



(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)



1-0046081

(51)^{2020.01} B32B 9/00; C23C 14/08

(13) B

(21) 1-2020-01297

(22) 26/07/2018

(86) PCT/JP2018/028077 26/07/2018

(87) WO 2019/031263 14/02/2019

(30) 2017-155059 10/08/2017 JP

(45) 26/05/2025 446

(43) 25/08/2020 389A

(73) TOYOBO CO, LTD. (JP)

2-8, Dojima Hama 2-chome, Kita-ku, Osaka-shi, Osaka 5308230 Japan

(72) KASHIWA, Mitsuhiro (JP); NUMATA, Hiroyuki (JP); ISEKI, Kiyoshi (JP).

(74) Công ty Cổ phần Hỗ trợ phát triển công nghệ Detech (DETECH)

(54) KHỐI NHIỀU LỚP NGĂN KHÍ

(21) 1-2020-01297

(57) Sáng chế đề cập đến việc cung cấp màng ngăn khí có khả năng chịu axit, độ trong suốt, và các đặc tính ngăn khí vượt trội. Khối nhiều lớp ngăn khí theo sáng chế là tấm mỏng, trong đó lớp màng mỏng vô cơ được cán mỏng lên ít nhất một trong các bề mặt của chất nền polyme, và lớp màng mỏng vô cơ chứa chủ yếu Al và Si, và tỷ lệ hàm lượng Al giữa thời điểm trước và sau khi xử lý ngâm tấm mỏng vào trong dung dịch axit clohydric có nước có nồng độ 1 mol/L trong một giờ, thỏa mãn công thức $(\text{Hàm lượng Al sau khi xử lý})/(\text{Hàm lượng Al trước khi xử lý}) \times 100 \geq 75$.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến khối nhiều lớp ngăn khí có khả năng chịu axit và đặc tính ngăn khí vượt trội, và tốt hơn là được sử dụng để đóng gói thực phẩm và đóng gói các linh kiện điện tử và các sản phẩm tương tự.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Gần đây, các vật liệu đóng gói được sử dụng cho thực phẩm, dược phẩm, linh kiện điện tử và các sản phẩm tương tự được yêu cầu ngăn chặn sự xâm nhập của khí chẳng hạn như oxy và hơi nước để ngăn cản quá trình oxy hóa, sự hư hỏng, sự ăn mòn và tương tự đối với phần được chứa bên trong của chúng, do đó vật liệu đóng gói có đặc tính ngăn khí để chặn các loại khí này đã được tìm kiếm.

Là màng có đặc tính ngăn khí vượt trội, màng chất dẻo có nhôm (sau đây được gọi là Al) được cán mỏng lên đó và màng chất dẻo được phủ vinyliden clorua hoặc copolyme rượu etylen-vinyl đã được biết đến. Hơn nữa, là màng sử dụng màng mỏng vô cơ, màng có màng mỏng silic oxit, nhôm oxit hoặc tương tự được cán mỏng lên đó đã được biết đến.

Các màng ngăn khí thông thường được mô tả ở trên có các vấn đề sau. Mặc dù tấm mỏng nhôm vượt trội về mặt kinh tế và có đặc tính ngăn khí vượt trội, nó mờ đục để không cho phép nhìn xuyên qua phần được chứa bên trong được đóng gói của tấm mỏng nhôm, và không cho phép vi sóng thấm qua và do

đó không thể sử dụng trong lò vi sóng. Ngoài ra, nếu nhôm được chứa trong một phần cấu hình của vật liệu đóng gói và bao gói như vậy, màng chất dẻo sẽ có vấn đề là không thể thu hồi và tái chế. Màng được phủ vinyliden clorua hoặc copolyme rượu etylen-vinyl không đủ đặc tính ngăn khí của hơi nước, oxy hoặc tương tự, và sự suy giảm là đáng kể, đặc biệt là trong quá trình nhiệt độ cao chẳng hạn như quá trình đun sôi và quá trình chưng cất. Hơn nữa, vinyliden clorua tạo ra khí clo trong quá trình thiêu đốt, do đó sự ảnh hưởng đến môi trường toàn cầu cũng được quan tâm.

Để khắc phục những vấn đề này, màng lắng đọng hơi trong suốt thu được bằng cách tạo thành màng mỏng gốm trên chất nền làm bằng vật liệu polyme trong suốt bằng phương pháp chẳng hạn như phương pháp lắng đọng hơi chân không đã được đề xuất gần đây.

Là vật liệu cho màng mỏng gốm này, silic oxit chẳng hạn như silic monoxit và nhôm oxit (sau đây được gọi là Al_2O_3) thường được sử dụng. Tuy nhiên, silic oxit thể hiện đặc tính ngăn khí thuận lợi có màu nâu nhạt, và không đủ để làm màng ngăn khí trong suốt. Hơn nữa, nhiệt độ bay hơi của vật liệu thô Al_2O_3 cao, do đó tốc độ bay hơi trong quá trình lắng đọng hơi trở nên thấp. Do đó, để kết dính độ dày màng mỏng đủ để cung cấp đặc tính ngăn khí cần thiết, thời gian tạo thành màng mỏng trở nên dài, và hiệu quả sản xuất trở nên thấp, do đó làm tăng chi phí.

