



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0053875

(51)^{2020.01} C23C 14/08; C23C 14/30; C23C 14/24; (13) B
B32B 9/00

(21) 1-2020-01300	(22) 26/07/2018
(86) PCT/JP2018/028076 26/07/2018	(87) WO/2019/031262 14/02/2019
(30) 2017-155060 10/08/2017 JP	
(45) 25/11/2025 452	(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, Yukihiro (JP); ISEKI, Kiyoshi (JP).	
(74) Công ty Cổ phần Hỗ trợ phát triển công nghệ Detech (DETECH)	

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT MÀNG NGĂN KHÍ

(21) 1-2020-01300

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất cho phép sản xuất màng ngăn khí có độ trong suốt và đặc tính ngăn khí vượt trội ở tốc độ cao. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí, màng ngăn khí có lớp màng mỏng vô cơ được cán mỏng lên ít nhất một trong các bề mặt của chất nền polyme, trong đó lớp màng mỏng vô cơ được tạo thành bằng phương pháp lắng đọng hơi chân không sử dụng Al và SiO₂ làm vật liệu lắng đọng hơi khi đưa khí oxy vào.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất màng ngăn khí trong suốt được sử dụng làm vật liệu đóng gói cho thực phẩm, dược phẩm, 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 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 với màng mỏng silic oxit, nhôm oxit hoặc màng mỏng 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 bằng 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 ảnh hưởng đến môi trường toàn cầu cũng được quan tâm.

Để khắc phục các 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.

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 vấn đề này, Tài liệu sáng chế 1 đề xuất phương pháp cung cấp về cơ bản màng mỏng Al_2O_3 lên màng nền, bằng cách sử dụng Al làm vật

liệu lắng đọng hơi và đưa khí oxy vào thiết bị lắng đọng hơi để khí oxy phản ứng với Al.

Tuy nhiên, kỹ thuật này đã có vấn đề là do màng mỏng Al_2O_3 giòn, nên khi được sử dụng để đóng gói sẽ tạo ra các vết nứt do bị uốn cong hoặc tương tự, theo đó đặc tính ngăn khí suy giảm.

Để giải quyết vấn đề này, theo Tài liệu sáng chế 2, phương pháp tạo thành màng có khả năng chống uốn cong vượt trội, bằng cách trộn Al_2O_3 với silic oxit để tạo thành màng mỏng oxit phức hợp đã được phát triển.

Các tài liệu ưu tiên

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-A-2001-6442

Tài liệu sáng chế 2: JP-A-H7-242760

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Tài liệu sáng chế 2 đề xuất phương pháp tạo thành màng mỏng oxit phức hợp bằng cách phân vùng Al và silic dioxit (sau đây được gọi là SiO_2), là các vật liệu lắng đọng hơi, thành hai tầng tấm cacbon, và gia nhiệt từng vật liệu này theo sự phân chia thời gian. Tuy nhiên, trong quá trình tiến hành nghiên cứu, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra vấn đề là hiệu suất nhiệt bị giảm và tốc độ tạo thành màng mỏng không tăng lên bằng phương pháp này.

Mục đích của sáng chế là cung cấp phương pháp sản xuất cho phép sản

xuất màng ngăn khí có độ trong suốt và đặc tính ngăn khí vượt trội ở tốc độ cao.

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 đạt được sáng chế. Đó là, trong phương pháp sản xuất màng ngăn khí trong suốt sử dụng Al và SiO₂ làm vật liệu lắng đọng hơi, bằng cách đưa khí oxy vào và đặt Al trong nồi nung có độ dẫn nhiệt thấp để phân vùng các vật liệu lắng đọng hơi tương ứng, sự phân tán nhiệt có thể giảm, theo đó các vật liệu lắng đọng hơi có thể được gia nhiệt hiệu quả. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng hiệu suất nhiệt có thể được tăng lên và kết quả là tốc độ tạo thành màng mỏng có thể được cải thiện.

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 sau, từ đó đạt được sáng chế. Nghĩa là, sáng chế bao gồm các cấu hình sau:

1. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí, màng ngăn khí này có lớp màng mỏng vô cơ được cán mỏng lên ít nhất một trong các bề mặt của chất nền polyme, trong đó lớp màng mỏng vô cơ này được tạo thành bằng phương pháp lắng đọng hơi chân không sử dụng Al và SiO₂ làm vật liệu lắng đọng hơi trong khi đưa khí oxy vào.

2. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí theo mục 1, trong đó vật liệu lắng đọng hơi này được gia nhiệt bằng phương pháp gia nhiệt bằng súng điện tử trong phương pháp lắng đọng hơi chân không.

3. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí theo mục 1 hoặc 2, trong đó, trong phương pháp lắng đọng hơi chân không, thiết bị lắng đọng hơi chân không được sử dụng có lò và có nồi nung trong lò, các vật liệu lắng đọng hơi gồm Al và SiO₂ được phân vùng giữa bên trong và bên ngoài nồi nung, và các vật liệu lắng đọng hơi này được gia nhiệt riêng biệt để tạo thành lớp màng mỏng vô cơ.

4. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí theo mục 3, trong đó, trong phương pháp lắng đọng hơi chân không, nồi nung được làm chủ yếu bằng Al₂O₃.

5. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí theo mục bất kỳ trong số các mục từ 1 đến 4, trong đó, trong phương pháp lắng đọng hơi chân không, khí oxy được đưa vào qua ống dẫn.

6. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí theo mục 5, trong đó khí oxy được cung cấp giữa chất nền polyme và vật liệu lắng đọng hơi qua ống dẫn.

7. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí theo mục bất kỳ trong số các mục từ 1 đến 6, trong đó, trong phương pháp lắng đọng hơi chân không, các vật liệu lắng đọng hơi được gia nhiệt bằng phương pháp gia nhiệt bằng súng điện tử, và khi tỷ lệ thời gian gia nhiệt Al và SiO₂ theo sự phân chia thời gian được ký hiệu tương ứng là a và b, thỏa mãn hệ thức $a < b$ và $2a > b$.

Hiệu quả của sáng chế

Trong phương pháp sản xuất màng ngăn khí sử dụng Al và SiO₂ làm vật liệu lắng đọng hơi theo sáng chế, bằng cách đưa khí oxy vào và đặt Al trong nồi nung để phân vùng các vật liệu lắng đọng hơi tương ứng, sự phân tán nhiệt có

thể giảm, và các vật liệu lắng đọng hơi có thể được gia nhiệt hiệu quả, nhờ đó tốc độ tạo thành màng mỏng có thể được cải thiện. Nghĩa là, sáng chế có thể cung cấp phương pháp sản xuất để sản xuất màng ngăn khí ở tốc độ cao bằng cách sử dụng Al và SiO₂ làm vật liệu lắng đọng hơi. Ngoài ra, màng ngăn khí được tạo thành theo sáng chế có thể được cung cấp làm vật liệu đóng gói cho thực phẩm, dược phẩm, linh kiện điện tử và các sản phẩm tương tự.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig. 1 là hình vẽ thể hiện thiết bị lắng đọng hơi chân không được sử dụng trong các Ví dụ 1 và Ví dụ 2 của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

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, trong điều kiện 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 các chất phụ gia đã được biết đến rộng rãi vào polyme hữu cơ này, chẳng hạn như, ví dụ 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 polyme hữu cơ là 50% hoặc lớn hơn, và 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 biết rộng rãi theo

mục đích.

Lớp màng mỏng vô cơ theo sáng chế sử dụng Al và SiO₂ làm vật liệu lắng đọng hơi, và do đó chủ yếu chứa các nguyên tố Al, Si và O, và tỷ lệ các nguyên tố này thay đổi tùy theo điều kiện tạo thành. Ngoài ra, 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 không làm mất đi các đặc tính. Độ dày của lớp 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 SiO₂ được sử dụng làm nguồn vật liệu lắng đọng hơi, và bên cạnh Al và SiO₂, silic monoxit (SiO), nhôm oxit (Al₂O₃) và các loại tương tự có thể được trộn lẫn. Al cũng có thể được biến đổi thành oxit chẳng hạn như AlO và Al₂O₃ bằng quá trình oxy hóa. SiO₂ 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 bị 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 ức chế 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.

