong bao gói quá thấp và mất nước, dẫn đến xảy ra hiện tượng khô. Hầu hết các sản phẩm tạo ra cacbon đioxit (CO_2) khi nó chín và tiêu thụ oxy (O_2). Hầu hết các sản phẩm bị hỏng khi mức CO_2 trong bao gói trở nên quá cao (thường là trên 5%). Đối với một số loại trái cây và rau quả, tốt hơn là tỷ lệ của tốc độ chuyển CO_2/O_2 cao hơn để thu được môi trường khí quyển mong muốn bên trong bao gói. Đồng thời, đối với một số loại trái cây và rau quả, cũng mong muốn tỷ lệ truyền dẫn CO_2 và O_2 cao. Thông thường, các polyme có tỷ lệ chọn lọc CO_2/O_2 cao (ví dụ:

EVA, amit khối polyete, v..v.) không có đủ độ bền cơ học để được tạo ra dưới dạng màng một lớp duy nhất. Mặc dù các polyme như vậy có thể được đưa vào các màng nhiều lớp, vẫn khó duy trì được mức lựa chọn CO_2/O_2 mong muốn khi có các lớp bổ sung.

Vì vậy, có nhu cầu về màng có tỷ lệ truyền dẫn mong muốn đối với CO_2 và O_2 trong khi vẫn duy trì được tỷ lệ của tốc độ chuyển CO_2/O_2 mong muốn phù hợp cho các ứng dụng trong sản xuất bao gói. Cũng có nhu cầu tạo ra màng đóng gói có đặc tính truyền dẫn thích phù hợp mà có thể có lợi cho môi trường MAP.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất màng nhiều lớp tạo ra tốc độ truyền dẫn CO_2 và O_2 mong muốn trong khi vẫn có độ bền cơ học thỏa đáng. Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tỷ lệ giữa tỷ lệ của tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit và tốc độ truyền dẫn oxy là mong muốn cho các ứng dụng trong sản xuất bao gói.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất màng nhiều lớp bao gồm ít nhất 3 lớp, mỗi lớp có các bề mặt ngoài đối nhau và được bố trí theo trình tự A/B/C, trong đó Lớp A bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và tỷ trọng là - 0,957–0,970 g/cm³, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao chứa ít nhất 90% trọng lượng của Lớp A; Lớp B bao gồm lớp thấm khí, trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp B tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp A; và Lớp C bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và tỷ trọng là 0,957-0,970 g/cm³, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao chứa ít nhất 90% trọng lượng của Lớp C và trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp C tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp B, trong đó màng được định hướng theo hướng máy và trong đó màng có tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit

chuẩn hóa là ít nhất $3000 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$ khi được đo theo ASTM F-2476 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa), và trong đó màng có tỷ lệ giữa tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit và tốc độ truyền dẫn oxy là ít nhất 4,0, khi tốc độ truyền dẫn oxy được đo theo ASTM D3985 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa).

Theo các phương án, sáng chế cũng đề xuất vật phẩm (ví dụ, bao gói di động, túi, túi đứng, v.v.) được làm từ màng được đề cập trong bản mô tả này.

Theo các phương án, sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất màng nhiều lớp. Theo một phương án thực hiện, phương pháp sản xuất màng nhiều lớp bao gồm việc cung cấp màng bao gồm ít nhất 3 lớp, mỗi lớp có các bề mặt ngoài đối nhau và được bố trí theo trình tự A/B/C, trong đó Lớp A bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và tỷ trọng là $0,957 - 0,970 \text{ g/cm}^3$, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao chứa ít nhất 90% trọng lượng của Lớp A; Lớp B bao gồm lớp thấm khí, trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp B tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp A; và Lớp C bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và tỷ trọng là $0,957 - 0,970 \text{ g/cm}^3$, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao chứa ít nhất 90% trọng lượng của Lớp C và trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp C tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp B; kéo căng lạnh màng này theo hướng máy đến tỷ lệ phần trăm kéo căng lạnh,

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng lạnh} - \text{Chiều dài màng ban đầu}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

Chiều dài màng ban đầu

nằm trong khoảng từ 25% đến 150% ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10°C đến 50°C ; và sau khi được kéo căng lạnh, kéo căng nóng màng này theo hướng máy đến tỷ lệ phần trăm kéo căng nóng,

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng nóng} - \text{Tổng chiều dài sau khi kéo căng lạnh}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

nằm trong khoảng từ 50% đến 500% ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90°C đến 110°C.

Các phương án này và các phương án khác được mô tả chi tiết hơn trong phần Mô tả chi tiết sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trừ khi có quy định khác trong bản mô tả này, tỷ lệ phần trăm là tỷ lệ phần trăm trọng lượng (% trọng lượng) và nhiệt độ là °C.

Thuật ngữ “hỗn hợp,” như được sử dụng trong bản mô tả này, bao gồm vật liệu làm từ hỗn hợp, cũng như các sản phẩm phản ứng và các sản phẩm phân hủy được tạo ra từ vật liệu của hỗn hợp.

Thuật ngữ “bao gồm,” và các dẫn xuất của nó, không dự định để loại trừ sự có mặt của thành phần, bước hoặc công đoạn bổ sung bất kỳ, có hoặc không được đề cập trong bản mô tả này. Để tránh sự nghi ngờ bất kỳ, tất cả các hỗn hợp được yêu cầu bảo hộ trong bản mô tả này thông qua việc sử dụng thuật ngữ “bao gồm” có thể bao gồm chất phụ gia, chất bổ trợ, hoặc hợp chất bổ sung bất kỳ, cho dù là polyme hoặc bằng cách khác, trừ khi có quy định ngược lại. Trái lại, thuật ngữ, “về cơ bản cấu thành từ” không bao gồm trong phạm vi của phần mô tả tiếp theo bất kỳ các thành phần, bước hoặc công đoạn khác, ngoại trừ thành phần, bước hoặc công đoạn không cần thiết cho sự vận hành. Thuật ngữ “cấu thành từ” không bao gồm thành phần, bước hoặc công đoạn bất kỳ không được mô tả hoặc liệt kê cụ thể.

Thuật ngữ “polyme,” như được sử dụng trong bản mô tả này, dùng để chỉ hợp chất polyme được tạo ra bằng cách polyme hóa monome, cho dù là cùng loại hay khác loại. Do đó, thuật ngữ chung polyme bao hàm thuật ngữ homopolyme (được dùng để chỉ polyme được tạo ra chỉ từ một dạng monome, với việc hiểu rằng lượng nhỏ của tạp chất có thể được đưa vào cấu trúc

polyme), và thuật ngữ interpolyme như được xác định dưới đây. Lượng nhỏ tạp chất có thể được đưa vào và/hoặc nằm trong polyme.

Thuật ngữ “interpolyme,” như được sử dụng trong bản mô tả này, dùng để chỉ polyme được tạo ra bằng quá trình polyme hoá của ít nhất hai dạng monome khác nhau. Do đó, thuật ngữ chung interpolyme bao gồm copolyme (được dùng để chỉ polyme được tạo ra từ hai dạng monome khác nhau), và polyme được tạo ra từ nhiều hơn hai dạng monome khác nhau. Thuật ngữ “polyme”, như được sử dụng trong bản mô tả này, dùng để chỉ hợp chất polyme được tạo ra bằng cách polyme hóa monome, cho dù là cùng loại hay khác loại. Do đó, thuật ngữ chung polyme bao gồm thuật ngữ “homopolyme”, thường được dùng để chỉ polyme được tạo ra chỉ từ một dạng monome cũng như “copolyme” dùng để chỉ polyme được tạo ra từ hai hoặc nhiều monome khác nhau.

Các thuật ngữ “polyme trên cơ sở olefin” hoặc “polyolefin”, như được sử dụng trong bản mô tả này, dùng để chỉ polyme bao gồm, ở dạng polyme hóa, lượng lớn monome olefin, ví dụ, etylen hoặc propylen (trên cơ sở trọng lượng của polyme), và tùy ý có thể chứa một hoặc nhiều comonome.

“Polyetylen” hoặc “polyme trên cơ sở etylen” sẽ có nghĩa là polyme bao gồm lớn hơn 50% trọng lượng của đơn vị mà đã được dẫn xuất từ monome etylen. Polyme này bao gồm homopolyme polyetylen hoặc copolyme (nghĩa là đơn vị có nguồn gốc từ hai hoặc nhiều comonome). Các dạng thông thường của polyetylen đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này bao gồm polyetylen có tỷ trọng thấp (LDPE); polyetylen có tỷ trọng thấp mạch thẳng (LLDPE); polyetylen có tỷ trọng siêu thấp (ULDPE); polyetylen có tỷ trọng rất thấp (VLDPE); polyetylen có tỷ trọng thấp mạch thẳng được xúc tác một vị trí, bao gồm cả nhựa có tỷ trọng thấp mạch thẳng và về cơ bản mạch thẳng (m-LLDPE); polyetylen có tỷ trọng trung bình (MDPE); và polyetylen có tỷ trọng cao (HDPE). Các vật liệu polyetylen này nói chung là đã biết trong lĩnh vực kỹ

thuật này; tuy nhiên các phần mô tả dưới đây có thể hỗ trợ để hiểu về sự khác biệt giữa một số nhựa polyetylen trong số các nhựa polyetylen khác nhau này.

Thuật ngữ, “polyme trên cơ sở propylen,” như được sử dụng trong bản mô tả này, dùng để chỉ polyme bao gồm, ở dạng polyme hóa, lượng lớn monome propylen (trên cơ sở trọng lượng của polyme), và tùy ý có thể chứa một hoặc nhiều comonome.

Thuật ngữ “LDPE” cũng có thể được gọi là “polyme etylen áp suất cao” hoặc “polyetylen phân nhánh cao” và được định nghĩa là polyme được homopolyme hóa hoặc copolyme hóa một phần hoặc toàn bộ trong nồi hấp hoặc thiết bị phản ứng hình ống ở áp suất trên 14.500 psi (100 MPa) với việc sử dụng chất khơi mào gốc tự do, như peroxit (xem, ví dụ, US 4,599,392, được đưa vào bản mô tả này bằng cách viện dẫn). Nhựa LDPE thường có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,916 đến 0,935 g/cm³.

Thuật ngữ “LLDPE”, bao gồm cả nhựa được tạo ra bằng cách sử dụng hệ chất xúc tác Ziegler-Natta truyền thống cũng như chất xúc tác một vị trí, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, chất xúc tác bis-metanloxe (đôi khi được gọi là “m-LLDPE”) và chất xúc tác hình học cường bức, và bao gồm copolyme polyetylen hoặc homopolyme mạch thẳng, về cơ bản mạch thẳng hoặc khác loại. LLDPE chứa ít phân nhánh mạch dài hơn so với LDPE và bao gồm polyme etylen về cơ bản mạch thẳng mà được xác định thêm trong Patent Mỹ số 5,272,236, Patent Mỹ số 5,278,272, Patent Mỹ số 5,582,923 và Patent Mỹ 5,733,155; hỗn hợp polyme etylen mạch thẳng phân nhánh đồng nhất như các hỗn hợp được đề cập trong patent Mỹ số 3,645,992; polyme etylen mạch nhánh không đồng nhất như các polyme được tạo ra theo quy trình được đề cập trong patent Mỹ số 4,076,698; và/hoặc hỗn hợp của chúng (như các hỗn hợp được đề cập trong US 3,914,342 hoặc US 5,854,045). LLDPE có thể được tạo ra bằng quá trình polyme hoá pha khí, pha dung dịch hoặc pha huyền phù đặc hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng, bằng cách sử dụng dạng thiết bị phản ứng

hoặc cấu hình thiết bị phản ứng bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, với thiết bị phản ứng pha khí và pha huyền phù đặc được ưu tiên nhất.

Thuật ngữ “MDPE” dùng để chỉ polyetylen có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,926 đến 0,935 g/cm³. “MDPE” thường được tạo ra bằng cách sử dụng các chất xúc tác crom hoặc Ziegler-Natta hoặc bằng cách sử dụng chất xúc tác một vị trí bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, chất xúc tác bis-metanloxe và chất xúc tác hình học cường bức, và thường có phân bố trọng lượng phân tử (“MWD”) lớn hơn 2,5.