Để giải quyết những vấn đề này, trong Tài liệu sáng chế 1, Al_2O_3 và silic

oxit được trộn lẫn để tạo thành màng mỏng oxit phức hợp, theo đó màng có độ trong suốt vượt trội có thể được tạo thành trong thời gian tạo thành màng mỏng tương đối ngắn.

Tuy nhiên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng màng ngăn khí được tạo thành bằng phương pháp này có vấn đề là lớp màng mỏng vô cơ bị hòa tan khi được ngâm vào dung dịch axit.

Các tài liệu ưu tiên

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-A-7-242760

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề cập đến tấm mỏng có khả năng chịu axit và đặc tính ngăn khí vượt trội, và có thể được sử dụng cho túi đóng gói thực phẩm có tính axit hoặc để đóng gói các linh kiện điện tử yêu cầu đối với axit và các loại tương tự.

Cách thức giải quyết vấn đề

Là kết quả của quá trình nghiên cứu sâu rộng liên quan đến các vấn đề của kỹ thuật thông thường này, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng bằng cách điều chỉnh các điều kiện lắng đọng hơi bao gồm tỷ lệ gia nhiệt của các vật liệu lắng đọng hơi và phương pháp lắng đọng hơi, có thể tạo thành tấm mỏng có khả năng chịu axit cao, đặc tính ngăn khí cao, và trong suốt.

Là kết quả của quá trình nghiên cứu sâu rộng, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các vấn đề được mô tả ở trên có thể được giải quyết bằng các biện pháp được mô tả bên dưới, từ đó đạt được sáng chế. Nghĩa là, sáng chế bao gồm các cấu hình sau:

1. Khối nhiều lớp ngăn khí, bao gồm chất nền polyme và lớp màng mỏng vô cơ được cán mỏng lên ít nhất một bề mặt của chất nền polyme,

trong đó lớp màng mỏng vô cơ chứa chủ yếu Al và Si, và tỷ lệ hàm lượng Al trong lớp màng mỏng vô cơ giữa thời điểm trước và sau khi xử lý ngâm tẩm mỏng vào dung dịch axit clohydric có nước có nồng độ 1 mol/L trong một giờ, thỏa mãn Công thức 1 sau:

$$(\text{Hàm lượng Al sau khi xử lý})/(\text{Hàm lượng Al trước khi xử lý}) \times 100 \geq 75$$

... (Công thức 1).

2. Khối nhiều lớp ngăn khí theo điểm 1 ở trên, trong đó lớp màng mỏng vô cơ này là lớp màng mỏng lắng đọng hơi được làm bằng oxit hỗn hợp chứa Al và Si.

Hiệu quả của sáng chế

Trong sáng chế, bằng cách điều chỉnh các điều kiện lắng đọng hơi bao gồm tỷ lệ lượng gia nhiệt của Al và SiO₂ và phương pháp lắng đọng hơi, có thể cung cấp tấm mỏng có khả năng chịu axit, đặc tính ngăn khí, và độ trong suốt vượt trội.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig. 1 là hình vẽ minh họa thiết bị lắng đọng hơi chân không được sử dụng để sản xuất trong các Ví dụ 1 và Ví dụ 2 của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết bên dưới.

Khối nhiều lớp ngăn khí theo sáng chế là khối nhiều lớp ngăn khí, trong đó lớp màng mỏng vô cơ được cán mỏng lên ít nhất một trong số các bề mặt của chất nền polyme, trong đó lớp màng mỏng vô cơ chứa chủ yếu Al và Si, và tỷ lệ hàm lượng Al trong lớp màng mỏng vô cơ giữa thời điểm trước và sau khi xử lý ngâm tẩm mỏng vào dung dịch axit clohydric có nước có nồng độ 1 mol/L trong một giờ thỏa mãn Công thức 1 sau:

$$(\text{Hàm lượng Al sau khi xử lý})/(\text{Hàm lượng Al trước khi xử lý}) \times 100 \geq 75$$

••• (Công thức 1).

Tốt hơn là, hệ thức $(\text{Hàm lượng Al sau khi xử lý})/(\text{Hàm lượng Al trước khi xử lý}) \times 100 \geq 80$ được thỏa mãn.

Tốt hơn là lớp màng mỏng vô cơ này là lớp màng mỏng lắng đọng hơi được làm bằng oxit hỗn hợp chứa Al và Si.