Tốc độ tạo thành màng mỏng trong quá trình lắng đọng hơi tốt hơn là 100 m/phút hoặc lớn hơn khi xét đến chi phí sản xuất. Hơn nữa, tốc độ bay hơi của vật liệu không bị giới hạn cụ thể, bởi vì nó cần được thay đổi theo tốc độ tạo thành màng mỏng, nhưng tốc độ bay hơi được tính bằng phương pháp tính được mô tả trong các ví dụ được mô tả bên dưới tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 $\mu\text{m}/\text{phút}/\text{A}$ đến 200 $\mu\text{m}/\text{phút}/\text{A}$, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15 $\mu\text{m}/\text{phút}/\text{A}$ đến 100 $\mu\text{m}/\text{phút}/\text{A}$, và đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 $\mu\text{m}/\text{phút}/\text{A}$ đến 80 $\mu\text{m}/\text{phút}/\text{A}$. Nếu tốc độ bay hơi quá thấp, không thể tăng tốc độ tạo thành màng mỏng, và nếu tốc độ bay hơi quá cao, việc kiểm soát áp suất trở nên khó khăn.

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 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.

Khi vật liệu lắng đọng hơi được gia nhiệt bằng phương pháp gia nhiệt bằng súng điện tử, nếu tỷ lệ thời gian gia nhiệt Al và SiO₂ theo sự phân chia thời gian được ký hiệu tương ứng là a và b, tốt hơn là thỏa mãn hệ thức $a < b$ và $2a > b$. Tốt hơn nữa, thỏa mãn hệ thức $a < b$ và $1,5a \geq b$. 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 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 của 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, tốt hơn là ống dẫn 11 được phủ bởi tấm ngăn dính kèm 13 để vật liệu lắng đọng hơi có thể không bị gắn vào đó.

Giá đỡ dẫn khí oxy vào 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 thấp hơn, và tốt hơn nữa, áp suất có thể là $1,0 \times 10^{-1}$ Pa hoặc thấp 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, có thể không 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.

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.

Màng ngăn khí được sản xuất bằng phương pháp sản xuất 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 màng ngăn khí được sản xuất bằng phương pháp sản xuất theo sáng chế để đóng gói, nó có thể được cán mỏng với các loại màng hoặc giấy khác nhau tùy thuộc vào 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 (mặt trên PET)/PE, màng ngăn khí (mặt trên PET)/CPP, NY/màng ngăn khí (mặt trên PET)/PE, màng ngăn khí (mặt 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 nữa, việc 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.

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. Đặc tính ngăn khí cao hơn 100 ml/m²/24H/MPa ít được ưu tiên hơn bởi vì khối nhiều lớp 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 thì càng tốt, giới hạn dưới của đặc tính ngăn trong cấu hình hiện tại là 1,0 ml/m²/24H/MPa ở cấp độ kỹ thuật hiện tại, và thậm chí đặc tính ngăn khí là 1,0 ml/m²/24H/MPa trên thực tế là đủ. Phạm vi ưu tiên hơn của chúng là từ 1,0 ml/m²/24H/MPa đến 70 ml/m²/24H/MPa, và phạm vi đặc biệt ưu tiên hơn là từ 1,0 ml/m²/24H/MPa đến 30 ml/m²/24H/MPa.

Ví dụ thực hiện sáng chế

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

Sau đây, các phép đo và quy trình vận hành được thực hiện trong các ví dụ 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 Al₂O₃/SiO₂ được định lượng bằng cách sử dụng đường chuẩn được tạo thành dựa trên các mẫu có tỷ lệ thành phần khác nhau.

2) Tính tốc độ bay hơi

Tốc độ bay hơi (sau đây được viết tắt là ES) thu được bằng cách sử dụng công thức sau.

$$\text{Tốc độ bay hơi: ES} = T / (0,15 / (LS/60)) \times 60 / 1000 / A$$

Ở đây, T biểu thị độ dày màng mỏng (nm), LS biểu thị tốc độ tạo thành màng mỏng (m/phút), và A biểu thị giá trị cường độ dòng điện (A) của EB.

3) Độ thấm oxy

Độ thấm oxy của màng ngăn khí được tạo thành được đo bằng thiết bị đo độ thấm oxy (OX-TRAN100 do ModernControls, Inc. sản xuất) trong điều kiện ở 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).