Thuật ngữ “HDPE” dùng để chỉ polyetylen có tỷ trọng lớn hơn khoảng 0,935 g/cm³, thường được tạo ra bằng chất xúc tác Ziegler-Natta, chất xúc tác crom hoặc chất xúc tác một vị trí bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, chất xúc tác bis-metanloxe và chất xúc tác hình học cường bức.

Thuật ngữ “ULDPE” dùng để chỉ polyetylen có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,880 đến 0,912 g/cm³, thường được tạo ra bằng chất xúc tác Ziegler-Natta, chất xúc tác crom, hoặc chất xúc tác một vị trí bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, chất xúc tác bis-metanloxe và chất xúc tác hình học cường bức.

“Đa phân tán” nghĩa là hỗn hợp nhựa có thể, khác biệt ở chỗ, có ít nhất hai đỉnh khác biệt trong sắc phổ GPC cho thấy phân bố trọng lượng phân tử. Nhựa đa phân tán bao gồm nhựa có hai đỉnh cũng như nhựa có nhiều hơn hai đỉnh. Nhựa đa phân tán nói chung có MWD (như được xác định trong bản mô tả này) lớn hơn 6,0. Liên quan đến thuật ngữ này, nhựa đa phân tán nói chung cũng có giá trị I_{10}/I_2 lớn hơn 10. Trái lại, thuật ngữ “đơn phân tán” dùng để chỉ hỗn hợp nhựa có thể, khác biệt ở chỗ, có một đỉnh trong sắc phổ GPC cho thấy phân bố trọng lượng phân tử. Nhựa đơn phân tán nói chung có MWD bằng hoặc thấp hơn 6,0 và các giá trị I_{10}/I_2 bằng hoặc thấp hơn 12.

Các polyme nhất định, khác biệt ở chỗ, được tạo ra với sự có mặt của “chất xúc tác một vị trí” hoặc “được xúc tác một vị trí.” Ba nhóm chính của chất xúc tác một vị trí (SSC) có hiệu suất cao đã được sử dụng thương mại để

tạo ra copolyme polyetylen. Có chất xúc tác metanloxeen một vị trí bis-xyclopentadienyl (còn gọi là chất xúc tác Kaminsky), chất xúc tác hai nhân (half sandwich), chất xúc tác một vị trí mono-xyclopentadienyl hình học cường bức (được gọi là chất xúc tác hình học cường bức, CGC, dưới nhãn hiệu của INSITE™ technology của The Dow Chemical Company), và chất xúc tác sau metanloxeen. Cần phải hiểu rằng polyme, khác biệt ở chỗ, được tạo ra với sự có mặt của chất xúc tác một vị trí hoặc được xúc tác một vị trí được tạo ra với sự có mặt của một hoặc nhiều chất xúc tác như vậy.

“Hỗn hợp”, “hỗn hợp polyme” và các thuật ngữ tương tự nghĩa là hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyme. Hỗn hợp như vậy có thể hoặc không thể trộn lẫn được. Hỗn hợp như vậy có thể hoặc không thể được tách pha. Hỗn hợp như vậy có thể chứa hoặc không thể chứa một hoặc nhiều cấu hình miền, như được xác định từ quang phổ điện tử truyền qua, tán xạ ánh sáng, tán xạ tia x, và các phương pháp khác bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Hỗn hợp không phải là tấm dạng lớp, mà là một hoặc nhiều lớp của tấm dạng lớp có thể chứa hỗn hợp.

Thuật ngữ “tiếp xúc dính” và các thuật ngữ tương tự nghĩa là một bề mặt ngoài của một lớp và một bề mặt ngoài của lớp khác tiếp xúc chạm và gắn kết với lớp kia sao cho một lớp không thể tách ra khỏi lớp kia mà không làm tổn hại đến bề mặt ngoài tiếp xúc của cả hai lớp.

Theo một phương án thực hiện, màng nhiều lớp theo sáng chế bao gồm ít nhất 3 lớp, mỗi lớp có các bề mặt ngoài đối nhau và được bố trí theo trình tự A/B/C, trong đó Lớp A bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và tỷ trọng là 0,957–0,970 g/cm³, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao chứa ít nhất 90% trọng lượng của Lớp A; Lớp B bao gồm lớp thấm khí, trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp B tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp A; và Lớp C bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và

tỷ trọng là 0,957 – 0,970 g/cm³, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao chứa ít nhất 90% trọng lượng của Lớp C và trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp C tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp B, trong đó màng được định hướng theo hướng máy và trong đó màng có tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit chuẩn hóa là ít nhất 3000 cm³·mil/100 in²/ngày khi được đo theo ASTM F-2476 ở 23°C, độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa), và trong đó màng có tỷ lệ giữa tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit và tốc độ truyền dẫn oxy là ít nhất 4,0, khi tốc độ truyền dẫn oxy được đo theo ASTM D3985 ở 23°C, độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa).

Theo một số phương án, tốc độ truyền dẫn oxy và cacbon đioxit của Lớp B nhỏ hơn tốc độ truyền dẫn oxy và cacbon đioxit của Lớp A và Lớp C.

Theo một số phương án, lớp thấm khí bao gồm amit khối polyete, poly(etylen-vinyl axetat), copolyme khối olefin trên cơ sở propylen, chất dẻo nhiệt rắn polyolefin, thể đàn hồi polyolefin, hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo một số phương án, Lớp A và Lớp C có thành phần giống nhau.

Theo một số phương án, màng nhiều lớp còn bao gồm Lớp D và Lớp E, trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp D tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp C, trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp E tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp D, trong đó Lớp D bao gồm lớp thấm khí. Theo phương án thực hiện khác, Lớp E có thành phần giống nhau có Lớp A, và/hoặc các Lớp B và D có thành phần giống nhau.

Liên quan đến sự định hướng của màng theo hướng máy, theo một số phương án, màng được kéo căng lạnh theo hướng máy, và sau khi được kéo căng lạnh, màng được kéo căng nóng theo hướng máy. Trong quá trình kéo căng lạnh, theo một số phương án, tỷ lệ phần trăm kéo căng lạnh:

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng lạnh} - \text{Chiều dài màng ban đầu}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

nằm trong khoảng từ 25% đến 150%. Theo một số phương án, việc kéo căng lạnh được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10°C đến 50°C. Trong

quá trình kéo căng nóng, theo một số phương án, tỷ lệ phần trăm kéo căng nóng:

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng nóng} - \text{Tổng chiều dài sau khi kéo căng lạnh}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

nằm trong khoảng từ 50% đến 500%. Theo một số phương án, việc kéo căng nóng được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90°C đến 110°C.

Theo một số phương án, màng được định hướng theo một trục (ví dụ, chỉ được định hướng theo hướng máy).

Theo một số phương án, màng cũng được định hướng theo hướng ngang hoặc hướng chéo. Trong quá trình kéo căng lạnh theo hướng chéo, theo một số phương án, tỷ lệ phần trăm kéo căng lạnh:

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng lạnh} - \text{Chiều dài màng ban đầu}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

nằm trong khoảng từ 25% đến 150%. Theo một số phương án, việc kéo căng lạnh được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10°C đến 50°C. Trong quá trình kéo căng nóng theo hướng chéo, theo một số phương án, tỷ lệ phần trăm kéo căng nóng:

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng nóng} - \text{Tổng chiều dài sau khi kéo căng lạnh}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

nằm trong khoảng từ 50% đến 500%. Theo một số phương án, việc kéo căng nóng được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90°C đến 110°C.

Theo một số phương án, Lớp A bao gồm ít nhất 10% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Lớp A bao gồm ít nhất 30% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng theo một số phương án.

Lớp A, theo một số phương án, bao gồm ít nhất 90% trọng lượng của polyetylen có tỷ trọng cao trên cơ sở tổng trọng lượng của Lớp A.

Theo một số phương án, Lớp C bao gồm ít nhất 10% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Lớp C bao gồm ít nhất 30% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng.

Lớp C, theo một số phương án, bao gồm ít nhất 90% trọng lượng của polyetylen có tỷ trọng cao trên cơ sở tổng trọng lượng của Lớp C.

Lớp B, theo một số phương án, bao gồm 1% đến 80% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Theo một số phương án, Lớp B bao gồm 5% đến 60% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Theo một số phương án, Lớp B bao gồm 10% đến 40% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng.

Theo một số phương án, mỗi Lớp A và Lớp C chứa nhỏ hơn 10% trọng lượng CaCO_3 . Mỗi Lớp A và Lớp C, theo một số phương án, chứa nhỏ hơn 5% trọng lượng CaCO_3 . Theo một số phương án, mỗi Lớp A và Lớp C chứa nhỏ hơn 2% trọng lượng CaCO_3 . Mỗi Lớp A và Lớp C, theo một số phương án, chứa nhỏ hơn 1% trọng lượng CaCO_3 . Theo một số phương án, Lớp A và Lớp C không bao gồm CaCO_3 .

Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tốc độ truyền dẫn oxy là $500 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil} / 100 \text{ in}^2 / \text{ngày}$ hoặc lớn hơn khi được đo theo ASTM D3985 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0% và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa).

Theo một số phương án, tỷ lệ giữa tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit và tốc độ truyền dẫn oxy trong màng là lớn hơn 5. Tỷ lệ giữa tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit và tốc độ truyền dẫn oxy của màng, theo một số phương án, là lớn hơn 7.

Theo một số phương án, sáng chế đề xuất bao gói bao gồm màng bất kỳ trong số các màng nhiều lớp được đề cập trong bản mô tả này. Theo một số phương án, bao gói này là bao gói thực phẩm.

Theo một số phương án, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất màng nhiều lớp. Theo một số phương án, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất màng nhiều lớp. Theo một số phương án, phương pháp sản xuất màng nhiều

lớp bao gồm việc cung cấp màng bao gồm ít nhất 3 lớp, mỗi lớp có các bề mặt ngoài đối nhau và được bố trí theo trình tự A/B/C, trong đó Lớp A bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và tỷ trọng là 0,957 – 0,970 g/cm³, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao chứa ít nhất 90% trọng lượng của Lớp A; Lớp B bao gồm lớp thấm khí, trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp B tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp A; và Lớp C bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và tỷ trọng là 0,957 – 0,970 g/cm³, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao chứa ít nhất 90% trọng lượng của Lớp C và trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp C tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp B; màng kéo căng lạnh theo hướng máy đến tỷ lệ phần trăm kéo căng lạnh,

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng lạnh} - \text{Chiều dài màng ban đầu}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

,
nằm trong khoảng từ 25% đến 150% ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10°C đến 50°C; và sau khi được kéo căng lạnh, màng kéo căng nóng theo hướng máy đến tỷ lệ phần trăm kéo căng nóng,

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng nóng} - \text{Tổng chiều dài sau khi kéo căng lạnh}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

,
nằm trong khoảng từ 50% đến 500% ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90°C đến 110°C.

Trở lại các hợp phần của các lớp khác nhau theo các phương án khác nhau của màng nhiều lớp theo sáng chế, mỗi Lớp A và C chứa ít nhất 90% trọng lượng polyetylen có tỷ trọng cao (HDPE) trên cơ sở trọng lượng của lớp tương ứng. Theo một số phương án, các Lớp A và C có thể bao gồm HDPE giống nhau, mặc dù theo các phương án khác, Lớp C có thể bao gồm HDPE

khác nhau với Lớp A. Theo một số phương án, các Lớp A và C có thể có thành phần giống nhau.