Được cho rằng, bằng cách ngâm lớp màng mỏng vô cơ vào dung dịch axit clohydric có nước, các chất vô cơ được hòa tan vào axit. Nghĩa là, Công thức 1 đại diện cho sức bền của lớp màng mỏng vô cơ đối với axit. Được biết rằng Al thể hiện khả năng chịu axit bằng cách tạo thành màng phủ oxit trên bề mặt của Al. Tuy nhiên, trong trường hợp tạo thành màng mỏng của hợp chất hỗn

hợp với silic oxit, phản ứng của Al với oxy bị ngăn cản bởi silic oxit, do đó đôi khi màng phủ oxit không thể được tạo thành một cách thành công. Kết quả là, Al được tiếp xúc và do đó có khả năng bị hòa tan vào axit, do đó khả năng chịu axit được coi là bị suy giảm. Như được mô tả ở trên, trong trường hợp khả năng chịu axit bị suy giảm, không thể thỏa mãn Công thức 1.

Là đặc tính ngăn khí của tấm mỏng theo sáng chế, lượng thấm oxy trong môi trường ở nhiệt độ 23°C và độ ẩm tương đối 65% RH tốt hơn là từ 1,0 ml/m²/24H/MPa đến 100 ml/m²/24H/MPa. Ít được ưu tiên hơn nếu đặc tính ngăn khí lớn hơn 100 ml/m²/24H/MPa bởi vì tấm mỏng như vậy khó sử dụng cho thực phẩm, dược phẩm, sản phẩm công nghiệp và các sản phẩm tương tự. Hơn nữa, mặc dù đặc tính ngăn khí càng thấp càng tốt, giới hạn dưới của đặc tính ngăn trong cấu hình hiện tại là 1,0 ml/m²/24H/MPa theo trình độ kỹ thuật hiện tại, và thậm chí cả đặc tính ngăn khí ở 1,0 ml/m²/24H/MPa trên thực tế là đủ. Khoảng ưu tiên hơn của chúng là từ 1,0 ml/m²/24H/MPa đến 70 ml/m²/24H/MPa, và khoảng đặc biệt ưu tiên hơn là từ 1,0 ml/m²/24H/MPa đến 30 ml/m²/24H/MPa.

Sau đây, các vật liệu để hợp thành tấm mỏng theo sáng chế và phương pháp sản xuất chúng sẽ được mô tả.

Chất nền polyme theo sáng chế là chất nền dạng màng thu được bằng cách đun nóng chảy polyme hữu cơ, kéo căng polyme hữu cơ theo hướng dọc và/hoặc hướng ngang khi cần, và làm mát và nhiệt rắn polyme hữu cơ. Là

polyme hữu cơ, polyetylen, polypropylen, polyetylen terephtalat, polybutylen terephtalat, polyetylen-2,6-naphtalat, nylon 6, nylon 4, nylon 66, nylon 12, polyvinyl clorua, polyvinyliden clorua, rượu polyvinyl, polyamit thơm hoàn toàn, polyamit imit, polyimit, polyete imit, polysulfon, polyphenylen sulfua, polyphenylen oxit, và các polyme hữu cơ tương tự có thể được lấy làm ví dụ. Trong số các polyme hữu cơ nêu trên, do sự co nhiệt thấp và khả năng giãn nở hấp thụ độ ẩm thấp, polyetylen terephtalat được ưu tiên. Ngoài ra, các loại polyme hữu cơ này có thể được tạo thành chất đồng trùng hợp hoặc pha trộn với một lượng nhỏ loại polyme hữu cơ khác.

Hơn nữa, có thể bổ sung vào polyme hữu cơ này các chất phụ gia đã được biết đến rộng rãi, chẳng hạn như chất hấp thụ tia cực tím, tác nhân khử tĩnh điện, chất làm dẻo, chất bôi trơn và chất tạo màu, và sau đó, độ trong suốt của polyme hữu cơ không bị giới hạn cụ thể, nhưng nếu polyme hữu cơ được sử dụng làm màng ngăn khí trong suốt, tổng độ truyền ánh sáng trong tấm mỏng là 50% hoặc lớn hơn, tốt hơn là 70% hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là 85% hoặc lớn hơn.

Là chất nền polyme theo sáng chế, màng có thể được xử lý phóng điện corona, xử lý phóng điện phát sáng hoặc xử lý làm nhám bề mặt khác, và cũng có thể được xử lý bằng lớp phủ neo, hoặc có thể được in hoặc trang trí trước khi cán mỏng lớp màng mỏng trên đó, miễn là không làm mất đi đối tượng của sáng chế.

Chất nền polyme theo sáng chế có độ dày tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 μm đến 200 μm , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 8 μm đến 50 μm , và đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 μm đến 30 μm .

Hơn nữa, lớp chất nền theo sáng chế có thể là màng nhiều lớp gồm hai lớp hoặc nhiều hơn. Trong trường hợp áp dụng làm màng nhiều lớp, loại, số lớp cán mỏng, phương pháp cán mỏng và tương tự của tấm mỏng không bị giới hạn cụ thể, và có thể được lựa chọn tùy ý từ các phương pháp đã được biết đến rộng rãi theo mục đích.