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 SiO₂ 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 SiO₂ là 40 : 60, và tốc độ nạp màng là 150 m/phút, từ đó tạo thành màng mỏng hỗn hợp có độ dày 26,7 nm. Tốc độ dòng của khí oxy là 50 sccm, và áp suất trong quá trình lắng đọng hơi là $6,0 \times 10^{-2}$ 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 màng ngăn khí 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 màng ngăn khí 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. Các kết quả đo này sẽ được thể hiện trong Fig. 2.

Ví dụ 2

Màng mỏng oxit hỗn hợp được tạo thành trên màng PET (TOYOBO CO., LTD.: E5100) có độ dày 12 μ m 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 SiO₂ (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 MgO và đặt SiO₂ xung quanh nồi nung trong lò. Một súng điện tử được sử dụng làm nguồn nhiệt nhằm gia nhiệt từng Al và SiO₂ 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 SiO₂ là 49 : 51, và tốc độ nạp màng là 120 m/phút, từ đó tạo thành màng mỏng hỗn hợp có độ dày 13,6 nm. Tốc độ dòng của khí oxy là 150 sccm, và áp suất trong quá trình lắng đọng hơi là $1,0 \times 10^{-1}$ 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 màng ngăn khí 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 màng ngăn khí 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. Các kết quả đo này sẽ được thể hiện trong Fig. 2.

Ví dụ so sánh 1

Màng mỏng oxit hỗn hợp được tạo thành trên màng PET (TOYOBO CO., LTD.: E5100) có độ dày 12 μ m 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 SiO₂ (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, nhưng bên trong lò được phân vùng thành hai bằng tấm cacbon để tách các vật liệu. Một súng điện tử được sử dụng làm nguồn nhiệt để gia nhiệt từng Al và SiO₂ theo sự phân chia thời gian. Công suất của chùm tia điện tử là 2,0 A, tỷ lệ gia nhiệt (tỷ lệ thời gian) của Al và SiO₂ là 11: 89, và tốc

độ nạp màng là 50 m/phút, do đó tạo thành màng mỏng có độ dày 79 nm. Tốc độ dòng của khí oxy là 100 sccm, và áp suất trong quá trình lắng đọng hơi là $1,1 \times 10^{-1}$ 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 màng ngăn khí theo sáng chế. Các điều kiện tạo thành màng mỏng này sẽ được thể hiện trong Bảng 1. Màng ngăn khí thu được này được đo tương tự như các phép đo trong Ví dụ 1. Các kết quả đo sẽ được thể hiện trong Fig. 2.

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 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, nhưng bên trong lò được phân vùng thành hai bằng tấm cacbon để tách các vật liệu. 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 2,0 A, tỷ lệ gia nhiệt (tỷ lệ thời gian) của Al và SiO_2 là 9: 91, và tốc độ nạp màng là 50 m/phút, do đó tạo thành màng mỏng có độ dày 85 nm. Tốc độ dòng của khí oxy là 300 sccm, và áp suất trong quá trình lắng đọng hơi là $1,3 \times 10^{-1}$ 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 màng ngăn khí theo sáng

ché. Các điều kiện tạo thành màng mỏng này sẽ được thể hiện trong Bảng 1.

Màng ngăn khí thu được này được đo tương tự như các phép đo trong Ví dụ 1.

Các kết quả đo sẽ được thể hiện trong Fig. 2.

Ví dụ so sánh 3

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, nhưng bên trong lò được phân vùng thành hai bằng tấm cacbon để tách các vật liệu. 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 2,0 A, tỷ lệ gia nhiệt (tỷ lệ thời gian) của Al và SiO_2 là 11: 89, và tốc độ nạp màng là 50 m/phút, do đó tạo thành màng mỏng có độ dày 78 nm. Tốc độ dòng của khí oxy là 60 sccm, và áp suất trong quá trình lắng đọng hơi là $6,0 \times 10^{-2}$ 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 màng ngăn khí theo sáng chế. Các điều kiện tạo thành màng mỏng này sẽ được thể hiện trong Bảng 1. Màng ngăn khí thu được này được đo tương tự như các phép đo trong Ví dụ 1. Các kết quả đo sẽ được thể hiện trong Fig. 2.