Tỷ trọng của HDPE được sử dụng trong các Lớp A và C thường sẽ nằm trong khoảng từ $0,957 \text{ g/cm}^3$ đến $0,970 \text{ g/cm}^3$. Tất cả các giá trị riêng lẻ và khoảng phụ bằng $0,957 \text{ g/cm}^3$ hoặc lớn hơn cũng bao gồm và được đề cập trong bản mô tả này; ví dụ, tỷ trọng của polyetylen có thể bằng hoặc lớn hơn $0,960 \text{ g/cm}^3$, hoặc theo cách thay thế, bằng hoặc lớn hơn $0,962 \text{ g/cm}^3$, hoặc theo cách thay thế, bằng hoặc lớn hơn $0,963 \text{ g/cm}^3$, hoặc theo cách thay thế, bằng hoặc lớn hơn $0,964 \text{ g/cm}^3$. Theo phương án thực hiện cụ thể, HDPE có tỷ trọng bằng hoặc nhỏ hơn $0,970 \text{ g/cm}^3$. Tất cả các giá trị riêng lẻ và khoảng phụ bằng hoặc nhỏ hơn $0,970 \text{ g/cm}^3$ cũng bao gồm và được đề cập trong bản mô tả này. Ví dụ, tỷ trọng của HDPE có thể bằng hoặc nhỏ hơn $0,968 \text{ g/cm}^3$ theo một số phương án.

HDPE được sử dụng trong Lớp A và Lớp C có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ (được đo như được mô tả dưới đây) là ít nhất 6,0. Theo một số phương án, HDPE được sử dụng trong Lớp A và C có thể có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 7,0. HDPE được sử dụng trong Lớp A và C, theo một số phương án, có thể có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 8,0. Theo một số phương án, HDPE được sử dụng trong Lớp A và Lớp C có thể có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ lên đến 15.

HDPE được sử dụng trong Lớp A và Lớp C có $M_{z,abs}$ (được đo như được mô tả dưới đây) là ít nhất 500.000 gam/mol. Theo một số phương án, HDPE được sử dụng trong Lớp A và C có thể có $M_{z,abs}$ là ít nhất 600.000 gam/mol. HDPE được sử dụng trong Lớp A và C, theo một số phương án, có thể có $M_{z,abs}$ là ít nhất 700.000 gam/mol. Theo một số phương án, HDPE được sử dụng trong Lớp A và C có thể có $M_{z,abs}$ lên đến 2.000.000 gam/mol. HDPE được sử dụng trong Lớp A và C, theo một số phương án, có thể có $M_{z,abs}$ lên đến 1.500.000 gam/mol.

Theo một số phương án, HDPE có chỉ số nóng chảy (I_2) bằng hoặc nhỏ hơn 20 g/10 phút. Tất cả các giá trị riêng lẻ và khoảng phụ lên đến 20 g/10

phút cũng bao gồm và được đề cập trong bản mô tả này. Ví dụ, HDPE có thể có chỉ số nóng chảy nằm trong khoảng từ giới hạn dưới 0,1, 0,2, 0,25, 0,5, 0,75, 1, 2, 4, 5, 10 hoặc 15 g/10 phút đến giới hạn trên bằng 1, 2, 4, 5, 10, hoặc 15 g/10 phút. Theo một số phương án, HDPE có chỉ số nóng chảy (I_2) lên đến 5 g/10 phút. HDPE có chỉ số nóng chảy (I_2) lên đến 2 g/10 phút theo một số phương án. Theo một số phương án, HDPE có chỉ số nóng chảy (I_2) nhỏ hơn 1 g/10 phút.

Ví dụ về HDPE đang có trên thị trường có thể được sử dụng trong các phương án theo sáng chế bao gồm nhựa DOW™ HDPE, UNIVAL™ DMDA-6400, UNIVAL™ DMDA-6200, và ELITE™ 5960G, cũng như các nhựa khác như polyetylen có tỷ trọng cao, đang có trên thị trường từ The Dow Chemical Company.

Mỗi Lớp A và C bao gồm ít nhất 90% trọng lượng polyetylen có tỷ trọng cao trên cơ sở trọng lượng của lớp. Theo một số phương án, mỗi Lớp A và/hoặc Lớp C bao gồm ít nhất 95% trọng lượng polyetylen có tỷ trọng cao trên cơ sở trọng lượng của lớp. Theo một số phương án, mỗi Lớp A và/hoặc Lớp C bao gồm ít nhất 98% trọng lượng polyetylen có tỷ trọng cao trên cơ sở trọng lượng của lớp. Theo một số phương án, mỗi Lớp A và/hoặc Lớp C bao gồm ít nhất 99% trọng lượng polyetylen có tỷ trọng cao trên cơ sở trọng lượng của lớp. Theo một số phương án, Lớp A và/hoặc Lớp C về cơ bản bao gồm tất cả polyetylen có tỷ trọng cao trên cơ sở trọng lượng của lớp. Tất cả các giá trị riêng lẻ và khoảng phụ nằm trong khoảng từ 90 đến 100% trọng lượng cũng bao gồm và được đề cập trong bản mô tả này; ví dụ, lượng polyetylen có tỷ trọng cao trong Lớp A và/hoặc Lớp C có thể nằm trong khoảng từ giới hạn dưới 90, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 98, hoặc 99% trọng lượng đến giới hạn trên bằng 94, 95, 96, 97, 98, 99, hoặc 100% trọng lượng.

Theo một số phương án, ngoài polyetylen có tỷ trọng cao, Lớp A và/hoặc Lớp C có thể còn bao gồm polyetylen bổ sung. Nói chung, theo các phương án như vậy, Lớp A và/hoặc Lớp C có thể bao gồm polyetylen bất kỳ

đã biết đối với người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, polyetylen tùy ý được sử dụng trong Lớp A và/hoặc Lớp C có thể được chọn từ polyetylen có tỷ trọng siêu thấp (ULDPE), polyetylen có tỷ trọng thấp (LDPE), polyetylen mạch thẳng có tỷ trọng thấp (LLDPE), polyetylen có tỷ trọng trung bình (MDPE), copolyme etylen-propylen, chất dẻo nhiệt rắn polyolefin, và hỗn hợp của chúng. Theo các phương án như vậy khi Lớp A và/hoặc Lớp C bao gồm HDPE và polyetylen bổ sung, Lớp A và/hoặc Lớp C chứa bằng hoặc nhỏ hơn 10% trọng lượng polyetylen bổ sung trên cơ sở tổng trọng lượng của lớp, hoặc theo cách thay thế, nhỏ hơn 5% trọng lượng của polyetylen bổ sung, hoặc theo cách thay thế, nhỏ hơn 4% trọng lượng, hoặc theo cách thay thế, nhỏ hơn 3% trọng lượng, hoặc theo cách thay thế, nhỏ hơn 2% trọng lượng.

Theo một số phương án, Lớp A và/hoặc Lớp C có thể còn bao gồm một hoặc nhiều chất phụ gia đã biết đối với người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật này bao gồm, ví dụ, chất chống oxy hóa, chất tạo màu, chất trượt, chất chống dính, chất trợ xử lý, chất tạo nhân, và hỗn hợp của chúng. Theo một số phương án, Lớp A và/hoặc Lớp C bao gồm lên đến 5% trọng lượng của chất phụ gia như vậy. Tất cả các giá trị riêng lẻ và khoảng phụ nằm trong khoảng từ 0 đến 5% trọng lượng cũng bao gồm và được đề cập trong bản mô tả này; ví dụ, tổng lượng của chất phụ gia trong Lớp A và/hoặc Lớp C có thể nằm trong khoảng từ giới hạn dưới 0,5, 1, 1,5, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, hoặc 4,5% trọng lượng đến giới hạn trên bằng 1, 2, 3, 4, hoặc 5% trọng lượng.

Độ dày của Lớp A và Lớp C có thể thay đổi tùy thuộc vào một số yếu tố bao gồm, ví dụ, thành phần của Lớp B (lớp thấm khí), độ dày của Lớp B, độ dày của các lớp khác bất kỳ trong màng nhiều lớp, toàn bộ độ dày mong muốn của màng nhiều lớp, mục đích sử dụng của màng nhiều lớp, thực phẩm hoặc hàng hóa khác được bao gói khi màng được sử dụng trong các ứng dụng bao gói và các yếu tố khác. Sự đóng góp của Lớp A và Lớp C vào toàn bộ độ dày của màng nhiều lớp có thể khác biệt về tỷ lệ % trọng lượng. Theo một số

phương án, Lớp A bao gồm ít nhất 10% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Lớp A, theo một số phương án, bao gồm ít nhất 30% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Theo một số phương án, Lớp A bao gồm lên đến 90% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Ví dụ, trong màng ba lớp (A/B/C), Lớp A có thể bao gồm 90% trọng lượng của màng với mỗi Lớp B và C bao gồm 5% trọng lượng. Theo một số phương án, Lớp A bao gồm lên đến 80% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Ví dụ, trong màng ba lớp (A/B/C), Lớp A có thể bao gồm 80% trọng lượng của màng với mỗi Lớp B và C bao gồm 10% trọng lượng. Theo một số phương án, Lớp A bao gồm lên đến 60% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Ví dụ, trong màng ba lớp (A/B/C), Lớp A có thể bao gồm 60% trọng lượng của màng với mỗi Lớp B và C bao gồm 20% trọng lượng. Theo một số phương án, Lớp A bao gồm lên đến 49% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Lớp A, theo một số phương án, bao gồm lên đến 45% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng.

Theo một số phương án, Lớp C bao gồm ít nhất 10% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Lớp C, theo một số phương án, bao gồm ít nhất 30% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Theo một số phương án, Lớp C bao gồm lên đến 49% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Lớp C, theo một số phương án, bao gồm lên đến 45% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng.

Mỗi Lớp A và Lớp C có bề mặt ngoài trên cùng và bề mặt ngoài dưới cùng. Lớp B được đặt giữa các Lớp A và C và bao gồm bề mặt ngoài trên cùng và bề mặt ngoài dưới cùng mà mỗi bề mặt này tiếp xúc dính với bề mặt ngoài của Lớp A và bề mặt ngoài của Lớp C. Ví dụ, trong cách bố trí màng A/B/C, bề mặt ngoài trên cùng của Lớp B tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng

của Lớp A, và bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp B tiếp xúc dính với bề mặt ngoài trên cùng của Lớp C.

Lớp B là lớp thấm khí. Lớp thấm khí, nói chung, kiểm soát sự dịch chuyển của oxy (O_2) và cacbon đioxit (CO_2), hoặc các chất khí khác, qua màng. Ví dụ, trong nội dung về bao gói thực phẩm, có thể mong muốn kiểm soát tốc độ mà tại đó O_2 và CO_2 đi vào/đi ra khỏi bao gói, cũng như tốc độ truyền dẫn tương đối. Tốc độ truyền dẫn tương đối của O_2 và CO_2 có thể đặc biệt quan trọng đối với các thực phẩm nhất định (ví dụ, trái cây và thực vật) để tạo ra môi trường khí quyển mong muốn bên trong bao gói. Như được sử dụng trong bản mô tả này, “lớp thấm khí” có tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit là ít nhất $500 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$ khi được đo theo ASTM F-2476 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa) và tốc độ truyền dẫn oxy là ít nhất $100 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$ khi được đo theo ASTM F-2476 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa).

Người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể xác định được các lớp thấm khí thích hợp trên cơ sở các nội dung được bộc lộ trong bản mô tả này và tùy thuộc vào các yếu tố có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit mong muốn, tốc độ truyền dẫn oxy mong muốn, tỷ lệ của CO_2/O_2 tốc độ truyền dẫn mong muốn, tốc độ truyền dẫn hơi nước mong muốn, độ dày mong muốn của lớp thấm khí, tổng độ dày mong muốn của màng, mục đích sử dụng của màng, thực phẩm hoặc các hàng hóa khác được bao gói khi màng được sử dụng trong các ứng dụng bao gói, độ tương hợp với polyetylen, và các yếu tố khác.

Theo các phương án khác nhau, lớp thấm khí bao gồm amit khối polyete, poly(etylen-vinyl axetat), copolyme khối olefin trên cơ sở propylen, chất dẻo nhiệt rắn polyolefin, thể đàn hồi polyolefin, hoặc hỗn hợp của chúng.