Lớp màng mỏng vô cơ theo sáng chế chứa Al và Si dưới dạng các nguyên tố, và tỷ lệ của Al và Si thay đổi theo các điều kiện tạo thành. Trong các thành phần này, có thể chứa một lượng không đáng kể (3% hoặc nhỏ hơn so với tổng các thành phần) của thành phần khác ở mức độ không làm mất đi các đặc tính. Độ dày màng mỏng vô cơ tốt hơn là từ 5 nm đến 100 nm, và tốt hơn nữa là từ 7 nm đến 40 nm, khi xét đến đặc tính ngăn khí và độ linh hoạt.

Phương pháp lắng đọng hơi chân không được áp dụng để tạo thành lớp màng mỏng vô cơ. Theo sáng chế, Al và SiO_2 được sử dụng làm nguồn vật liệu lắng đọng hơi, và bên cạnh Al và SiO_2 , silic monoxit (SiO), nhôm oxit (Al_2O_3) và các loại tương tự cũng có thể được trộn lẫn. Al cũng có thể được biến đổi thành oxit chẳng hạn như AlO và Al_2O_3 bằng quá trình oxy hóa. SiO_2 có thể được biến đổi thành silic hoặc silic oxit chẳng hạn như SiO hoặc Si bằng quá trình khử.

Hơn nữa, các hạt tương ứng được yêu cầu có kích thước phù hợp để không làm thay đổi áp suất trong quá trình lắng đọng hơi. Phạm vi kích thước hạt tốt hơn là từ 3 mm đến 20 mm, và tốt hơn nữa là từ 3 mm đến 10 mm. Nếu đường kính hạt quá lớn, quá trình bay hơi sẽ mất thời gian kể từ khi bắt đầu áp dụng nhiệt, do đó sự thay đổi áp suất trở nên lớn hơn. Mặt khác, nếu đường kính hạt quá nhỏ sẽ gây ra hiện tượng sôi nổ, và các hạt được gắn vào màng, do đó có thể gây ra sự suy giảm chất lượng bề ngoài, hoặc có thể tạo ra các vết nứt cho màng mỏng.

Các vật liệu lắng đọng hơi tương ứng được phân vùng bởi nồi nung trong lò. Do Al có độ dẫn nhiệt cao, nhiệt dẫn giữa các hạt Al nhanh hơn nhiệt độ của các hạt Al đạt đến nhiệt độ bay hơi, theo đó nhiệt độ được tăng lên đến nhiệt độ bay hơi sau khi hóa lỏng tất cả các hạt Al. Do đó, nếu các vật liệu được phân chia chỉ bằng tấm vách ngăn, Al lỏng có thể chảy qua khe hở hoặc tương tự. Bằng cách phân vùng các vật liệu bằng nồi nung, không chỉ có thể làm giảm sự phân tán nhiệt để tăng hiệu suất nhiệt, mà còn ngăn cản dòng chảy của Al lỏng. Loại nồi nung không bị giới hạn cụ thể, nhưng ví dụ, nồi nung được làm chủ yếu bằng Al_2O_3 được ưu tiên hơn, và nồi nung được làm chủ yếu bằng Al_2O_3 và có các lỗ được ưu tiên hơn nữa, khi xét đến khả năng chịu nhiệt và sự cách nhiệt.

Tỷ lệ khối lượng giữa nguyên tử Al : nguyên tử Si tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 : 90 đến 50 : 50, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 : 80 đến 40 : 60. Nếu tỷ lệ Al quá thấp, đặc tính ngăn khí không được thể hiện, và tỷ lệ Al

quá cao, màng mỏng có khả năng bị nhuộm màu, do đó ứng dụng làm màng ngăn khí trong suốt bị hạn chế.

Là phương pháp gia nhiệt, phương pháp gia nhiệt bằng súng điện tử được ưu tiên hơn, bởi vì nó có ưu điểm là sự thay đổi lượng gia nhiệt phản ứng nhanh với sự thay đổi của quá trình quét và giá trị cường độ dòng điện, nhưng phương pháp gia nhiệt không giới hạn ở phương pháp này, và gia nhiệt bằng điện trở, gia nhiệt cảm ứng cao tần, gia nhiệt bằng laze và những phương pháp tương tự cũng có thể được áp dụng. Hơn nữa, khí phản ứng có thể được đưa vào thiết bị tạo thành màng mỏng. Trong trường hợp này, khí phản ứng được đưa vào tốt hơn là được biến đổi thành plasma. Là khí phản ứng, khí oxy được sử dụng, và bên cạnh khí oxy, nitơ, hydro, hơi nước hoặc tương tự có thể được đưa vào, và các biện pháp chẳng hạn như bổ sung ozon và hỗ trợ ion cũng có thể được áp dụng thêm vào đó.