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)	Phân vùng	Tỷ lệ gia nhiệt	
						a	b
Ví dụ 1	150	0,7	50	0,06	Nồi nung Al_2O_3	40	60
Ví dụ 2	120	0,6	150	0,10	Nồi nung MgO	49	51
Ví dụ so sánh 1	50	2,0	100	0,11	Tấm cacbon	11	89
Ví dụ so sánh 2	50	2,0	300	0,13	Tấm cacbon	9	91
Ví dụ so sánh 3	50	2,0	60	0,06	Tấm cacbon	11	89

Bảng 2

	Tỷ lệ thành phần		Độ dày màng mỏng (nm)	Tốc độ bay hơi ($\mu\text{m/phút/A}$)	Độ thấm oxy ($\text{ml/m}^2/24\text{H/M Pa}$)	Tổng độ truyền ánh sáng (%)
	% khối lượng của Al	% khối lượng của Si				
Ví dụ 1	26	74	26,7	38,1	8,4	88
Ví dụ 2	44	56	13,6	18,1	25,8	84

Ví dụ so sánh 1	38	62	79,0	13,2	5,2	86
Ví dụ so sánh 2	4	96	85,0	14,2	72,0	88
Ví dụ so sánh 3	50	50	78,0	13,0	4,1	86

Bảng 2 cho thấy rằng màng ngăn khí thu được trong các Ví dụ 1 đến Ví dụ 2 được tạo thành ở tốc độ bay hơi cao, cao tương ứng là 38,1 $\mu\text{m}/\text{phút}/\text{A}$ và 18,1 $\mu\text{m}/\text{phút}/\text{A}$. Hơn nữa, các màng ngăn khí thu được trong các Ví dụ 1 đến Ví dụ 2 thể hiện độ thấm oxy là 30 $\text{ml}/\text{m}^2/24\text{H}/\text{MPa}$ hoặc nhỏ hơn và tổng độ truyền ánh sáng là 80% hoặc lớn hơn, và do đó có đủ hiệu suất như các màng ngăn khí trong suốt. Mặt khác, trong các Ví dụ so sánh từ 1 đến 3, do hai loại vật liệu lắng đọng hơi được phân vùng bằng tấm cacbon nên hiệu suất nhiệt thấp, do đó tốc độ bay hơi thấp từ 13,0 $\mu\text{m}/\text{phút}/\text{A}$ đến 14,2 $\mu\text{m}/\text{phút}/\text{A}$.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Sáng chế cho phép sản xuất màng ngăn khí có đặc tính ngăn khí và độ trong suốt vượt trội ở tốc độ cao, và do đó có thể được sử dụng thuận lợi làm phương pháp sản xuất 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.

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. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí,

màng ngăn khí có lớp màng mỏng vô cơ được cán mỏng lên ít nhất một trong các bề mặt của chất nền polyme,

trong đó lớp màng mỏng vô cơ được tạo thành bằng phương pháp lắng đọng hơi chân không sử dụng Al và SiO_2 làm vật liệu lắng đọng hơi trong khi đưa khí oxy vào,

trong đó, trong phương pháp lắng đọng hơi chân không, thiết bị lắng đọng hơi chân không được sử dụng có lò và có nồi nung trong lò, vật liệu lắng đọng hơi gồm Al và SiO_2 được phân vùng giữa bên trong và bên ngoài nồi nung, và vật liệu lắng đọng hơi được gia nhiệt riêng biệt để tạo thành lớp màng mỏng vô cơ.

2. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí theo điểm 1, trong đó các vật liệu lắng đọng hơi được gia nhiệt bằng phương pháp gia nhiệt bằng súng điện tử trong phương pháp lắng đọng hơi chân không.

3. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí theo điểm 1, trong đó, trong phương pháp lắng đọng hơi chân không, nồi nung được làm chủ yếu bằng Al_2O_3 .

4. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó, trong phương pháp lắng đọng hơi chân không, khí oxy được đưa vào qua ống dẫn.

5. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí theo điểm 4, trong đó khí oxy được cung cấp giữa chất nền polyme và vật liệu lắng đọng hơi qua ống dẫn.
6. Phương pháp sản xuất màng ngăn khí theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó, trong phương pháp lắng đọng hơi chân không, các vật liệu lắng đọng hơi được gia nhiệt bằng phương pháp gia nhiệt bằng súng điện tử, và khi tỷ lệ thời gian gia nhiệt Al và SiO₂ theo sự phân chia thời gian được ký hiệu tương ứng là a và b, thỏa mãn hệ thức $a < b$ và $2a > b$.

Fig.1