Ví dụ về amit khối polyete đang có trên thị trường có thể được sử dụng trong lớp thấm khí theo một số phương án theo sáng chế bao gồm amit khối polyete Pebax đang có trên thị trường của Arkema như, ví dụ, Pebax 2533 SD

02. Ví dụ về polyme etylen-vinyl axetat (poly(etylen-vinyl axetat)) có thể được sử dụng trong lớp thấm khí theo một số phương án theo sáng chế bao gồm polyme etylen-vinyl axetat Elvax đang có trên thị trường của DuPont như, ví dụ, Elvax 3135 và Elvax 3190. Ví dụ về chất dẻo nhiệt rắn polyolefin có thể được sử dụng trong lớp thấm khí theo một số phương án theo sáng chế bao gồm chất dẻo nhiệt rắn polyolefin AFFINITY™ và VERSIFY™ đang có trên thị trường của The Dow Chemical Company như, ví dụ, AFFINITY™ PL 1880G. Ví dụ về thể đàn hồi polyolefin có thể được sử dụng trong lớp thấm khí theo một số phương án theo sáng chế bao gồm thể đàn hồi polyolefin ENGAGE™, thể đàn hồi polyolefin AFFINITY, và thể đàn hồi polyolefin VERSIFY™ đang có trên thị trường của The Dow Chemical Company như, ví dụ, VERSIFY™ 2000. Ví dụ về copolyme khối olefin trên cơ sở propylen được sử dụng trong lớp thấm khí theo một số phương án theo sáng chế bao gồm copolyme khối olefin trên cơ sở propylen INTUNE™ đang có trên thị trường của The Dow Chemical Company.

Độ dày của Lớp B có thể thay đổi tùy thuộc vào một số yếu tố bao gồm, ví dụ, hỗn hợp của Lớp B (lớp thấm khí), thành phần của Lớp A và Lớp C, độ dày mong muốn của các Lớp A và Lớp C, toàn bộ độ dày mong muốn của màng nhiều lớp, mục đích sử dụng của màng nhiều lớp, thực phẩm hoặc các hàng hóa khác được bao gói khi màng được sử dụng trong các ứng dụng bao gói, và các yếu tố khác. Sự đóng góp của Lớp B vào toàn bộ độ dày của màng nhiều lớp có thể khác biệt về tỷ lệ % trọng lượng. Theo một số phương án, Lớp B bao gồm ít nhất 1% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Lớp B, theo một số phương án, bao gồm ít nhất 5% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Theo một số phương án, Lớp B bao gồm ít nhất 10% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Theo một số phương án, Lớp B bao gồm lên đến 80% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Lớp B, theo một số phương án, bao gồm lên đến 60% trọng lượng của

màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Theo một số phương án, Lớp B bao gồm lên đến 40% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Lớp B, theo một số phương án, bao gồm 1 đến 80% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Theo một số phương án, Lớp B bao gồm 5 đến 60% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng. Lớp B, theo một số phương án, bao gồm 10 đến 40% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng.

Một số phương án của màng nhiều lớp theo sáng chế có thể bao gồm các lớp ngoài các lớp được mô tả trên đây. Ví dụ, các lớp khác có thể được cung cấp tiếp xúc dính với Lớp A và/hoặc Lớp C. Ví dụ, màng nhiều lớp có thể còn bao gồm các lớp khác thông thường bao gồm trong màng nhiều lớp tùy thuộc vào ứng dụng bao gồm, ví dụ, lớp bít kín, lớp nối, lớp polypropylen, lớp polyetylen khác, v.v. Ngoài ra, các lớp khác như các lớp in, mô đun cao, ánh bóng cao có thể được tạo ra tấm dạng lớp với màng nhiều lớp theo sáng chế.

Theo một số phương án, màng nhiều lớp có thể có lên đến 10.001 lớp với mỗi lớp có các bề mặt ngoài đối nhau. Theo một số phương án, một số lớp trong màng nhiều lớp có thể có thành phần giống nhau. Ví dụ, màng nhiều lớp có thể là màng 3 lớp với mỗi lớp có các bề mặt ngoài đối nhau và được bố trí theo trình tự A/B/A. Theo ví dụ khác, màng nhiều lớp có thể là màng 5 lớp với mỗi lớp có các bề mặt ngoài đối nhau và được bố trí theo trình tự A/B/A/B/A. Theo ví dụ khác, màng nhiều lớp có thể là màng 9 lớp với mỗi lớp có các bề mặt ngoài đối nhau và được bố trí theo trình tự A/B/A/B/A/B/A/B/A/B/A. Theo ví dụ khác, màng nhiều lớp có thể là màng 10.001 lớp với mỗi lớp có các bề mặt ngoài đối nhau và được bố trí theo trình tự $A/B/(A/B)_n/A/B/A$, với $n = 4,998$.

Cần phải hiểu rằng các lớp bất kỳ trong số các lớp nêu trên có thể còn bao gồm một hoặc nhiều chất phụ gia đã biết đối với người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật này như, ví dụ, chất chống oxy hoá, chất ổn định ánh sáng tia

cực tím, chất ổn định nhiệt, chất trượt, chất chống dính, chất tạo màu hoặc chất tạo màu, chất trợ xử lý, chất xúc tác tạo liên kết ngang, chất làm chậm ngọn lửa, chất tạo nhân, chất độn và chất tạo bột. Tuy nhiên, như được mô tả chi tiết dưới đây, lượng canxi cacbonat (CaCO_3) nói chung là rất thấp, nếu có mặt, trong các phương án theo sáng chế.

Như được mô tả dưới đây, màng nhiều lớp theo các phương án theo sáng chế được định hướng ít nhất theo hướng máy. Sự định hướng của màng nhiều lớp như được đề cập trong bản mô tả này tạo ra độ xốp cho các Lớp A và C cho phép CO_2 , O_2 , hoặc các chất khí liên quan khác đi qua và cho phép lớp thấm khí (Lớp B) kiểm soát tốc độ truyền dẫn của CO_2 , tốc độ truyền dẫn của O_2 , và tỷ lệ giữa tốc độ truyền dẫn của CO_2 và tốc độ truyền dẫn của O_2 . Do đó, sau khi định hướng của màng nhiều lớp ít nhất theo hướng máy, theo một số phương án, tốc độ truyền dẫn oxy và cacbon đioxit của Lớp B nhỏ hơn tốc độ truyền dẫn oxy và cacbon đioxit của Lớp A và Lớp C. Một ưu điểm nữa đó là HDPE đặc biệt được sử dụng trong các Lớp A và C tạo ra độ xốp mong muốn sau khi định hướng trong khi vẫn duy trì được độ bền của chúng sao cho các Lớp A và C tạo ra cấu trúc hỗ trợ cho toàn bộ màng nhiều lớp.

Tốt hơn là, theo một số phương án của sáng chế, lượng nhỏ canxi cacbonat (CaCO_3) được sử dụng, nếu có. Theo một số phương án, mỗi Lớp A và C chứa nhỏ hơn 10% trọng lượng CaCO_3 trên cơ sở tổng trọng lượng của lớp. Mỗi Lớp A và Lớp C, theo một số phương án, chứa nhỏ hơn 5% trọng lượng CaCO_3 . Theo một số phương án, mỗi Lớp A và Lớp C chứa nhỏ hơn 2% trọng lượng CaCO_3 . Mỗi Lớp và Lớp C, theo một số phương án, chứa nhỏ hơn 1% trọng lượng CaCO_3 . Theo một số phương án, mỗi Lớp A và C chứa nhỏ hơn 0,1% trọng lượng CaCO_3 . Theo một số phương án, Lớp A và Lớp C không bao gồm CaCO_3 bất kỳ.

Sau khi định hướng ít nhất theo hướng máy, màng nhiều lớp theo sáng chế, theo một số phương án, có tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit chuẩn hóa là ít nhất $3000 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$ khi được đo theo ASTM F-2476 ở 23°C , độ

ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa). Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit chuẩn hóa là ít nhất $4000 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$ khi được đo theo ASTM F-2476 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa). Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit chuẩn hóa là ít nhất $5000 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$ khi được đo theo ASTM F-2476 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa). Màng nhiều lớp theo sáng chế, theo một số phương án, có tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit chuẩn hóa lên đến $100.000 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$ khi được đo theo ASTM F-2476 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa).

Sau khi định hướng ít nhất theo hướng máy, màng nhiều lớp theo sáng chế, theo một số phương án, có tốc độ truyền dẫn oxy chuẩn hóa là ít nhất $500 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$ khi được đo theo ASTM D3985 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa). Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tốc độ truyền dẫn oxy chuẩn hóa là ít nhất $700 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$ khi được đo theo ASTM D3985 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa). Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tốc độ truyền dẫn oxy chuẩn hóa là ít nhất $1.000 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$ khi được đo theo ASTM D3985 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa). Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tốc độ truyền dẫn oxy chuẩn hóa là lên đến $20.000 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$ khi được đo theo ASTM D3985 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa).

Sau khi định hướng ít nhất theo hướng máy, màng nhiều lớp theo sáng chế, theo một số phương án, có tỷ lệ giữa tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit và tốc độ truyền dẫn oxy là ít nhất 4,0. Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tỷ lệ giữa tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit và tốc độ truyền dẫn oxy là ít nhất 5,0. Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tỷ lệ giữa tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit và tốc độ truyền dẫn oxy là ít

nhất 7,0. Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tỷ lệ giữa tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit và tốc độ truyền dẫn oxy lên đến 15.

Sau khi định hướng ít nhất theo hướng máy, màng nhiều lớp theo sáng chế, theo một số phương án, có tốc độ truyền dẫn hơi nước chuẩn hóa là ít nhất 2 g·mil/100 in²/ngày khi được đo bằng thiết bị thử Mocon W3/33 theo ASTM F-1249-06 ở 38°C và độ ẩm tương đối 100%. Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tốc độ truyền dẫn hơi nước chuẩn hóa là ít nhất 5 g·mil/100 in²/ngày khi được đo bằng thiết bị thử Mocon W3/33 theo ASTM F-1249-06 ở 38°C và độ ẩm tương đối 100%. Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tốc độ truyền dẫn hơi nước chuẩn hóa là ít nhất 10 g·mil/100 in²/ngày khi được đo bằng thiết bị thử Mocon W3/33 theo ASTM F-1249-06 ở 38°C và độ ẩm tương đối 100%. Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tốc độ truyền dẫn hơi nước chuẩn hóa là ít nhất 50 g·mil/100 in²/ngày khi được đo bằng thiết bị thử Mocon W3/33 theo ASTM F-1249-06 ở 38°C và độ ẩm tương đối 100%. Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế có tốc độ truyền dẫn hơi nước chuẩn hóa lên đến 100 g·mil/100 in²/ngày khi được đo bằng thiết bị thử Mocon W3/33 theo ASTM F-1249-06 ở 38°C và độ ẩm tương đối 100%.

Nhiều màng nhiều lớp có thể được tạo ra phù hợp với phần mô tả của sáng chế. Các hỗn hợp nhựa nhất định có thể tạo ra màng có các đặc tính mong muốn nhất định.

Màng nhiều lớp có thể được tạo ra theo phương pháp bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, hỗn hợp của nhựa được mô tả trong bản mô tả này có thể tạo ra màng nhiều lớp bằng cách sử dụng quy trình màng đúc, quy trình màng thổi, quy trình cán mỏng, hoặc các quy trình khác. Theo một số phương án, màng nhiều lớp theo sáng chế là màng thổi hoặc màng đúc. Tổng số lớp trong các màng nhiều lớp như vậy có thể phụ thuộc vào một số yếu tố bao gồm, ví dụ, các đặc tính mong muốn của màng, mục đích sử dụng cuối của

màng, polyme mong muốn được sử dụng trong mỗi lớp, độ dày mong muốn của màng, và các yếu tố khác.

Sau khi tạo ra, màng nhiều lớp được nung. Màng nhiều lớp có thể được nung bằng cách sử dụng một số kỹ thuật bất kỳ đã biết đối với người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Theo một số phương án, màng nhiều lớp có thể được nung ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 125°C trong 24 giờ trong tủ sấy chân không ở mức chân không là 28 inch thủy ngân.