Giá đỡ dẫn khí oxy không bị giới hạn cụ thể, bởi vì nó được thay đổi theo lượng bay hơi của vật liệu lắng đọng hơi, nhưng tốt hơn là điều chỉnh sao cho áp suất trong buồng chân không 1 trong quá trình tạo thành màng mỏng có thể là $5,0 \times 10^{-1}$ Pa hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa, áp suất có thể là $1,0 \times 10^{-1}$ Pa hoặc nhỏ hơn.

Dòng phát xạ của súng điện tử tốt hơn là từ 0,3 A đến 1,5 A, và tốt hơn nữa là từ 0,3 A đến 1,0 A, và tốt hơn nữa là từ 0,3 A đến 0,8 A. Nếu dòng phát xạ thấp hơn 0,3 A, không thể đạt được đủ tốc độ bay hơi, do đó làm giảm năng suất.

Mặt khác, nếu dòng phát xạ quá cao, sự phân hủy silic oxit trở nên lớn, do đó kiểm soát áp suất trở nên khó khăn.

Súng điện tử có thể gia nhiệt các vật liệu tương ứng theo sự phân chia thời gian. Trong tỷ lệ gia nhiệt theo sự phân chia thời gian, nếu tỷ lệ thời gian lượng gia nhiệt của Al được biểu thị là a , và tỷ lệ thời gian lượng gia nhiệt của SiO_2 được biểu thị là b , tốt hơn là hệ thức $a < b$ và $2a > b$ được thỏa mãn. Tốt hơn nữa, hệ thức $a < b$ và $1,5a \geq b$ được thỏa mãn. Nếu quá trình lắng đọng hơi được thực hiện trong điều kiện $a > b$, màng mỏng có khả năng bị nhuộm màu, nhưng trong điều kiện $2a < b$, lượng SiO_2 bay hơi trở nên quá mức, và do đó các hạt lắng đọng hơi được coi là ức chế phản ứng giữa Al và khí oxy.

Fig. 1 minh họa thiết bị lắng đọng hơi chân không theo sáng chế. Trong buồng chân không 1, phần tháo cuộn 3 và phần cuộn 4 được bố trí thông qua trống làm mát 2 và các con lăn dẫn hướng 5. Hai con lăn dẫn hướng được minh họa, nhưng số lượng con lăn dẫn hướng không bị giới hạn ở đây.

Khí phản ứng được đưa vào buồng chân không 1 sử dụng ống dẫn 11. Hình dạng của ống dẫn và vị trí đưa khí vào của ống dẫn không bị giới hạn cụ thể, nhưng xét đến khả năng phản ứng, tốt hơn là bố trí ống dẫn sao cho khí có thể được cung cấp giữa nồi nung 9 trong đó vật liệu lắng đọng hơi được bố trí và trống làm mát 2 mà chất nền chạy trên đó, như được thể hiện bởi hướng dẫn khí phản ứng 12. Hơn nữa, ống dẫn 11 tốt hơn là được phủ bởi tấm ngăn dính kèm 13 để vật liệu lắng đọng hơi có thể không được gắn vào đó.

Theo sáng chế, màng mỏng chỉ có thể được tạo thành trên một trong các bề mặt của màng chất dẻo, nhưng có thể được tạo thành trên cả hai bề mặt. Hơn nữa, các điều kiện tạo thành có thể được thay đổi bằng cách thêm độ lệch cho chất nền hoặc tương tự, miễn là không làm mất đi đối tượng của sáng chế.

Khối nhiều lớp ngăn khí theo sáng chế có thể được sử dụng nguyên trạng, và cũng có thể được sử dụng sau khi được cán mỏng hoặc phủ bằng màng hoặc lớp mỏng polyme hữu cơ khác.

Ví dụ, trong trường hợp sử dụng khối nhiều lớp ngăn khí theo sáng chế để đóng gói, nó có thể được cán mỏng với các loại màng hoặc giấy khác nhau tùy thuộc vào các đặc tính cần thiết đối với phần được chứa bên trong được đóng gói, và như một cấu hình tấm mỏng đại diện của chúng, có thể xem xét màng ngăn khí (trên PET)/PE, màng ngăn khí (trên PET)/CPP, NY/màng ngăn khí (trên PET)/PE, màng ngăn khí (trên NY)/PE và tương tự. Phương pháp cán mỏng của chúng không bị giới hạn cụ thể, nhưng phương pháp cán khô, phương pháp cán đùn và phương pháp tương tự được ưu tiên hơn. Hơn nữa, trang trí và in để mô tả phần được chứa bên trong có thể được bổ sung vào đó, hoặc màng thiết kế, vật liệu gia cố và tương tự có thể được dính vào đó.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả cụ thể bên dưới bằng các ví dụ, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

Sau đây, các phép đo và quy trình vận hành được thực hiện trong các ví

dự sẽ được mô tả.

1) Tính độ dày màng mỏng và tỷ lệ Al và Si

Độ dày màng mỏng và tỷ lệ Al và Si được đo bằng cách sử dụng quang phổ kế huỳnh quang tia X (System 3270 do Rigaku Corporation sản xuất). Tia X được tạo ra bởi bóng đèn rodi ở 50 kV và 50 mA, và màng mỏng hỗn hợp của $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ được định lượng bằng cách sử dụng đường chuẩn được tạo thành dựa trên các mẫu có tỷ lệ thành phần khác nhau.

2) Độ thấm oxy

Độ thấm oxy của màng ngăn khí tạo thành được đo bằng thiết bị đo độ thấm oxy (OX-TRAN100 do ModernControls, Inc. sản xuất) trong điều kiện 23°C và 65% R.H.

4) Độ truyền ánh sáng

Tổng độ truyền ánh sáng được đo bằng máy đo độ đục (máy đo độ đục do NIPPON DENSHOKU INDUSTRIES CO., LTD sản xuất, NDH5000).

5) Khả năng chịu axit

Mẫu được cắt thành hình vuông có kích thước 50 mm × 50 mm được ngâm vào dung dịch axit clohydric có nước được chuẩn bị ở nồng độ 1 mol/L sao cho lớp màng mỏng vô cơ có thể nằm trên phía bề mặt chất lỏng, và được phép đứng yên trong một giờ. Sau đó, mẫu này được ngâm trong nước cất trong 30 phút, rửa bằng nước và làm khô bằng không khí, và cường độ cực đại của Al sau đó được đo bằng quang phổ kế huỳnh quang tia X để tính sự thay đổi của tỷ

lệ hàm lượng Al giữa thời điểm trước và sau khi ngâm. Công thức tính được xác định là $(\text{Hàm lượng Al sau khi ngâm})/(\text{Hàm lượng Al trước khi ngâm}) \times 100$.

Ví dụ 1

Màng mỏng oxit hỗn hợp được tạo thành trên màng PET (TOYOBO CO., LTD.:E5100) có độ dày 12 μm bằng thiết bị lắng đọng hơi chân không được thể hiện trong Fig. 1, sử dụng Al dạng hạt (độ tinh khiết: 99,9%) khoảng 7 mm đến khoảng 9 mm và SiO_2 (độ tinh khiết: 99,9%) khoảng 4mm đến khoảng 7 mm làm nguồn lắng đọng hơi. Hai loại vật liệu lắng đọng hơi được mô tả ở trên không được trộn lẫn mà được phân vùng bằng cách đặt Al vào nồi nung làm bằng Al_2O_3 và có các lỗ và đặt SiO_2 xung quanh nồi nung trong lò. Một súng điện tử được sử dụng làm nguồn nhiệt để gia nhiệt từng Al và SiO_2 theo sự phân chia thời gian. Công suất của chùm tia điện tử là 0,7 A, tỷ lệ gia nhiệt (tỷ lệ thời gian) của Al và SiO_2 là 40 : 60, và tốc độ nạp màng là 200 m/phút, từ đó tạo thành màng mỏng hỗn hợp có độ dày 19,1 nm. Tốc độ dòng của khí oxy là 100 sccm, và áp suất trong quá trình lắng đọng hơi là $9,4 \times 10^{-2}$ Pa. Hơn nữa, nhiệt độ của con lăn phủ dùng để làm mát màng trong quá trình lắng đọng hơi được điều chỉnh ở -10°C , do đó thu được tấm mỏng theo sáng chế. Các điều kiện tạo thành màng mỏng này sẽ được thể hiện trong Bảng 1.

Độ dày màng mỏng và tỷ lệ Al và Si của tấm mỏng thu được như vậy được đo bằng quang phổ kế huỳnh quang tia X, độ thấm oxy được đo dưới dạng đặc tính ngăn khí, và độ truyền ánh sáng được đo dưới dạng đặc tính quang học

bằng cách sử dụng tấm mỏng được sản xuất. Hơn thế nữa, khả năng chịu axit cũng được đánh giá.

Ví dụ 2

Màng mỏng oxit hỗn hợp được tạo thành trên màng PET (TOYOBO CO., LTD.:E5100) có độ dày 12 μm bằng thiết bị lắng đọng hơi chân không được thể hiện trong Fig. 1, sử dụng Al dạng hạt (độ tinh khiết: 99,9%) khoảng 7 mm đến khoảng 9 mm và SiO_2 (độ tinh khiết: 99,9%) khoảng 4 mm đến khoảng 7 mm làm nguồn lắng đọng hơi. Hai loại vật liệu lắng đọng hơi được mô tả ở trên không được trộn lẫn mà được phân vùng bằng cách đặt Al vào nồi nung làm bằng Al_2O_3 và có các lỗ và đặt SiO_2 xung quanh nồi nung trong lò. Một súng điện tử được sử dụng làm nguồn nhiệt để gia nhiệt từng Al và SiO_2 theo sự phân chia thời gian. Công suất của chùm tia điện tử là 0,6 A, tỷ lệ gia nhiệt (tỷ lệ thời gian) của Al và SiO_2 là 49 : 51, và tốc độ nạp màng là 100 m/phút, từ đó tạo thành màng mỏng hỗn hợp có độ dày 36,4 nm. Tốc độ dòng của khí oxy là 100 sccm, và áp suất trong quá trình lắng đọng hơi là $6,5 \times 10^{-2}$ Pa. Hơn nữa, nhiệt độ của con lăn phủ để làm mát màng trong quá trình lắng đọng hơi được điều chỉnh ở -10°C , do đó thu được tấm mỏng theo sáng chế. Các điều kiện tạo thành màng mỏng này sẽ được thể hiện trong Bảng 1.