Sau khi nung, màng nhiều lớp được định hướng ít nhất theo hướng máy. Mạng lưới của màng có thể chỉ được định hướng theo hướng máy bằng cách sử dụng kỹ thuật đã biết đối với người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, như quy trình căng hoặc thiết bị định hướng máy. Tốt hơn là, màng được định hướng bằng cách kéo căng lạnh tiếp theo sau kéo căng nóng. Theo một số phương án, màng được kéo căng lạnh trong khoảng từ 25% đến 150% ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25°C ở tốc độ kéo căng là 100%/giây (ví dụ, đối với màng có chiều dài 100 mm, tốc độ căng sẽ là 100 mm/giây), trong đó tỷ lệ phần trăm kéo căng được xác định là:

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng lạnh} - \text{Chiều dài màng ban đầu}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

trong đó chiều dài là chiều dài của màng theo hướng kéo căng.

Theo một số phương án, màng được kéo căng lạnh tới ít nhất 50%. Sau khi kéo căng lạnh, màng được kéo căng nóng theo hướng máy. Theo một số phương án, màng này được kéo căng nóng trong khoảng từ 50% đến 500% ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 100°C ở tốc độ kéo căng là 4%/giây (ví dụ, đối với màng có chiều dài 100mm, tốc độ kéo căng có thể là 4 mm/giây), trong đó tỷ lệ phần trăm kéo căng được xác định là:

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng nóng} - \text{Tổng chiều dài sau khi kéo căng lạnh}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

trong đó chiều dài là chiều dài của màng theo hướng kéo căng.

Theo một số phương án, màng này được kéo căng nóng tới ít nhất 200%.

Theo một số phương án, màng nhiều lớp cũng có thể được định hướng theo hướng ngang. Tầm màng này có thể được định hướng theo hướng ngang bằng cách sử dụng kỹ thuật đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, như thiết bị định hướng xử lý khung căng hoặc hướng máy. Tốt hơn là, màng này được định hướng bằng cách kéo căng lạnh, tiếp theo là kéo căng nóng. Theo một số phương án, màng này được kéo căng lạnh trong khoảng từ 25% đến 150% ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10°C đến 50°C với tốc độ là 100%/giây (ví dụ, đối với màng có chiều dài 100mm, tốc độ kéo căng có thể là 100 mm/giây), trong đó tỷ lệ phần trăm kéo căng được xác định là:

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng lạnh} - \text{Chiều dài màng ban đầu}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

trong đó chiều dài là chiều dài của màng theo hướng kéo căng. Theo một số phương án, màng này được kéo căng lạnh ở 25°C tới ít nhất 50%. Sau khi kéo căng lạnh, màng này được kéo căng nóng theo hướng ngang. Theo một số phương án, màng này được kéo căng nóng trong khoảng từ 50% đến 500% ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 110°C với tốc độ là 4%/giây (ví dụ, đối với màng có chiều dài 100mm, tốc độ kéo căng có thể là 4 mm/giây), trong đó tỷ lệ phần trăm kéo căng được xác định là:

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng nóng} - \text{Tổng chiều dài sau khi kéo căng lạnh}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

trong đó chiều dài là chiều dài của màng theo hướng kéo căng. Theo một số phương án, màng này được kéo căng nóng tới ít nhất là 200% ở 100°C.

Các phương án theo sáng chế cũng đề cập bao gói được tạo ra từ màng nhiều lớp bất kỳ trong số các màng nhiều lớp được nêu trong bản mô tả. Ví dụ về các bao gói này có thể bao gồm bao gói mềm, bao gói khí quyển điều chỉnh, túi nhỏ, túi nhỏ đứng, và bao gói chế tạo sẵn hoặc túi nhỏ. Các bao gói như vậy

có thể được tạo ra bằng cách sử dụng các kỹ thuật đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này dựa vào phân bố lộ trong bản mô tả này.

PHƯƠNG PHÁP THỬ NGHIỆM

Trừ khi có qui định khác trong bản mô tả này, các phương pháp phân tích sau được sử dụng trong các khía cạnh mô tả của sáng chế:

Tỷ trọng

Các mẫu dùng để đo tỷ trọng được chuẩn bị theo ASTM D 1928. Các mẫu polyme được ép ở 190° C và 30.000 psi (207 MPa) trong ba phút, và sau đó ở 21°C và 207 MPa trong một phút. Việc đo được tiến hành trong vòng một giờ nén mẫu bằng cách sử dụng ASTM D792, Phương pháp B.

Chỉ số nóng chảy

Các chỉ số nóng chảy I_2 (hoặc I2) và I_{10} (hoặc I10) được đo theo ASTM D-1238 ở 190° C và ở tải trọng lần lượt là 2,16 kg và 10 kg. Các giá trị của chúng được thể hiện bằng g/10 phút. “Tốc độ nóng chảy” được sử dụng cho nhựa trên cơ sở polypropylen và được xác định theo ASTM D1238 (230°C ở 2,16 kg).

Sắc ký thẩm gel bộ dò ba hướng (“GPC bộ dò ba hướng” hoặc TDGPC) – GPC thông thường và GPC tán xạ ánh sáng

Đối với kỹ thuật GPC nêu trong bản mô tả này (GPC thông thường, tán xạ ánh sáng GPC, và gpcBR), hệ thống sắc ký thẩm gel bộ dò ba hướng (3D-GPC hoặc TDGPC) được sử dụng. Hệ thống này được cấu thành bởi sắc ký nhiệt độ cao GPC-IR của PolymerChar (Valencia, Tây Ban Nha), có lắp bộ dò tán xạ ánh sáng laze góc 2 (LS) với các thiết bị chính xác (hiện là Agilent Technologies) loại 2040, bộ dò hồng ngoại IR5 và bộ dò nhót kế 4 mao quản do PolymerChar cung cấp. Việc thu thập dữ liệu được thực hiện bằng cách sử dụng Phần mềm “kiểm soát thiết bị” PolymerChar. Hệ thống này cũng được lắp dụng cụ loại khí dung môi trực tuyến do Agilent Technologies cung cấp (CA, USA).

Dịch rửa giải từ cột GPC tạo ra các dòng thông qua mỗi bộ dò được bố trí theo dãy, theo thứ tự sau: bộ dò IR5, bộ dò LS, tiếp đến là bộ dò nhớt kế. Phương pháp theo hệ thống này nhằm xác định độ lệch của nhiều bộ dò được thực hiện theo cách phù hợp với phương pháp đã được công bố bởi Balke, Mourey, et al. (Mourey và Balke, *Chromatography Polym.*, Chapter 12, (1992)) (Balke, Thitiratsakul, Lew, Cheung, Mourey, *Chromatography Polym.*, Chapter 13, (1992)), log bộ dò ba hướng tối ưu (MW và độ nhớt bên trong) thu được bằng cách sử dụng polyetylen chuẩn mở rộng, như được thể hiện trong phần GPC tán xạ ánh sáng (LS) dưới đây, trong đoạn sau đẳng thức (5).

Bốn bao gói được trộn cỡ lỗ 20 μm (“Hỗn hợp A”, Agilent Technologies) được sử dụng để tách. Khoang lò lấy mẫu tự động PolymerChar được vận hành ở 160°C với tốc độ lắc chậm trong 3 giờ, và khoang cột được vận hành ở 150°C. Các mẫu này được chuẩn bị ở nồng độ “2mg/ml.” Dung môi sắc ký và dung môi điều chế mẫu là 1,2,4-triclobenzen (TCB) chứa 200ppm 2,6-di-tert-butyl-4metylphenol (BHT). Dung môi được phun bằng nitơ. Thể tích tiêm là 200 μm . Tốc độ chảy qua GPC được thiết lập ở 1mL/phút. Dữ liệu GPC thông thường và dữ liệu tán xạ ánh sáng GPC được ghi lại.

GPC thông thường

Đối với GPC thông thường, bộ dò IR5 (“bộ cảm biến đo”) được sử dụng, và bộ cột GPC được định cỡ bằng cách chạy 21 polystyren chuẩn phân bố trọng lượng phân tử hẹp. Trọng lượng phân tử (MW) của các chất chuẩn nằm trong khoảng từ 580 g/mol đến 8.400.000 g/mol, và các chất chuẩn được chứa trong 6 hỗn hợp “pha trộn”. Mỗi hỗn hợp chuẩn có ít nhất mười nhóm tách trong khoảng trọng lượng phân tử riêng. Hỗn hợp chuẩn được mua từ Polymer Laboratories (hiện nay là Agilent Technologies). Polystyren chuẩn được chuẩn bị ở nồng độ “0,025 g trong 50mL dung môi” đối với các trọng lượng phân tử bằng, hoặc lớn hơn, 1.000.000 g/mol, và ở nồng độ “0,05 g trong 50mL dung môi” đối với các trọng lượng phân tử nhỏ hơn 1.000.000

g/mol. Polystyren chuẩn được hòa tan ở 80°C, đồng thời khuấy nhẹ, trong 30 phút. Các hỗn hợp chuẩn thu hẹp được chạy trước tiên, và theo thứ tự giảm dần từ thành phần có trọng lượng phân tử lớn nhất, để giảm thiểu quá trình thoái biến. Trọng lượng phân tử ở đỉnh của polystyren chuẩn được chuyển hóa thành trọng lượng phân tử của polyetylen bằng cách sử dụng Đẳng thức (1) (như được mô tả trong Williams và Ward, J. Polym. Sci., Polym. Letters, 6, 621 (1968)):

$$MW_{PE} = A \times (MW_{PS})^B \quad (\text{Đẳng thức 1})$$

trong đó MW là trọng lượng phân tử của polyetylen (PE) hoặc polystyren (PS) như được đánh dấu, và B bằng 1,0. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này đã biết rằng A có thể nằm trong khoảng từ 0,38 đến khoảng 0,44 sao cho giá trị A thu được 52.000 MW_{PE} đối với các nguyên liệu tham chiếu chuẩn (SRM) 1475a. Việc sử dụng phương pháp hiệu chuẩn polyetylen này để thu được các giá trị trọng lượng phân tử, như mức phân bố trọng lượng phân tử (MWD hoặc M_w/M_n), và thông số thống kê liên quan, được định nghĩa trong bản mô tả này ở dạng phương pháp cải biến của Williams và Ward. Trọng lượng phân tử trung bình số, trọng lượng phân tử trung bình khối, và trọng lượng phân tử trung bình z được tính toán từ các đẳng thức sau:

$$M_{n,cc} = \sum w_i / \sum (w_i / M_{cc,i}) \quad (\text{Đẳng thức 2})$$

$$M_{w,cc} = \sum w_i M_{cc,i} \quad (\text{Đẳng thức 3})$$

$$M_{z,cc} = \sum (w_i M_{cc,i}^2) / \sum (w_i M_{cc,i}) \quad (\text{Đẳng thức 4})$$

trong đó $M_{n,cc}$, $M_{w,cc}$, và $M_{z,cc}$ là trọng lượng phân tử trung bình số, trọng lượng phân tử trung bình khối, và trọng lượng phân tử trung bình z lần lượt thu được từ phương pháp hiệu chuẩn thông thường. w_i là phần trọng lượng của các phân tử polyetylen đã được rửa giải ở thể tích lưu V_i . $M_{cc,i}$ là trọng lượng phân tử của các phân tử polyetylen đã được rửa giải ở thể tích lưu V_i thu được bằng cách sử dụng phương pháp hiệu chuẩn thông thường (xem Đẳng thức (1)).