Độ dày màng mỏng và tỷ lệ Al và Si của tấm mỏng thu được như vậy được đo bằng quang phổ kế huỳnh quang tia X, độ thấm oxy được đo dưới dạng đặc tính ngăn khí, và độ truyền ánh sáng được đo dưới dạng đặc tính quang học

bằng cách sử dụng tấm mỏng được sản xuất. Hơn nữa, khả năng chịu axit cũng được đánh giá.

Ví dụ so sánh 1

Màng mỏng oxit hỗn hợp được tạo thành trên màng PET (TOYOBO CO., LTD.:E5100) có độ dày 12 μm bằng thiết bị lắng đọng hơi chân không được thể hiện trong Fig. 1, sử dụng Al dạng hạt (độ tinh khiết: 99,9%) khoảng 7 mm đến khoảng 9 mm và SiO_2 (độ tinh khiết: 99,9%) khoảng 4 mm đến khoảng 7 mm làm nguồn lắng đọng hơi. Hai loại vật liệu lắng đọng hơi được mô tả ở trên không được trộn lẫn mà được phân vùng bằng cách đặt Al vào nồi nung làm bằng Al_2O_3 và có các lỗ và đặt SiO_2 xung quanh nồi nung trong lò. Một súng điện tử được sử dụng làm nguồn nhiệt để gia nhiệt từng Al và SiO_2 theo sự phân chia thời gian. Công suất của chùm tia điện tử là 0,5 A, tỷ lệ gia nhiệt (tỷ lệ thời gian) của Al và SiO_2 là 53 : 47, và tốc độ nạp màng là 50 m/phút, do đó tạo thành màng mỏng hỗn hợp có độ dày 54,5 nm. Tốc độ dòng của khí oxy là 150 sccm, và áp suất trong quá trình lắng đọng hơi là $8,5 \times 10^{-2}$ Pa. Hơn nữa, nhiệt độ của con lăn phủ để làm mát màng trong quá trình lắng đọng hơi được điều chỉnh ở -10°C , do đó thu được tấm mỏng theo sáng chế. Các điều kiện tạo thành màng mỏng này sẽ được thể hiện trong Bảng 1.

Độ dày màng mỏng và tỷ lệ Al và Si của tấm mỏng thu được như vậy được đo bằng quang phổ kế huỳnh quang tia X, độ thấm oxy được đo dưới dạng đặc tính ngăn khí, và độ truyền ánh sáng được đo dưới dạng đặc tính quang học

bằng cách sử dụng tấm mỏng được sản xuất. Hơn nữa, khả năng chịu axit cũng được đánh giá.

Ví dụ so sánh 2

Màng mỏng oxit hỗn hợp được tạo thành trên màng PET (TOYOBO CO., LTD.:E5100) có độ dày 12 μm bằng thiết bị lắng đọng hơi chân không được thể hiện trong Fig. 1, sử dụng Al dạng hạt (độ tinh khiết: 99,9%) khoảng 7 mm đến khoảng 9 mm và SiO_2 (độ tinh khiết: 99,9%) khoảng 4 mm đến khoảng 7 mm làm nguồn lắng đọng hơi. Hai loại vật liệu lắng đọng hơi được mô tả ở trên không được trộn lẫn mà được phân vùng bằng cách đặt Al vào nồi nung làm bằng Al_2O_3 và có các lỗ và đặt SiO_2 xung quanh nồi nung trong lò. Một súng điện tử được sử dụng làm nguồn nhiệt để gia nhiệt từng Al và SiO_2 theo sự phân chia thời gian. Công suất của chùm tia điện tử là 0,4 A, tỷ lệ gia nhiệt (tỷ lệ thời gian) của Al và SiO_2 là 60 : 40, và tốc độ nạp màng là 200 m/phút, do đó tạo thành màng mỏng hỗn hợp có độ dày 18,9 nm. Khí oxy không được đưa vào. Hơn nữa, nhiệt độ của con lăn phủ để làm mát màng trong quá trình lắng đọng hơi được điều chỉnh ở -10°C , do đó thu được tấm mỏng theo sáng chế. Các điều kiện tạo thành màng mỏng này sẽ được thể hiện trong Bảng 1.