Bằng cách hiệu chuẩn thông thường, w_i có thể được minh họa bằng đồ thị theo $\log_{10}(M_{cc,i})$. Phần trọng lượng của các phân tử có trọng lượng phân tử bằng 10.000 hoặc nhỏ hơn được tính toán là:

$$\int_{\lg(M_{cc,i})=0}^{\lg(M_{cc,i})=4} w_i d\lg(M_{cc,i}) \quad (\text{Đẳng thức 5})$$

L Tán xạ ánh sáng (LS) GPC

Đối với LS GPC, bộ dò chính xác PDI2040 kiểu 2040 có góc 15° được sử dụng. Dữ liệu về trọng lượng phân tử thu được theo cách phù hợp với dữ liệu công bố bởi Zimm (Zimm, B.H., J. Chem. Phys., 16, 1099 (1948)) và Kratochvil (Kratochvil, P., Classical Light Scattering from Polymer Solutions, Elsevier, Oxford, NY (1987)). Nồng độ phun toàn phần được sử dụng trong việc xác định trọng lượng phân tử thu được từ diện tích dò khối (IR5), và hằng số dò khối, có nguồn gốc từ polyme đồng nhất polyetylen tuyến tính thích hợp, hoặc một trong số các polyetylen chuẩn có trọng lượng phân tử trung bình khối đã biết. Trọng lượng phân tử đã được tính toán thu được bằng cách sử dụng hằng số tán xạ ánh sáng, có nguồn gốc từ một hoặc nhiều polyetylen chuẩn được nêu dưới đây, và chỉ số khúc xạ, hệ số nồng độ, dn/dc , là 0,104. Nói chung, đáp ứng dò khối và hằng số tán xạ ánh sáng được xác định từ chất chuẩn tuyến tính với trọng lượng phân tử vượt quá khoảng 50.000 g/mol. Việc hiệu chuẩn nhớt kế có thể được tiến hành bằng cách sử dụng các phương pháp được mô tả bởi nhà sản xuất, hoặc, theo cách khác, bằng cách sử dụng các giá trị công bố của chất chuẩn tuyến tính thích hợp, như nguyên liệu tham chiếu chuẩn (SRM) 1475a (có sẵn do National Institute of Standards and Technology (NIST) cung cấp). Nồng độ sắc ký đồ được giả định là đủ nhỏ để loại trừ việc ảnh hưởng của hệ số virial thứ hai (ảnh hưởng của nồng độ đối với trọng lượng phân tử).

Với 3D-GPC, trọng lượng phân tử trung bình khối tuyệt đối (" $M_{w,abs}$ ") và trọng lượng phân tử trung bình z tuyệt đối (" $M_{z,abs}$ ") được xác định bằng cách sử dụng các đẳng thức (6) và (7) dưới đây, bằng cách sử dụng phương

pháp “diện tích đỉnh” (sau khi hiệu chuẩn bộ dò liên quan diện tích với số khối và sản phẩm số khối - trọng lượng phân tử) để thu được độ chuẩn xác và độ chính xác hơn. “LS.diện tích” và “nồng độ.diện tích” được tạo ra bằng cách kết hợp sắc ký đồ/bộ dò.

$$M_{w,abs} = \frac{\sum C_i M_{abs,i}}{\sum C_i} = \frac{\sum LS_i}{\sum C_i} = \frac{LS.Area}{Concentration.Area} \quad (\text{Đẳng thức 6})$$

$$M_{z,abs} = \frac{\sum (w_i M_{abs,i}^2)}{\sum (w_i M_{abs,i})} \quad (\text{Đẳng thức 7})$$

trong đó C_i là nồng độ của các phân tử polyetylen trong dịch rửa giải ở thể tích lưu V_i , $M_{abs,i}$ là trọng lượng phân tử tuyệt đối của các phân tử polyetylen ở thể tích lưu V_i , $\sum LS_i$ (LS.Diện tích) là đáp ứng toàn phần của việc tán xạ ánh sáng, và $\sum C_i$ (Nồng độ.diện tích) là nồng độ toàn phần.

Đối với mỗi profin LS, trục x ($\log MW_{cc-GPC}$), trong đó cc được dùng để chỉ đường cong hiệu chuẩn thông thường, được xác định như sau. Trước tiên, polystyren chuẩn (xem trên đây) được sử dụng để hiệu chuẩn thể tích lưu thành “ $\log MW_{PS}$ ”. Sau đó, đẳng thức (1) ($MW_{PE} = A \times (MW_{PS})^B$) được sử dụng để chuẩn hóa “ $\log MW_{PS}$ ” thành “ $\log MW_{PE}$ ” Thang “ $\log MW_{PE}$ ” đóng vai trò là trục x đối với profin LS của phần thử nghiệm ($\log MW_{PE}$ tương đương với $\log MW(cc-GPC)$). Trục y đối với mỗi profin LS là đáp ứng bộ dò LS được chuẩn hóa bởi khối mẫu được phun. Ban đầu, trọng lượng phân tử và độ nhớt bên trong đối với mẫu chuẩn polyme polyetylen đồng nhất tuyến tính, như SRM1475a hoặc dạng tương đương, được xác định bằng cách sử dụng các phương pháp hiệu chuẩn thông thường (conventional calibration - “cc”) đối với cả trọng lượng phân tử lẫn độ nhớt bên trong là hàm của thể tích rửa giải.

Trong vùng trọng lượng phân tử thấp của đường cong rửa giải GPC, sự có mặt của đỉnh quan trọng đã biết gây ra do có mặt chất chống oxy hóa hoặc chất phụ gia khác, khiến cho đánh giá không đúng mức về trọng lượng phân tử trung bình số (M_n) của mẫu polyme, từ đó dự đoán quá mức về tính đa phân tán mẫu, được xác định là M_w/M_n , trong đó M_w là trọng lượng phân tử trung bình khối. Do đó, mức phân bố trọng lượng phân tử của mẫu polyme thực có

thể được tính toán từ việc rửa giải GPC bằng cách loại trừ đỉnh phụ này. Quy trình này thường được mô tả là đặc điểm hót đỉnh trong quá trình xử lý dữ liệu trong các phân tích sắc ký lỏng. Trong quy trình này, đỉnh bổ sung này được hót ra khỏi đường cong rửa giải GPC trước khi việc tính toán trọng lượng phân tử mẫu được thực hiện từ đường cong rửa giải GPC.

Đo tốc độ truyền dẫn oxy (oxygen transmission rate - OTR)

Tốc độ truyền dẫn oxy (OTR) của các màng này được đo bằng môđun MOCON OXTRAN 2/21 ML theo ASTM D-3985 ở 23°C, độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa).

Đối với các màng không được kéo căng (ví dụ, ở dạng đúc), các mẫu hình chữ nhật 9 cm × 10 cm được cắt ra và mang tải trọng trực tiếp trong bộ phận MOCON OXTRAN 2/21 ML dùng để đo. Diện tích thử nghiệm hiệu quả là 50 cm². Khí thử nghiệm chứa 2% oxy và 98% nitơ được sử dụng sao cho khí không thấm qua được vùng dò của môđun MOCON OXTRAN 2/21 ML. OTR của mẫu thu được theo công thức sau: $OTR = OTR(2\%)/2\%$, trong đó OTR(2%) là OTR của màng thu được với khí thử nghiệm chứa 2% oxy và 98% nitơ.

Đối với các màng kéo căng (màng định hướng), một mẫu thử được cắt ra từ vùng trung tâm của màng kéo căng và được che bằng lá nhôm tiếp xúc dính trên hai mặt. Diện tích mẫu thích hợp để thử nghiệm OTR là 5 cm². Khí thử nghiệm chứa 10% oxy và 90% nitơ được sử dụng sao cho khí không thấm qua được vùng dò của môđun MOCON OXTRAN 2/21 ML. OTR của mẫu thu được theo $OTR = OTR(2\%) / 2\%$, trong đó OTR(2%) là OTR của màng thu được với khí thử nghiệm chứa 2% oxy và 98% nitơ.

OTR được chuẩn hóa thu được theo công thức sau: OTR được chuẩn hóa = $OTR \times \text{Độ dày màng}$. Giá trị trung bình của hai lần đo như nhau đối với mỗi mẫu được báo cáo. Giới hạn dò trên của môđun MOCON OXTRAN 2/21 ML là 6500 cc/100 in²/ngày đối với mẫu đã được che ở diện tích thử nghiệm là

5 cm² và với khí thử nghiệm ở nồng độ oxy 2%. “NM” chỉ ra rằng OTR của màng lớn hơn 6500 cc/100 in²/ngày.

Đo tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit (Carbon Dioxide Transmission Rate - CO₂TR)

Tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit (CO₂TR) của màng được đo cùng với môđun MOCON PERMATRAN-C 4/41 theo ASTM F-2476 ở 23 °C, độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa).

Đối với màng không được kéo căng (ví dụ, ở dạng đúc), mẫu thử hình chữ nhật 9 cm × 10 cm được cắt ra và được mang tải trọng trực tiếp trong môđun MOCON PERMATRAN-C 4/41 dùng để đo. Diện tích thử nghiệm hiệu quả là 50 cm². Khí thử nghiệm chứa 10% cacbon đioxit và 90% nitơ được sử dụng sao cho khí không thấm qua được vùng dò của môđun MOCON PERMATRAN-C 4/41. CO₂TR của mẫu thu được theo $CO_2TR = CO_2TR(10\%) / 10\%$, trong đó CO₂TR(10%) là CO₂TR của màng thu được cùng với khí thử nghiệm chứa 10% cacbon đioxit và 90% nitơ.

Đối với màng kéo căng (màng định hướng), mẫu thử được cắt ra từ vùng trung tâm của mỗi màng kéo căng và được che bằng lá nhôm tiếp xúc dính trên hai mặt. Diện tích mẫu thích hợp cho thử nghiệm CO₂TR là 5 cm². Khí thử nghiệm chứa 10% cacbon đioxit và 90% nitơ được sử dụng sao cho khí không thấm qua được vùng dò của môđun MOCON PERMATRAN-C 4/41. CO₂TR của mẫu thu được theo $CO_2TR = CO_2TR(10\%) / 10\%$, trong đó CO₂TR(10%) là CO₂TR của màng thu được cùng với khí thử nghiệm chứa 10% cacbon đioxit và 90% nitơ. CO₂TR đã được chuẩn hóa thu được theo công thức sau: CO₂TR được chuẩn hóa = CO₂TR × Độ dày màng. Giá trị trung bình của hai lần đo giống nhau đối với mỗi mẫu được báo cáo. Giới hạn dò trên của môđun MOCON PERMATRAN-C 4/41 là 51500 cc/100 in²/ngày đối với mẫu đã được che ở diện tích thử nghiệm là 5 cm² và khí thử nghiệm ở nồng độ cacbon đioxit là 10%. “NM” được dùng để chỉ CO₂TR của màng lớn hơn 51500 cc/100 in²/ngày.

Đo tốc độ truyền dẫn hơi nước (Water Vapor Transmission Rate - WVTR)

Tùy thuộc vào khoảng WVRR của màng, WVTR của màng được đo cùng với Mocon W3/33 theo ASTM F1249-06 hoặc cùng với MOCON 101K theo ASTM D6701-01.

Đối với màng không được kéo căng (ví dụ, ở dạng đúc), mẫu thử hình chữ nhật $9\text{ cm} \times 10\text{ cm}$ được cắt ra từ màng đúc. WVTR được đo cùng với Mocon W3/33 theo ASTM F1249-06, ở 38°C , với độ ẩm tương đối (relative humidity - RH) là 100%. Diện tích màng thử nghiệm thích hợp là 50 cm^2 . Giá trị trung bình của hai lần đo giống nhau đối với mỗi màng được báo cáo.

Đối với màng kéo căng (màng định hướng), một mẫu thử được cắt ra từ vùng trung tâm của mỗi màng kéo căng và được che bằng lá nhôm tiếp xúc dính trên hai mặt. Diện tích mẫu thích hợp để thử nghiệm WVTR là 5 cm^2 . Đối với các giá trị WVTR nhỏ hơn (tức là, nhỏ hơn $64,5\text{ g}/100\text{ in}^2/\text{ngày}$), WVTR được đo cùng với Mocon W3/33 theo ASTM F1249-06, ở 38°C , với độ ẩm tương đối (RH) là 100%. Đối với các giá trị WVTR lớn hơn (tức là, lớn hơn $32\text{ g}/100\text{ in}^2/\text{ngày}$), WVTR được đo bằng cách sử dụng MOCON 101K ở 38°C và 100% RH theo ASTM D6701-01. WVTR được chuẩn hóa thu được theo $\text{WVTR được chuẩn hóa} = \text{WVTR} \times \text{Độ dày màng}$.