Độ dày màng mỏng và tỷ lệ Al và Si của tấm mỏng thu được như vậy được đo bằng quang phổ kế huỳnh quang tia X, độ thấm oxy được đo dưới dạng đặc tính ngăn khí, và độ truyền ánh sáng được đo dưới dạng đặc tính quang học bằng cách sử dụng tấm mỏng được sản xuất. Hơn nữa, khả năng chịu axit cũng

được đánh giá.

Bảng 1

	Tốc độ tạo thành màng mỏng (m/phút)	Giá trị cường độ dòng điện (A)	Tốc độ dòng oxy (sccm)	Áp suất (Pa)	Tỷ lệ gia nhiệt	
					a	b
Ví dụ 1	200	0,7	100	0,094	40	60
Ví dụ 2	100	0,6	100	0,065	49	51
Ví dụ so sánh 1	50	0,5	150	0,085	53	47
Ví dụ so sánh 2	200	0,4	0	0,001	60	40

Bảng 2

	Tỷ lệ thành phần		Độ dày màng mỏng (nm)	Tỷ lệ hàm lượng Al giữa thời điểm trước và sau khi xử lý (%)	Độ thấm oxy (ml/m ² /24H/MPa)	Tổng độ truyền ánh sáng (%)
	% khối lượng của Al	% khối lượng của Si				
Ví dụ 1	25	75	19,1	85,8	17,5	88
Ví dụ 2	47	53	36,4	77,7	31,2	84
Ví dụ so sánh 1	56	44	54,5	32,4	20,4	78
Ví dụ so sánh 2	76	24	18,9	0,0	20,5	39

Từ Bảng 2 cho thấy, mỗi tấm mỏng thu được trong các Ví dụ 1 đến Ví dụ 2 có tỷ lệ hàm lượng Al sau khi ngâm axit là 75 % hoặc lớn hơn, và thể hiện khả năng chịu axit. Hơn nữa, độ thấm oxy và tổng độ truyền ánh sáng của từng tấm mỏng thu được trong các Ví dụ 1 đến Ví dụ 2 cũng đủ làm hiệu suất của màng ngăn khí trong suốt. Mặt khác, tấm mỏng thu được trong Ví dụ so sánh 1 có tỷ lệ gia nhiệt (tỷ lệ thời gian) giữa Al và SiO₂ thỏa mãn $a > b$, theo đó tỷ lệ hàm

lượng Al sau khi xử lý bằng dung dịch axit clohydric có nước giảm. Tấm mỏng thu được trong Ví dụ so sánh 2 không chứa Al sau khi xử lý bằng dung dịch axit clohydric có nước, bởi vì khí oxy không được đưa vào trong đó, do đó tổng độ truyền ánh sáng cũng thấp.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Sáng chế cho phép sản xuất khối nhiều lớp ngăn khí có đặc tính ngăn khí, khả năng chịu axit và độ trong suốt vượt trội ở tốc độ cao, và khối nhiều lớp ngăn khí này có thể được sử dụng thuận lợi làm màng đóng gói được sử dụng trong lĩnh vực đóng gói cho thực phẩm, dược phẩm, linh kiện điện tử chính xác và các sản phẩm tương tự, và đặc biệt là làm lớp bảo vệ được áp dụng để loại bỏ axit.

Mô tả các ký hiệu tham chiếu

- 1 Buồng chân không
- 2 Trống làm mát
- 3 Phần tháo cuộn
- 4 Phần cuộn
- 5 Con lăn dẫn hướng
- 6 Màng nền
- 7 Tấm mỏng lớp màng mỏng vô cơ
- 8 Súng điện tử
- 9 Nồi nung

- 10 Bơm chân không
- 11 Ống dẫn khí phản ứng
- 12 Hướng dẫn khí phản ứng
- 13 Tấm ngăn dính kèm

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Khối nhiều lớp ngăn khí, bao gồm chất nền polyme và lớp màng mỏng vô cơ được cán mỏng lên ít nhất một bề mặt của chất nền polyme,

trong đó lớp màng mỏng vô cơ chứa chủ yếu Al và Si, và tỷ lệ hàm lượng Al trong lớp màng mỏng vô cơ giữa thời điểm trước và sau khi xử lý ngâm tấm mỏng vào dung dịch axit clohydric có nước có nồng độ 1 mol/L trong một giờ, thỏa mãn Công thức 1 sau:

$$(\text{Hàm lượng Al sau khi xử lý})/(\text{Hàm lượng Al trước khi xử lý}) \times 100 \geq 75$$

... (Công thức 1),

trong đó lượng thấm oxy của khối nhiều lớp ngăn khí trong môi trường ở nhiệt độ 23°C và độ ẩm tương đối 65% RH là từ 1,0 ml/m²/24H/MPa đến 100 ml/m²/24H/MPa.

2. Khối nhiều lớp ngăn khí theo điểm 1, trong đó lớp màng mỏng vô cơ này là lớp màng mỏng lắng đọng hơi được làm bằng oxit hỗn hợp chứa Al và Si.

Fig.1