Các đặc tính bổ sung và phương pháp thử nghiệm được nêu tiếp trong bản mô tả này.

Một số phương án theo sáng chế được mô tả chi tiết theo các ví dụ sau đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Nhiều màng 3 lớp (A/B/C) được tạo ra để đánh giá. Thành phần và độ dày của màng được thể hiện trong Bảng 1:

Bảng 1

	Độ dày màng	Lớp A (vỏ)		Lớp B (lõi)		Lớp C (vỏ)	
	mil	Nguyên liệu	% trọng lượng	Nguyên liệu	% trọng lượng	Nguyên liệu	% trọng lượng
Màng 1	2,1	UNIVAL™ DMDA-6400	30	ELVAX 3135	40	UNIVAL™ DMDA-6400	30
Màng 2	1,8	UNIVAL™ DMDA-6400	40	ELVAX 3190	20	UNIVAL™ DMDA-6400	40
Màng 3	2,0	UNIVAL™ DMDA-6400	30	ELVAX 3190	40	UNIVAL™ DMDA-6400	30
Màng 4	3,1	UNIVAL™ DMDA-6400	50	PEBAX 2533 SD 02	25	UNIVAL™ DMDA-6400	25
Màng 5	2,5	UNIVAL™ DMDA-6400	30	AFFINITY™ PL 1880G	40	UNIVAL™ DMDA-6400	30
Màng 1	2,2	ELITE™ 5960G	30	ELVAX 3135	40	ELITE™ 5960G	30
Màng 7	3,1	UNIVAL™ DMDA-6200	30	ELVAX 3135	40	UNIVAL™ DMDA-6200	30
Màng 8	1,9	UNIVAL™ DMDA-6400	30	UNIVAL™ DMDA-6400	40	UNIVAL™ DMDA-6400	30

UNIVAL™ DMDA-6400 (tỷ trọng = 0,961 g/cm³; I₂ = 0,8 g/10 phút), UNIVAL™ DMDA-6200 (tỷ trọng = 0,953 g/cm³; I₂ = 0,38 g/10 phút), và ELITE™ 5960G (polyetylen gia cường có tỷ trọng = 0,962 g/cm³; I₂ = 0,85 g/10 phút) là polyetylen có tỷ trọng cao đang có trên thị trường do The Dow Chemical Company cung cấp. Elvax 3135 và Elvax 3190 là etylen vinyl axetat đang có trên thị trường do DuPont cung cấp. Pebax 2533 SD 02 là amit khối polyete đang có trên thị trường do Arkema cung cấp. AFFINITY™ PL 1880G là chất dẻo nhiệt rắn polyolefin đang có trên thị trường do The Dow Chemical Company cung cấp.

Polyetylen có tỷ trọng cao được sử dụng trong các màng nêu trên có các đặc tính bổ sung sau:

Bảng 2

	GPC thông thường					GPC tán xạ ánh sáng			
	$M_{n,cc}$ (g/mol)		$M_{z,cc}$ (g/mol)	$M_{w,cc}/M_{n,cc}$	Phân trọng lượng của các phân tử có trọng lượng phân tử bằng 10.000 hoặc nhỏ hơn	$M_{n,abs}$ (g/mol)	$M_{w,abs}$ (g/mol)	$M_{z,abs}$ (g/mol)	$M_{z,abs}/M_{w,abs}$
UNIVAL™ DMDA- 6400	12,808	109,672	621,184	8,6	17,2	11,183	111,190	640,760	5,8
ELITE™ 5960G	21,624	107,011	303,585	4,9	10,8	20,366	112,371	357,492	3,2
UNIVAL™ DMDA- 6200	13,520	129,915	751,383	9,6	15,2	11,511	129,860	732,692	5,6

Mỗi UNIVAL™ DMDA-6400 và UNIVAL™ DMDA-6200 có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ ít nhất là 6,0 và $M_{z,abs}$ ít nhất là 500.000 gam/mol như được đo bằng GPC bộ dò ba hướng.

Màng 3 lớp được tạo ra bằng cách sử dụng dòng đúc màng Dr. Collin.. Dòng này bao gồm ba máy ép trục vít đơn 25:1 L/D, có lắp vùng cấp rãnh. Đường kính trục vít là 25 mm đối với hai máy ép lớp vỏ và 30 mm đối với máy ép lớp lõi. Bề rộng khe rập là 10 inso và độ hở của rập là 20 mil. Chi tiết về các điều kiện xử lý được đưa ra trong bảng 3:

Bảng 3

			Màng 1	Màng 2	Màng 3	Màng 4	Màng 5	Màng 6	Màng 7	Màng 8
Máy ép lớp A	Nhiệt độ vùng 1	°C	74	75	75	50	75	74	74	50
	Nhiệt độ vùng 2	°C	243	240	241	258	240	240	244	239
	Nhiệt độ vùng 3	°C	232	231	229	263	228	231	239	229
	Nhiệt độ vùng 4	°C	225	225	225	264	225	225	237	225
	Nhiệt độ vùng 5	°C	235	235	235	265	235	235	240	235
	Nhiệt độ nóng chảy	°C	217	218	217	253	217	218	232	217
	Tốc độ bắt vít	rpm	52	74	58	65	57	52	63	68
	Dòng điện động cơ	A	1,0	1,4	1,1	0,8	1,2	1,4	1,4	1,0
	Áp suất nóng chảy	bar	157	172	150	96	167	200	254	139
	Tốc độ thông qua	kg/h	1,497	2,021	1,477	1,488	1,504	1,486	1,519	1,489
Máy ép lớp B	Nhiệt độ vùng 1	°C	27	25	26	23	26	27	27	28
	Nhiệt độ vùng 2	°C	230	198	200	150	217	230	231	240
	Nhiệt độ vùng 3	°C	249	210	211	148	223	251	250	233
	Nhiệt độ vùng 4	°C	255	232	233	150	241	252	255	225
	Nhiệt độ vùng 5	°C	250	230	230	150	239	250	250	235
	Nhiệt độ vùng 6	°C	250	230	230	150	239	250	250	240
	Nhiệt độ nóng chảy	°C	229	210	212	135	223	229	229	219
	Tốc độ bắt vít	rpm	24	10	21	5	19	25	24	26
	Dòng điện động cơ	A	2.6	2.2	2.8	2.7	3.3	2.7	2.6	2.5
	Áp suất nóng chảy	bar	162	107	120	62	166	177	163	155
Máy ép lớp C	Tốc độ thông qua	kg/h	1,998	0,999	2,006	0,749	2,002	1,996	2,000	1,999
	Nhiệt độ vùng 1	°C	74	75	75	49	75	74	73	49
	Nhiệt độ vùng 2	°C	242	240	238	255	240	241	245	239
	Nhiệt độ vùng 3	°C	228	228	231	266	227	229	236	228
	Nhiệt độ vùng 4	°C	227	226	223	267	226	224	233	224
	Nhiệt độ	°C	235	235	235	265	235	235	239	235

vùng 5									
Nhiệt độ chảy	rpm	67	80	65	63	66	64	70	84
Tốc độ bắt vít	°C	224	226	223	261	224	222	231	223
Dòng điện động cơ	A	1,2	1,2	1,2	1,3	1,4	1,2	1,2	1,3
Áp suất nóng chảy	bar	186	220	189	373	239	211	201	217
Tốc độ thông qua	kg/h	1,500	2,011	1,518	0,743	1,513	1,448	1,484	1,532
Nhiệt độ rập	°C	225	225	225	250	225	225	260	230
Nhiệt độ cuộn lạnh	°C	25	25	25	25	25	25	25	25

Tốc độ truyền dẫn oxy được chuẩn hóa, tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit được chuẩn hóa, và tốc độ truyền dẫn hơi nước được chuẩn hóa được đo.

Tốc độ truyền dẫn oxy (OTR) của các màng này được đo cùng với môđun Mocon OXTRAN 2/21 ML theo ASTM D-3985 ở 23°C, độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa). Đối với các màng 1-8, các mẫu hình chữ nhật 9cm × 10cm được cắt ra từ các màng đúc và được mang tải trọng trực tiếp trong bộ phận MOCON OXTRAN 2/21 ML để đo. Diện tích thử nghiệm hiệu quả là 50 cm². Khí thử nghiệm chứa 2% oxy và 98% nitơ được sử dụng sao cho khí không thấm qua được vùng dò của môđun MOCON OXTRAN 2/21 ML. OTR của mẫu thu được theo $OTR = OTR(2\%)/2\%$, trong đó OTR(2%) là OTR của màng thu được với khí thử nghiệm chứa 2% oxy và 98% nitơ.

OTR được chuẩn hóa thu được như sau: $OTR \text{ được chuẩn hóa} = OTR \times \text{Độ dày màng}$. Các giá trị trung bình của hai lần đo giống nhau đối với mỗi mẫu được báo cáo trong Bảng 4. Các kết quả được đưa ra trong bảng 4 dưới đây.

Tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit (CO₂TR) của các màng được đo với môđun MOCON PERMATRAN-C 4/41 theo ASTM F-2476 ở 23°C, độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa). Đối với các màng 1-8, các mẫu hình chữ nhật 9 cm × 10 cm được cắt ra từ các màng đúc và được mang tải trọng trực tiếp trong môđun MOCON PERMATRAN-C 4/41 để đo. Diện

tích thử nghiệm hiệu quả là 50 cm². Khí thử nghiệm chứa 10% cacbon đioxit và 90% nitơ được sử dụng sao cho khí không thấm qua được vùng dò của môđun MOCON PERMATRAN-C 4/41. CO₂TR của mẫu thu được theo $CO_2TR = CO_2TR(10\%) / 10\%$, trong đó CO₂TR(10%) là CO₂TR của màng thu được có khí thử nghiệm chứa 10% cacbon đioxit và 90% nitơ.

CO₂TR được chuẩn hóa thu được theo công thức sau: CO₂TR được chuẩn hóa = CO₂TR × Độ dày màng. Giá trị trung bình của hai lần đo giống nhau đối với mỗi mẫu được báo cáo. Các kết quả được đưa ra trong bảng 4 dưới đây.

Tỷ lệ CO₂TR/OTR được tính toán bằng cách chia CO₂TR được chuẩn hóa cho OTR được chuẩn hóa. Các kết quả được đưa ra trong bảng 4 dưới đây.

Đối với các màng 1-8, các mẫu hình chữ nhật 9 cm × 10cm được cắt ra từ các màng đục. WVTR được đo cùng với Mocon W3/33 theo ASTM F1249-06, ở 38°C, với độ ẩm tương đối (RH) là 100%. Diện tích màng thử nghiệm thích hợp là 50 cm². Giá trị trung bình của hai lần đo giống nhau đối với mỗi màng được báo cáo. Các kết quả WVTR được thể hiện trong Bảng 4 dưới đây.

Bảng 4

	OTR được chuẩn hóa	CO ₂ TR được chuẩn hóa	CO ₂ TR/OTR	WVTR được chuẩn hóa*
	cc*mil/100 in ² *ngày	cc*mil/100 in ² *ngày		g*mil/100 in ² *ngày
Màng 1	522	2623	5,0	1,28 ^a
Màng 2	376	2020	5,4	0,74 ^a
Màng 3	507	2746	5,4	1,13 ^a
Màng 4	847	4058	4,8	1,35 ^a
Màng 5	445	2369	5,3	0,86 ^a
Màng 6	464	2221	4,8	0,91 ^a
Màng 7	565	2814	5,0	1,21 ^a
Màng 8	331	1678	5,1	0,67 ^a

* “a” được dùng để chỉ WVTR được đo cùng với Mocon W3/33 theo ASTM F1249-06.

Các màng 1-8 được nung ở nhiệt độ định sẵn (được chỉ ra trong bảng 5 dưới đây) trong lò chân không (Precision Scientific, CR-00643) với mức chân không là 28 inHg trong 24 giờ.

Sau khi nung, mỗi màng được cắt ra thành các mảnh có đường kính là 5" (hướng máy, MD) × 6" (hướng ngang, TD). Các tấm chêm kim loại được gắn vào cả hai gờ của màng dọc theo hướng máy bằng cách sử dụng dải băng. Các tấm chêm kim loại được sử dụng để tạo lực kéo căng nhằm phân bố đồng đều theo chiều rộng của màng. Sau đó, màng có các tấm chêm kim loại is được nạp lên các mạng của khung căng hai trục Iwamoto. Chiều dài ban đầu của mỗi màng trước khi kéo căng là 100 mm. Màng này có khả năng kéo căng lạnh 50%, mà được xác định bởi

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng lạnh} - \text{Chiều dài màng ban đầu}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

với tốc độ 100 mm/giây (100%/giây, coi chiều dài ban đầu của màng là 100 mm). Sau đó, cửa khoang mẫu được đóng lại, và khoang mẫu được gia nhiệt tới 100°C, sau đó giữ ở nhiệt độ trong 1 phút. Sau đó, màng có khả năng kéo căng nóng 200% (hoặc 50% đối với màng theo sáng chế 5), mà được xác định bởi

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng nóng} - \text{Tổng chiều dài sau khi kéo căng lạnh}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

đối với các màng rắn với tốc độ 4 mm/giây (4%/giây, coi chiều dài ban đầu của màng là 100 mm). Các điều kiện xử lý được tóm tắt như sau:

Bảng 5

Ví dụ	Ký hiệu màng trước khi kéo căng	Nhiệt độ được nung trong 24 giờ	Nhiệt độ kéo căng lạnh	Tỷ lệ phần trăm kéo căng lạnh @ 100 mm/giây	Nhiệt độ kéo căng nóng	Tỷ lệ phần trăm kéo căng nóng @ 4 mm/giây
		°C	°C	%	°C	%
Ví dụ theo sáng chế 1	Màng 1	120	25	50	100	200
Ví dụ theo sáng chế 2	Màng 2	120	25	50	100	200
Ví dụ theo sáng chế 3	Màng 3	120	25	50	100	200
Ví dụ theo sáng chế 4	Màng 4	120	25	50	70	50
Ví dụ theo	Màng 5	120	25	50	100	200

sáng chế 5						
Ví dụ so sánh 1	Màng 6	120	25	50	100	200
Ví dụ so sánh 2	Màng 7	115	25	50	95	200
Ví dụ so sánh 3	Màng 8	120	25	50	100	200

Tốc độ truyền dẫn oxy được chuẩn hóa, tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit được chuẩn hóa, và tốc độ truyền dẫn hơi nước được chuẩn hóa được đo.

Tốc độ truyền dẫn oxy (OTR) của màng được đo cùng với môđun Mocon OXTRAN 2/21 ML theo ASTM D-3985 ở 23°C, độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa). Một mẫu thử được cắt ra từ vùng trung tâm của mỗi màng kéo căng và được che bằng lá nhôm tiếp xúc dính trên hai mặt. Diện tích mẫu thích hợp để thử nghiệm OTR là 5 cm². Khí thử nghiệm chứa 10% oxy và 90% nitơ được sử dụng sao cho khí không thấm qua được vùng dò của môđun MOCON OXTRAN 2/21 ML. OTR của mẫu thu được theo $OTR = OTR(2\%) / 2\%$, trong đó OTR(2%) là OTR của màng thu được cùng với khí thử nghiệm chứa 2% oxy và 98% nitơ. OTR được chuẩn hóa thu được như sau: OTR được chuẩn hóa = OTR × Độ dày màng. Giới hạn dò trên của môđun MOCON OXTRAN 2/21 ML là 6500 cc/100 in²/ngày đối với các mẫu đã được che ở diện tích thử nghiệm là 5 cm² và cùng với khí thử nghiệm ở nồng độ oxy 2%. “NM” chỉ ra rằng OTR của màng lớn hơn 6500 cc/100 in²/ngày. Các kết quả được đưa ra trong bảng 6 dưới đây.

Tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit (CO₂TR) của màng được đo với môđun MOCON PERMATRAN-C 4/41 theo ASTM F-2476 ở 23°C, độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at) (100 kPa). Mẫu thử được cắt ra từ vùng trung tâm của mỗi màng kéo căng và được che bằng lá nhôm tiếp xúc dính trên hai mặt. Diện tích mẫu thích hợp để thử nghiệm CO₂TR là 5 cm². Khí thử nghiệm chứa 10% cacbon đioxit và 90% nitơ được sử dụng sao cho khí không thấm qua được vùng dò của môđun MOCON PERMATRAN-C 4/41. CO₂TR của mẫu thu được theo $CO_2TR = CO_2TR(10\%) / 10\%$, trong đó CO₂TR(10%) là CO₂TR của màng thu được cùng với khí thử nghiệm chứa 10% cacbon đioxit và 90%

nitor. CO_2TR được chuẩn hóa thu được theo công thức sau: CO_2TR được chuẩn hóa = $\text{CO}_2\text{TR} \times \text{Độ dày màng}$. Giá trị trung bình của hai lần đo giống nhau đối với mỗi mẫu được báo cáo. Giới hạn dò trên của môđun MOCON PERMATRAN-C 4/41 là 51500 cc/100 in²/ngày đối với các mẫu đã được che ở diện tích thử nghiệm là 5 cm² và khí thử nghiệm ở nồng độ cacbon đioxit là 10%. “NM” chỉ ra rằng CO_2TR của màng lớn hơn 51500 cc/100 in²/ngày. Các kết quả được đưa ra trong bảng 6 dưới đây.

Tỷ lệ $\text{CO}_2\text{TR}/\text{OTR}$ được tính toán bằng cách chia CO_2TR được chuẩn hóa cho OTR được chuẩn hóa. Các kết quả được đưa ra trong bảng 6 dưới đây.

Đối với các ví dụ theo sáng chế 1-5 và ví dụ so sánh 1-2, mẫu thử được cắt ra từ vùng trung tâm của mỗi màng kéo căng và được che bằng lá nhôm tiếp xúc dính trên hai mặt. Diện tích mẫu thích hợp để thử nghiệm WVTR là 5 cm². WVTR được đo cùng với Mocon W3/33 theo ASTM F1249-06, ở 38°C, với độ ẩm tương đối (RH) là 100%.

WVTR của Ví dụ so sánh 3 được thử nghiệm bằng cách sử dụng MOCON 101K ở 38°C và độ ẩm tương đối 100% theo ASTM D6701-01. Một mẫu thử được cắt ra từ vùng trung tâm của màng kéo căng. Giới hạn phát hiện dưới đối với MOCON 101K là 32 g/(in²·ngày).

WVTR được chuẩn hóa thu được theo WVTR được chuẩn hóa = $\text{WVTR} \times \text{Độ dày màng}$. Giá trị trung bình của hai lần đo giống nhau đối với mỗi mẫu được báo cáo trong Bảng 6.

Bảng 6

Ví dụ	Độ dày	OTR được chuẩn hóa	CO_2TR được chuẩn hóa	$\text{CO}_2\text{TR}/\text{OTR}$	WVTR được chuẩn hóa*
	mil	cc*mil/100 in ² *ngày	cc*mil/100 in ² *ngày		g*mil/100 in ² *ngày
Ví dụ theo sáng chế 1	0,9	759	3844	5,1	2,54 ^a
Ví dụ theo sáng chế 2	1,1	861	4047	4,7	2,11 ^a
Ví dụ theo sáng chế 3	1,6	1376	6035	4,4	4,48 ^a
Ví dụ theo sáng chế 4	1,6	5492	40980	7,5	61,8 ^a

Ví dụ theo sáng chế 5	0,6	1747	7333	4,2	2,30 ^a
Ví dụ so sánh 1	0,9	221	1101	5,0	1,16 ^a
Ví dụ so sánh 2	2,3	853	2589	3,0	2,70 ^a
Ví dụ so sánh 3	0,8	NM*	NM*	N/A	332 ^b

* “a” để chỉ WVTR được đo cùng với Mocon W3/33 theo ASTM F1249-06

“b” để chỉ WVTR được đo cùng với Mocon 101K theo ASTM D6701-01

“NM” để chỉ OTR và CO₂TR của màng là quá cao cần đo được bằng môđun MOCON OXTRAN 2/21 ML và môđun MOCON PERMTRAN 4/41 ML.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Màng nhiều lớp bao gồm ít nhất 3 lớp, mỗi lớp có các bề mặt ngoài đối nhau và được bố trí theo trình tự A/B/C, trong đó:

Lớp A bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và tỷ trọng là $0,957 - 0,970 \text{ g/cm}^3$, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao bao gồm ít nhất 90 phần trăm trọng lượng của Lớp A;

Lớp B bao gồm lớp thấm khí, trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp B tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp A; và

Lớp C bao gồm polyetylen có tỷ trọng cao có $M_{w,cc}/M_{n,cc}$ là ít nhất 6,0, $M_{z,abs}$ là ít nhất 500.000 gam/mol đo được bằng bộ dò ba hướng GPC, và tỷ trọng là $0,957 - 0,970 \text{ g/cm}^3$, trong đó polyetylen có tỷ trọng cao bao gồm ít nhất 90 phần trăm trọng lượng của Lớp C và trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp C tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp B, trong đó màng được định hướng theo hướng máy và trong đó màng có tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit chuẩn hóa là ít nhất $1181 \text{ cm}^3 \cdot \text{mm/m}^2/24\text{giờ}$ ($3000 \text{ cm}^3 \cdot \text{mil}/100 \text{ in}^2/\text{ngày}$) khi được đo theo ASTM F-2476 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at), và trong đó màng có tỷ lệ giữa tốc độ truyền dẫn cacbon đioxit và tốc độ truyền dẫn oxy là ít nhất 4,0, khi tốc độ truyền dẫn oxy được đo theo ASTM D3985 ở 23°C , độ ẩm tương đối 0%, và áp suất 100Pa (1at).

2. Màng nhiều lớp theo điểm 1, trong đó tốc độ truyền dẫn oxy và cacbon đioxit của Lớp B thấp hơn so với tốc độ truyền dẫn oxy và cacbon đioxit của Lớp A và Lớp C.

3. Màng nhiều lớp theo điểm 1, trong đó lớp thấm khí bao gồm amit khối polyete, poly(etylen-vinyl axetat), copolyme khối olefin trên cơ sở propylen,

chất dẻo nhiệt rắn polyolefin, chất đàn hồi polyolefin, hoặc hỗn hợp của chúng.

4. Màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó màng được kéo căng lạnh theo hướng máy, và sau khi được kéo căng lạnh, màng được kéo căng nóng theo hướng máy.

5. Màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó màng được kéo căng lạnh theo hướng ngang, và sau khi được kéo căng lạnh, màng được kéo căng nóng theo hướng ngang.

6. Màng nhiều lớp theo điểm 4 hoặc điểm 5, trong đó tỷ lệ phần trăm kéo căng lạnh:

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng lạnh} - \text{Chiều dài màng ban đầu}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

nằm trong khoảng từ 25% đến 150%, trong đó việc kéo căng lạnh được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10°C đến 50°C.

7. Màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 4-6, trong đó tỷ lệ phần trăm kéo căng nóng:

$$\frac{\text{Tổng chiều dài màng sau khi kéo căng nóng} - \text{Tổng chiều dài sau khi kéo căng lạnh}}{\text{Chiều dài màng ban đầu}} \times 100\%$$

nằm trong khoảng từ 50% đến 500%, trong đó việc kéo căng nóng được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90°C đến 110°C.

8. Màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó Lớp A bao gồm ít nhất 10% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng

lượng của màng, và trong đó Lớp C bao gồm ít nhất 10% trọng lượng của màng nhiều lớp trên cơ sở tổng trọng lượng của màng.

9. Màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó màng này còn bao gồm Lớp D và Lớp E, trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp D tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp C, trong đó bề mặt ngoài trên cùng của Lớp E tiếp xúc dính với bề mặt ngoài dưới cùng của Lớp D, trong đó Lớp D bao gồm lớp thấm khí, và trong đó Lớp E có thành phần giống Lớp A.

10. Bao gói bao gồm màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên.