



(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) 
1-0022148

(51)⁷ **B32B 27/34, B29C 55/12, B32B 27/40,**
B29K 77/00, B29L 9/00

(13) **B**

(21) 1-2011-02863

(22) 24.03.2010

(86) PCT/JP2010/055015 24.03.2010

(87) WO2010/110282 30.09.2010

(30) 2009-074048 25.03.2009 JP

(45) 25.11.2019 380

(43) 30.01.2012 286

(73) UNITIKA LTD. (JP)

50, Higashi-Hommachi 1-chome, Amagasaki-shi, Hyogo 660-0824, Japan

(72) OKUZU, Takayoshi (JP), KUWATA, Hideki (JP)

(74) Công ty TNHH T&T INVENMARK Sở hữu trí tuệ Quốc tế (T&T INVENMARK CO., LTD.)

(54) **MÀNG POLYAMIT DỄ DÍNH VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT MÀNG NÀY**

(57) Sáng chế đề xuất màng polyamit dễ dính bao gồm màng nền polyamit và lớp lót chứa nhựa polyuretan anion phân tán trong nước được tạo ra trên ít nhất một mặt của màng nền polyamit. Độ dày của lớp lót lớn hơn hoặc bằng 0,025 μ m và nhỏ hơn hoặc bằng 0,250 μ m. Nhựa polyuretan anion phân tán trong nước có độ giãn dài của màng phủ bằng hoặc cao hơn 250% và độ bền kéo bằng hoặc cao hơn 20MPa. Khi màng polyamit dễ dính được xử lý nhiệt trong môi trường khí heli ở nhiệt độ 200°C trong 10 phút, tổng lượng các thành phần bazơ dễ bay hơi thoát ra từ màng polyamit dễ dính là bằng hoặc nhỏ hơn 0,50 μ g/g.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến màng polyamit dễ dính và phương pháp sản xuất màng này, cụ thể, màng polyamit dễ dính thích hợp để sử dụng cho các vật liệu như vật liệu đóng gói, vật liệu cách điện và vật liệu công nghiệp thông thường, và phương pháp sản xuất màng này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Màng polyamit kéo căng hai trục không chỉ có đặc tính cơ học, đặc tính quang, đặc tính nhiệt và đặc tính ngăn cản rất tốt, mà còn có đặc tính như độ bền mài mòn, độ bền va đập và đặc tính chống tạo lỗ kim rất tốt, và do đó đã được sử dụng rộng rãi làm màng mỏng dùng cho vật liệu đóng gói để đóng gói thực phẩm và các sản phẩm khác. Trong các ứng dụng này, thông thường, các quá trình xử lý phụ khác nhau như phủ bằng các chất phủ khác nhau, in, kết tủa và ghép lớp với các màng khác, được thực hiện với bề mặt của màng nền. Do đó, đã có nỗ lực làm tăng độ dính của màng nền với chất phủ được tạo ra bằng quá trình xử lý phụ, nhờ cải biến bề mặt màng nền bằng cách xử lý vật lý màng nền như xử lý bằng cách phóng điện hoặc xử lý bằng plasma, hoặc theo cách khác bằng cách xử lý hóa học để hoạt hóa bề mặt màng bằng cách sử dụng hóa chất như axit hoặc kiềm.

Tuy nhiên, phương pháp dựa trên việc xử lý vật lý có các bước thao tác đơn giản, nhưng độ dính không đủ. Phương pháp dựa trên việc xử lý hóa học có nhược điểm là các bước thao tác phức tạp và làm xấu thêm môi trường làm việc và các nhược điểm khác.

Nếu màng polyamit được sử dụng cho mục đích đóng gói thực phẩm, nói chung, màng polyamit được in và sau đó ghép lớp với màng hàn kín. Tuy nhiên, trong trường hợp độ bền bám dính giữa hai màng là kém, khi xử lý

đun sôi hoặc xử lý chung cất để tiết trùng sẽ xảy ra hiện tượng tách lớp trong đó có hiện tượng bong giữa màng polyamit làm màng nền và màng hàn kín.

Để giải quyết các vấn đề như được mô tả ở trên, ngoài phương pháp xử lý vật lý và hóa học được mô tả ở trên còn có phương pháp trong đó chất phủ lót có hoạt tính bám dính được phủ lên màng nền để tạo ra màng phủ dễ dính bằng cách ghép lớp (sau đây được gọi là "lớp lót"). Phương pháp này được sử dụng rộng rãi do nó cho phép chọn các thành phần của lớp lót theo các lớp phủ trên cùng khác nhau.

Theo quan điểm về khả năng gia công, độ an toàn và chi phí, các nhựa hệ nước thường được sử dụng làm thành phần của lớp lót. Cụ thể, trong số các nhựa hệ nước này, các nhựa như nhựa polyuretan, nhựa polyeste và nhựa acrylic được sử dụng để cải thiện tính bám dính với lớp phủ, lớp mực in, lớp kết tủa để làm lớp phủ trên cùng.

JP2000-026798A và JP-H3-55302B mô tả màng trong đó độ dính cao được duy trì, ngay cả sau khi xử lý bằng nước nóng như xử lý đun sôi hoặc xử lý chung cất, bằng cách sử dụng chất phủ lót chứa nhựa polyuretan có các đặc tính vật lý cụ thể.

Tuy nhiên, JP2000-026798A chỉ mô tả ví dụ cụ thể dựa trên phương pháp phủ sau trong đó việc phủ được thực hiện đối với màng polyeste đã được kéo căng. Trong màng polyamit trong đó lớp lót được tạo ra bằng phương pháp phủ sau, khi xử lý bằng nước nóng như xử lý đun sôi hoặc xử lý chung cất, các đặc tính vật lý của màng kém đi đáng kể, và việc sử dụng màng làm sản phẩm gặp khó khăn.

JP-H3-55302B mô tả giải pháp trong đó độ dính giữa lớp lót và lớp kết tủa vô cơ được cải thiện. Do đó, theo giải pháp được mô tả trong JP-H3-55302B, có khả năng cải thiện độ dính với mực in hoặc keo chứa các thành phần hữu cơ sau khi xử lý bằng nước nóng như xử lý đun sôi hoặc xử lý chung cất.

Gần đây, an toàn thực phẩm đã thu hút sự chú ý như một vấn đề quan trọng, và do đó việc xử lý chung cất để xử lý bằng nước nóng dưới điều kiện nhiệt độ cao áp suất cao chiếm tỷ lệ ngày càng tăng trong bước tiệt trùng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất màng polyamit dễ dính có độ dính cao ngay cả sau khi xử lý bằng nước nóng như xử lý đun sôi hoặc xử lý chung cất.

Cách giải quyết vấn đề

Tác giả sáng chế đã hoàn thiện sáng chế nhờ phát hiện được rằng bằng cách điều chỉnh độ dày lớp lót của màng polyamit dễ dính, các đặc tính vật lý của nhựa polyuretan được sử dụng làm chất phủ dễ dính và lượng các thành phần bazơ dễ bay hơi còn lại trong lớp lót, đặc tính bề mặt của màng phủ được cải thiện, và cụ thể, độ dính sau khi xử lý bằng nước nóng như xử lý đun sôi hoặc xử lý chung cất được cải thiện.

Cụ thể, đối tượng chính của sáng chế là như sau.

(1) Màng polyamit dễ dính bao gồm: màng nền polyamit; và lớp lót chứa nhựa polyuretan anion phân tán trong nước, được tạo ra trên ít nhất một mặt của màng nền polyamit, trong đó: độ dày của lớp lót lớn hơn hoặc bằng $0,025\mu\text{m}$ và nhỏ hơn hoặc bằng $0,250\mu\text{m}$; nhựa polyuretan anion phân tán trong nước có độ giãn dài của màng phủ bằng hoặc cao hơn 250% và độ bền kéo bằng hoặc cao hơn 20MPa; và khi màng polyamit dễ dính được xử lý nhiệt trong môi trường khí heli ở nhiệt độ 200°C trong 10 phút, tổng lượng các thành phần bazơ dễ bay hơi thoát ra từ màng polyamit dễ dính là bằng hoặc nhỏ hơn $0,50\mu\text{g/g}$.

(2) tấm mỏng trong đó: lớp keo và lớp hàn kín bằng nhiệt được ghép lớp theo thứ tự này, trực tiếp hoặc thông qua lớp trung gian là lớp mực in, lên lớp lót của màng polyamit dễ dính theo mục (1); và trong tấm mỏng này, độ

bền tách lớp (X) khi có nước thấm ướt ở trạng thái ban đầu là bằng hoặc cao hơn 3 N/cm, và tỷ lệ (Y/X) của độ bền tách lớp (Y) khi có nước thấm ướt sau khi xử lý bằng nước nóng ở nhiệt độ 120°C trong 30 phút với độ bền tách lớp (X) khi có nước thấm ướt ở trạng thái ban đầu là bằng hoặc cao hơn 0,5.

(3) Phương pháp sản xuất màng polyamit dễ dính theo mục (1), bao gồm các bước: phủ ít nhất một mặt của màng nền polyamit trước khi kết tinh định hướng bằng chất phủ hệ nước chứa nhựa polyuretan anion phân tán trong nước; kéo căng hai trục màng nền polyamit cùng với chất phủ hệ nước đã phủ; và kết tinh định hướng màng nền polyamit bằng cách xử lý nhiệt màng nền polyamit sau khi kéo căng hai trục.

(4) Phương pháp sản xuất màng polyamit dễ dính theo mục (3), trong đó bước kéo căng hai trục đồng thời được thực hiện.

(5) Phương pháp sản xuất màng polyamit dễ dính theo điểm 1, bao gồm các bước: kéo căng một trục màng nền polyamit theo hướng thứ nhất; phủ ít nhất một mặt của màng nền polyamit đã kéo căng một trục bằng chất phủ hệ nước chứa nhựa polyuretan anion phân tán trong nước; kéo căng một trục màng nền polyamit cùng với chất phủ hệ nước đã phủ theo hướng thứ hai vuông góc với hướng thứ nhất; và sau đó kết tinh định hướng màng nền polyamit bằng cách xử lý nhiệt màng nền polyamit.

Hiệu quả có lợi của sáng chế

Theo sáng chế, đã thu được màng polyamit dễ dính có độ dính rất tốt sau khi xử lý gia công như phủ hoặc in. Ngoài ra, độ dính này được duy trì ngay cả sau khi xử lý bằng nước nóng như xử lý đun sôi hoặc xử lý chưng cất. Màng polyamit dễ dính theo sáng chế có thể được sử dụng thích hợp làm vật liệu như vật liệu đóng gói, vật liệu cách điện và vật liệu công nghiệp thông thường. Màng polyamit dễ dính theo sáng chế là đặc biệt thích hợp để làm vật liệu, cụ thể là trong lĩnh vực đóng gói thực phẩm trong đó việc xử lý

đun sôi hoặc xử lý chưng cất thường được thực hiện sau khi in trên màng này.

Ngoài ra, màng polyamit dễ dính theo sáng chế có ưu điểm là màng này được tạo ra theo cách đơn giản và dễ dàng bằng cách phủ màng polyamit bằng chất phủ hệ nước chứa nhựa polyuretan và làm khô màng đã phủ, độ dày của màng có thể được điều chỉnh dễ dàng, v.v... Do đó, màng polyamit dễ dính theo sáng chế có năng suất cao và có lợi trong công nghiệp.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế được mô tả chi tiết.

Màng nền polyamit được sử dụng theo sáng chế là không bị giới hạn cụ thể miễn là màng nền polyamit là màng được làm bằng nhựa polyamit. Ví dụ về phương pháp sản xuất màng nền polyamit bao gồm đúc ép đùn, đúc phun, đúc thổi, đúc thổi kéo căng và đúc kéo. Màng nền polyamit có thể gồm một lớp, hoặc có thể là màng gồm nhiều lớp được tạo ra bằng cách ép đùn nóng chảy đồng thời hoặc ghép lớp. Tuy nhiên, màng nền polyamit gồm một lớp là được ưu tiên do màng nền polyamit này có thể được tạo ra dễ dàng.

Nhựa polyamit được nói tới ở đây dùng để chỉ nhựa polyamit dẻo nhiệt có tính kết tinh định hướng. Ví dụ cụ thể về nhựa polyamit này bao gồm nylon 6, nylon 66, nylon 610, nylon 11, nylon 12, nylon MXD6 (polymetaxylylen adipamit), copolyme của chúng và hỗn hợp của chúng. Nylon 6 là được đặc biệt ưu tiên về mặt chi phí.

Nếu cần, một hoặc hai hoặc nhiều chất phụ gia như chất chống oxy hóa, chất chống nhiễm tĩnh điện, chất hấp thụ tử ngoại, chất làm trơn và chất bảo quản có thể được thêm vào nhựa polyamit. Thích hợp là tổng lượng trộn của các chất phụ gia này nằm trong khoảng từ 0,001 đến 5,0 phần khối lượng cho 100 phần khối lượng nhựa.

Với màng nền polyamit, vật liệu gia cố có thể được trộn vào để đảm bảo độ bền để làm vật liệu đóng gói hoặc sản phẩm tương tự. Ví dụ về vật

liệu gia cố bao gồm: vật liệu gia cố dạng sợi như sợi thủy tinh, sợi polyamit thơm, sợi cacbon, bột giấy và xơ bông; vật liệu gia cố dạng bột như muội than và muội cacbon trắng; và vật liệu gia cố dạng vảy như vảy thủy tinh và vảy nhôm. Mỗi vật liệu này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều vật liệu trong số chúng. Thích hợp là tổng lượng trộn của vật liệu gia cố nằm trong khoảng từ 2 đến 150 phần khối lượng cho 100 phần khối lượng nhựa polyamit.

Ngoài ra, với màng nền polyamit, tức là nhựa polyamit, để độn cho nhựa, các chất độn sau đây có thể được trộn vào: canxi carbonat nặng hoặc nhẹ, mica, bột talc, cao lanh, thạch cao, đất sét, bari sulfat, bột nhôm oxit, bột silic oxit và magie carbonat. Một hoặc hai hoặc nhiều chất độn này có thể được sử dụng. Thích hợp là tổng lượng trộn của các chất độn này nằm trong khoảng từ 5 đến 100 phần khối lượng cho 100 phần khối lượng nhựa polyamit.

Với màng nền polyamit, để cải thiện đặc tính ngăn khí, bột mịn vô cơ dạng vảy như mica và đất sét có thể trương trong nước có thể được trộn lẫn. Thích hợp là tổng lượng trộn của bột mịn vô cơ dạng vảy nằm trong khoảng từ 5 đến 100 phần khối lượng cho 100 phần khối lượng nhựa polyamit.

Để làm tăng đặc tính ngăn ánh sáng và vẻ bên ngoài đẹp của màng, một hoặc hai hoặc nhiều chất tạo màu trắng có thể được thêm vào nhựa polyamit. Để làm chất tạo màu trắng, nhiều loại chất tạo màu trắng đã biết có thể được sử dụng. Ví dụ cụ thể về chất tạo màu này bao gồm titan oxit, bari sulfat, kẽm oxit, kẽm sulfat và canxi carbonat. Theo quan điểm về mật độ quang học chất được ưu tiên trong số các chất này là titan oxit. Thích hợp là tổng lượng trộn của chất tạo màu trắng này nằm trong khoảng từ 3 đến 40 phần khối lượng cho 100 phần khối lượng nhựa polyamit.

Màng nền polyamit có thể có cấu trúc nhiều lớp gồm hai hoặc nhiều lớp nhựa polyamit khác nhau về loại nhựa polyamit, và các thành phần như chất phụ gia, chất gia cố, chất độn, bột vô cơ dạng vảy để cải thiện đặc tính

ngăn khí, và chất tạo màu trắng được mô tả ở trên để cải thiện đặc tính ngăn ánh sáng và vẻ đẹp bên ngoài.

Lớp lót được tạo ra trên ít nhất một mặt của màng nền polyamit được mô tả. Đối với lớp lót, nhựa polyuretan anion phân tán trong nước được sử dụng. Lớp nhựa được tạo ra bằng cách phủ bề mặt của màng nền polyamit bằng chất phủ hệ nước.

Nhựa polyuretan là một polyme được tạo thành từ phản ứng của isoxyanat đa chức và hợp chất chứa nhóm hydroxyl chẳng hạn. Ví dụ cụ thể về nhựa polyuretan này có thể bao gồm nhựa polyuretan được tạo thành từ phản ứng giữa isoxyanat đa chức và hợp chất chứa nhóm hydroxyl sau đây. Ví dụ về isoxyanat đa chức bao gồm polyisoxyanat thơm như tolylen diisoxyanat, diphenylmetan isoxyanat và polymetylen polyphenylen polyisoxyanat và polyisoxyanat béo như hexametylen diisoxyanat và xylen isoxyanat, và ví dụ về hợp chất chứa nhóm hydroxyl bao gồm polyete polyol, polyeste polyol, polyacrylat polyol và polycarbonat polyol.

Nhựa polyuretan anion phân tán trong nước được sử dụng theo sáng chế được điều chế bằng cách đưa nhóm chức anion vào nhựa polyuretan. Ví dụ về phương pháp đưa nhóm chức anion vào nhựa polyuretan bao gồm phương pháp trong đó diol có nhóm chức anion hoặc chất tương tự được sử dụng làm thành phần polyol, và phương pháp trong đó diol có nhóm chức anion hoặc chất tương tự được sử dụng làm chất phát triển mạch. Ví dụ về diol có nhóm chức anion bao gồm: axit carboxylic béo như axit glyxeric, axit dioxymaleic, axit dioxyfumaric, axit tartaric, axit dimetylolpropionic, axit dimetylolbutanoic, axit 2,2-dimetylolvaleric, axit 2,2-dimetylolepentanoic, axit 4,4-di(hydroxyphenyl)valeric và axit 4,4-di(hydroxyphenyl)butyric; và axit carboxylic thơm như axit 2,6-dioxybenzoic.

Nói chung, để phân tán nhựa polyuretan anion trong nước, bazơ dễ bay hơi được sử dụng. Loại bazơ dễ bay hơi không bị giới hạn cụ thể, và bazơ dễ bay hơi đã biết có thể được sử dụng. Ví dụ cụ thể về bazơ dễ bay hơi này bao

gồm amoniac, metylamin, etylamin, dimetylamin, dietylamin, trietylamin, morpholin và etanolamin. Trong số này, trietylamin là được ưu tiên hơn do trietylamin dẫn đến tính ổn định tốt ở trạng thái lỏng của nhựa polyuretan phân tán trong nước, và ngoài ra nó có điểm sôi tương đối thấp dẫn tới lượng còn lại của nó trong lớp lót là nhỏ.

Nhựa polyuretan được sử dụng theo sáng chế cần có độ giãn dài của màng phủ bằng hoặc cao hơn 250%, và tốt hơn nữa là có độ giãn dài của màng phủ bằng hoặc cao hơn 300%. Khi độ giãn dài của nhựa polyuretan nhỏ hơn 250%, lực cố kết của màng phủ nhựa được cải thiện, nhưng độ mềm dẻo và độ bền va đập của màng phủ giảm đi, và do đó, sau khi xử lý lớp lót như phủ hoặc in, khả năng dính với vật đã xử lý giảm đi.

Nhựa polyuretan được sử dụng theo sáng chế cần có độ bền kéo bằng hoặc cao hơn 20MPa, và tốt hơn là có độ bền kéo bằng 25MPa và tốt hơn nữa là bằng hoặc cao hơn 30 MPa. Khi độ bền kéo của nhựa polyuretan nhỏ hơn 20 MPa, sau khi xử lý lớp lót như phủ hoặc in, khả năng dính với vật đã xử lý được cải thiện trước khi xử lý bằng nước nóng, nhưng độ bền nhiệt của lớp lót là thấp. Do đó, khi xử lý lớp lót như phủ hoặc in, khả năng dính với vật đã xử lý sau khi xử lý bằng nước nóng có xu hướng bị giảm đáng kể. Khi độ bền kéo của nhựa polyuretan nhỏ hơn 20MPa, lực cố kết của màng phủ nhựa giảm đi và đặc tính chống dính của lớp phủ nhựa giảm đi.

Theo sáng chế, để tạo lớp lót, tốt hơn nếu nhựa polyuretan phân tán trong nước có bán trên thị trường có thể sử dụng. Ví dụ về nhựa polyuretan phân tán trong nước này bao gồm: sản phẩm của DIC Corp. như Hydran ADS-110, Hydran ADS-120, Hydran KU-400SF, Hydran HW-311, Hydran HW-312B, Hydran HW-333, Hydran AP-20, Hydran APX-101H và Hydran AP-60LM; sản phẩm của Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. như Super Flex 107M, Super Flex 150, Super Flex 150HS, Super Flex 410, Super Flex 420NS, Super Flex 460, Super Flex 460S, Super Flex 700, Super Flex 750 và Super Flex 840; sản phẩm của Mitsui Chemicals Polyuretans, Inc. như

Takelac W-6010, Takelac W-6020, Takelac W-511, Takelac WS-6021 và Takelac WS-5000; và sản phẩm của DSM Neoresins, Inc., như NeoRez R9679, NeoRez R9637, NeoRez R966 và NeoRez R972.

Trong màng polyamit dễ dính theo sáng chế, lớp lót chứa nhựa polyuretan anion phân tán trong nước được tạo ra trên ít nhất một mặt của màng nền polyamit. Độ dày của lớp lót cần nằm trong khoảng từ 0,025 đến 0,250 μ m, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,050 đến 0,120 μ m. Khi độ dày của lớp lót nhỏ hơn 0,025 μ m, khó tạo ra lớp phủ đều không rạn nứt trên màng nền. Do đó, khi xử lý như phủ hoặc in lớp lót, khả năng dính với vật đã xử lý sau khi xử lý bằng nước nóng như xử lý đun sôi hoặc xử lý chung cất giảm đi. Mặt khác, nếu độ dày của lớp lót cao hơn 0,250 μ m, cần một lượng nhiệt lớn để tổng lượng các thành phần bazơ dễ bay hơi thoát ra từ màng polyamit dễ dính bằng hoặc nhỏ hơn giá trị được chỉ ra theo sáng chế. Ngoài ra, nếu độ dày của lớp lót cao hơn 0,250 μ m, cần cải thiện thêm độ dính cùng với tăng nhẹ độ dày dẫn đến không hiệu quả về mặt kinh tế.

Trong màng polyamit dễ dính theo sáng chế, tổng lượng các thành phần bazơ dễ bay hơi thoát ra từ lớp lót phải bằng hoặc nhỏ hơn 0,50 ppm, và tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 0,20 ppm. Nếu các thành phần bazơ dễ bay hơi nằm lại trong lớp lót với lượng cao hơn 0,50 ppm, độ bền nước của lớp lót giảm đi, và trong trường hợp xử lý lớp lót như phủ hoặc in, khả năng dính với vật đã xử lý chứa nước thấm ướt giảm đi. Ngoài ra, trong trường hợp màng polyamit dễ dính được sử dụng để làm vật liệu đóng gói thực phẩm hoặc sản phẩm tương tự, tác dụng làm tăng độ an toàn có xu hướng bị ảnh hưởng.

Điểm chuyển hóa thủy tinh của nhựa polyuretan là không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, khi cân nhắc đặc tính ngăn của màng và đặc tính tương tự, tốt hơn nếu điểm chuyển hóa thủy tinh của nhựa polyuretan bằng hoặc cao hơn 20°C và tốt hơn nữa là bằng hoặc cao hơn 30°C.

Để cải thiện các đặc tính như độ bền nước và độ bền nhiệt của lớp lót, nhựa melamin có thể được thêm vào màng polyamit để dính theo sáng chế để làm chất hóa rắn với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng nhựa polyuretan.

Ví dụ thông thường về nhựa melamin bao gồm tri(alkoxymetyl)melamin. Ví dụ về nhóm alkoxy bao gồm nhóm metoxy, nhóm etoxy, nhóm propoxy và nhóm butoxy. Các nhựa melamin khác nhau có thể được sử dụng một mình hoặc đồng thời ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều nhựa trong số chúng.

Hàm lượng chất rắn của nhựa polyuretan trong chất phủ hệ nước có thể được thay đổi thích hợp theo đặc tính kỹ thuật của thiết bị phủ liên quan và thiết bị sấy-gia nhiệt liên quan. Tuy nhiên, nếu dung dịch quá loãng được sử dụng thì có nhược điểm là bước làm khô có xu hướng kéo dài. Mặt khác, nếu hàm lượng chất rắn quá cao, khó thu được chất phủ đồng nhất, và do đó khả năng phủ có xu hướng bị ảnh hưởng. Từ các quan điểm này, tốt hơn nếu hàm lượng chất rắn của nhựa polyuretan trong chất phủ hệ nước nằm trong khoảng từ 3 đến 30% khối lượng.

Ngoài nhựa polyuretan làm thành phần chính, chất hoạt động bề mặt có thể được thêm vào chất phủ hệ nước để cải thiện khả năng phủ ở thời điểm phủ màng nền bằng chất phủ. Chất hoạt động bề mặt này làm tăng tính thấm ướt của chất phủ hệ nước với màng nền. Ví dụ về chất hoạt động bề mặt này có thể bao gồm: chất hoạt động bề mặt anion như este polyetylen alkyl phenyl, este polyoxyetylen-axit béo, este glyxerin axit béo, xà phòng axit béo kim loại, muối của axit alkyl sulfuric, muối của axit alkylsulfonic và muối của axit alkylsulfosuccinic; và chất hoạt động bề mặt không ion như axetylen glycol. Tốt hơn nếu chất hoạt động bề mặt chứa trong chất phủ hệ nước với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1% khối lượng. Nếu chất hoạt động bề mặt thoát ra hoặc ở lại trong lớp lót, sẽ có khả năng bất lợi là độ dính sau khi xử lý bằng nước nóng như xử lý đun sôi hoặc xử lý chưng cất

giảm đi. Do đó, tốt hơn nếu chất hoạt động bề mặt đã sử dụng được bay hơi trong thời gian xử lý nhiệt trong quá trình sản xuất màng polyamit để dính.

Chất phủ hệ nước có thể chứa hạt vô cơ hoặc hữu cơ để tạo tính chống dính cho lớp lót được tạo ra. Ví dụ về hạt vô cơ này có thể bao gồm hạt canxi carbonat, magie carbonat, canxi oxit, kẽm oxit, magie oxit, silic oxit, natri silicat, nhôm hydroxit, sắt oxit, ziricon oxit, bari sulfat, titan oxit và muối than. Ví dụ về hạt hữu cơ có thể bao gồm hạt polyme acrylic có liên kết ngang, polyme styren có liên kết ngang, nhựa phenolic, nhựa nylon và sáp polyetylen. Nếu hạt vô cơ hoặc hữu cơ được sử dụng, tốt hơn nếu cỡ hạt của nó nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 5 μ m và tốt hơn nữa là từ 0,01 đến 1 μ m. Tốt hơn nếu lượng bổ sung của các hạt này trong chất phủ hệ nước là lớn hơn 0% khối lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 1,0% khối lượng, và tốt hơn là lớn hơn 0% khối lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 10% khối lượng trong màng phủ thu được.

Phương pháp sản xuất màng polyamit để dính theo sáng chế được mô tả.

Theo khía cạnh thứ nhất của phương pháp sản xuất theo sáng chế, ít nhất một mặt của màng nền polyamit trước khi kết tinh định hướng được phủ chất phủ hệ nước chứa nhựa polyuretan anion phân tán trong nước làm thành phần chính để tạo ra màng phủ làm bằng chất phủ hệ nước, sau đó màng nền trước khi kết tinh định hướng được kéo căng hai trục cùng với màng phủ, và sau đó màng nền polyamit được kết tinh định hướng bằng cách xử lý nhiệt.

Theo khía cạnh thứ hai của phương pháp sản xuất theo sáng chế, màng nền polyamit đã được kéo căng một trục theo hướng thứ nhất được phủ chất phủ hệ nước, sau đó màng nền được kéo căng một trục cùng với chất phủ hệ nước theo hướng thứ hai vuông góc với hướng thứ nhất, và sau đó màng nền polyamit được kết tinh định hướng bằng cách xử lý nhiệt.

Phương pháp phủ màng bằng chất phủ hệ nước là không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ về phương pháp này có thể bao gồm phương pháp thông thường

như phủ bằng con lăn in hình nổi, phủ bằng con lăn ngược, phủ bằng thanh dây và phủ bằng lưới nạo có thổi khí.

Theo phương pháp sản xuất theo sáng chế, bằng cách kết hợp bước tạo lớp lót bằng cách phủ chất phủ hệ nước vào bước tạo màng, chất phủ có thể được làm khô đồng thời trong bước xử lý nhiệt nhằm cố định nhiệt màng polyamit, và do đó có thể đơn giản hóa các bước. Ngoài ra, điều kiện nhiệt độ của bước xử lý nhiệt là sao cho nhiệt độ này có thể cao hơn so với điều kiện gia nhiệt của trường hợp trong đó màng được phủ chất phủ sau khi thực hiện việc kết tinh định hướng dựa trên sự kéo căng hai trục và sau đó chất phủ được làm khô. Do đó, điều kiện nhiệt độ này là có lợi để làm giảm lượng các thành phần bazơ dễ bay hơi trong lớp lót. Mặt khác, nếu màng được kéo căng hai trục đã được kết tinh định hướng được xử lý nhiệt để làm khô chất phủ trong điều kiện tương đương với điều kiện của bước xử lý nhiệt, các đặc tính vật lý của màng bị giảm đáng kể bởi việc xử lý nhiệt này. Ngoài ra, việc cần xử lý nhiệt nhiều lần là không hiệu quả về kinh tế.

Ví dụ về phương pháp kéo căng hai trục màng polyamit bao gồm phương pháp kéo căng hai trục đồng thời và phương pháp kéo căng hai trục lần lượt. Trong phương pháp kéo căng hai trục đồng thời, màng nền polyamit được phủ chất phủ hệ nước trước khi kết tinh định hướng, và sau đó màng nền polyamit được kéo căng hai trục đồng thời cùng với màng phủ. Trong phương pháp kéo căng hai trục lần lượt, màng nền polyamit đã được kéo căng một trục theo hướng thứ nhất được phủ bằng chất phủ hệ nước để tạo ra màng phủ, và sau đó màng nền được kéo căng một trục theo hướng thứ hai vuông góc với hướng thứ nhất cùng với màng phủ. Trong mỗi phương pháp kéo căng, màng nền polyamit được kết tinh định hướng, tức là, được cố định nhiệt bằng cách xử lý nhiệt sau khi kéo căng.

Để sản xuất màng polyamit dễ dính theo sáng chế, phương pháp kéo căng hai trục đồng thời là được ưu tiên. So với phương pháp kéo căng hai trục lần lượt, phương pháp kéo căng hai trục đồng thời cho phép đặt nhiệt độ

của bước kéo căng ở nhiệt độ cao hơn, do đó lượng nhiệt cấp cho màng sau khi phủ bằng chất phủ hệ nước có thể được đặt ở giá trị cao hơn, và do đó lượng các thành phần bazơ dễ bay hơi còn lại trong lớp lót có thể được giảm hiệu quả hơn.

Cụ thể, trong phương pháp kéo căng hai trục đồng thời, màng polyamit trước khi kết tinh định hướng được kéo căng trong điều kiện nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70 đến 250°C và tốt hơn nữa là từ 100 đến 230°C trong khi cả hai đầu của màng được kẹp chặt. Mặt khác, trong phương pháp kéo căng hai trục lần lượt, màng polyamit trước khi kết tinh định hướng được kéo căng theo hướng thứ nhất bằng cách cho màng polyamit đi qua một dây con lăn được gia nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 45 đến 80°C, tốt hơn là từ 50 đến 60°C, khác nhau về tốc độ vành rìa, và sau đó màng polyamit được kéo căng theo hướng thứ hai trong điều kiện nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70 đến 150°C, tốt hơn là từ 80 đến 120°C, trong khi cả hai đầu của màng được kẹp chặt. Nhiệt độ kéo căng của phương pháp kéo căng hai trục lần lượt là thấp hơn nhiệt độ kéo căng của phương pháp kéo căng hai trục đồng thời do khi bước kéo căng ở nhiệt độ cao được thực hiện trong phương pháp kéo căng hai trục lần lượt, độ kết tinh của màng polyamit trở nên quá cao, và do đó đôi khi không thể kéo căng ở mức độ đã định, và đôi khi các đặc tính vật lý cần thiết của màng polyamit bị giảm đáng kể.

Màng đã được kéo căng với cả hai đầu theo chiều rộng của màng được kẹp chặt được xử lý nhiệt, cụ thể là, được cố định nhiệt trong điều kiện cả hai đầu theo chiều rộng của màng đã kéo căng vẫn được kẹp chặt. Trong phương pháp sản xuất theo sáng chế, tốt hơn nếu nhiệt độ của bước cố định nhiệt nằm trong khoảng từ 180 đến 250°C và tốt hơn nữa là từ 210 đến 230°C. Nếu nhiệt độ của bước cố định nhiệt là thấp hơn 180°C, tính ổn định kích thước khi xử lý nhiệt của màng được định hướng kéo căng đôi khi là cao, hoặc lượng các thành phần bazơ dễ bay hơi còn lại trong lớp lót đôi khi tăng

lên. Do đó, khi xử lý lớp lót như phủ hoặc in, khả năng dính với vật đã xử lý chứa nước thấm ướt có xu hướng giảm đi. Khi nhiệt độ của bước cố định nhiệt cao hơn 250°C , nhiệt độ này là bằng hoặc cao hơn điểm nóng chảy của nhựa polyamit, và do đó không thể tạo ra màng kéo căng.

Màng polyamit dễ dính theo sáng chế có tính dính tốt với đối tượng được xử lý như chất phủ hoặc mực in khi xử lý phụ bề mặt của lớp lót như phủ và in bằng mực in, và cũng có tính dính tốt với màng hàn kín. Do đó, màng polyamit dễ dính theo sáng chế có thể được sử dụng dưới dạng tấm mỏng đã được xử lý phụ hoặc ghép lớp với màng hàn kín, và có giá trị sử dụng cao để làm màng nền, ví dụ đối với ứng dụng đóng gói hoặc ứng dụng công nghiệp thông thường. Màng polyamit dễ dính theo sáng chế còn có tính dính tốt ngay cả sau khi xử lý bằng nước nóng như xử lý đun sôi hoặc xử lý chưng cất và có khả năng in rất tốt, và do đó có thể được sử dụng đặc biệt thích hợp trong lĩnh vực đóng gói thực phẩm.

Trong tấm mỏng này, độ bền tách lớp (X) khi có nước thấm ướt ở trạng thái ban đầu là bằng hoặc cao hơn 3 N/cm , và tốt hơn nếu tỷ lệ (Y/X) độ bền tách lớp (Y) sau khi xử lý bằng nước nóng ở nhiệt độ 120°C trong 30 phút khi có nước thấm ướt với độ bền tách lớp (X) ở trạng thái ban đầu khi có nước thấm ướt bằng hoặc cao hơn 0,5. Tốt hơn nếu tỷ lệ (Y/X) bằng hoặc cao hơn 0,6 và tốt hơn nữa là bằng hoặc cao hơn 0,7. Trong trường hợp tỷ lệ (Y/X) nhỏ hơn 0,5, khi túi đóng gói được làm bằng tấm mỏng, chất cần đóng gói được nạp vào túi và túi được hàn kín, và túi đã hàn kín được xử lý tiếp bằng nước nóng, có thể xảy ra hiện tượng rách túi và túi bị hở.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, các ví dụ thực hiện sáng chế được mô tả chi tiết. Phương pháp xác định các đặc tính vật lý khác nhau và phương pháp đánh giá hiệu quả trong các ví dụ và Ví dụ so sánh là như sau.

(1) Độ bền tách lớp của màng được in

Trước hết, việc in được thực hiện trên lớp lót của màng polyamit dễ dính bằng con lăn in hình nổi. Trong quá trình in, việc in đa màu được thực hiện trong đó lúc đầu in bằng mực in xanh indigo và sau đó in bằng mực in trắng. Màng đã in được ghép lớp khô với màng polypropylen không được kéo căng (nhãn hiệu hàng hóa: RXC-21, độ dày: 50 μ m, sản phẩm của Tohcello Co., Ltd.) bằng cách sử dụng keo ghép lớp khô (Dic Dry LX500/KR90S, sản phẩm của DIC Corp.) để dùng trong các ứng dụng chung cất. Sau đó, bằng cách sử dụng chế độ lão hóa được khuyến cáo đối với keo này sẽ thu được màng nhiều lớp.

Để xác định độ bền tách lớp, mẫu có chiều rộng 15mm được lấy từ màng nhiều lớp; mặt phân cách giữa màng polypropylen không được kéo căng và lớp lót của màng polyamit dễ dính được bóc tách ở một đầu của mẫu trong môi trường có nhiệt độ 20°C và độ ẩm tương đối 65%; độ bền bóc tách được xác định bằng máy thử độ bền kéo (AGS-100B, sản phẩm của Shimadzu Corp.) dựa trên phương pháp uốn cong lớp keo 180° trong điều kiện tốc độ kéo căng 300 mm/phút; và kết quả được dùng làm độ bền tách lớp.

Việc đo tương tự cũng được thực hiện đối với màng nhiều lớp sau khi được xử lý chung cất (120°C, 1,8 atm, 30 phút).

Trong thử nghiệm bóc tách, nếu trường hợp trong đó chất lỏng được nạp vào, dựa trên ứng dụng thực tế của vật liệu đóng gói, độ bền tách lớp khi có nước thấm ướt trong điều kiện nước được thấm vào mặt phân cách bị bóc tách được xác định.

Ngoài ra, đối với màng đã được xử lý chung cất, bằng cách quan sát mặt phân cách bóc tách của màng đã được thử nghiệm bóc tách, độ dính giữa màng polyamit dễ dính và mực in được đánh giá. Tiêu chí đánh giá là như sau.

Loại 3: Mực in còn lại trên mặt lớp lót với lượng bằng hoặc cao hơn 50%.

Loại 2: Mực in còn lại trên mặt lớp lót với lượng lớn hơn hoặc bằng 25% và nhỏ hơn 50%.

Loại 1: Mực in còn lại trên mặt lớp lót với lượng lớn hơn hoặc bằng 1% và nhỏ hơn 25%.

Loại 0: Mực in còn lại trên mặt lớp lót với lượng nhỏ hơn 1%.

Trong bộ tiêu chí đánh giá này, tỷ lệ phần trăm được tính theo diện tích. Đối với các mục đích thực tế, loại bằng hoặc cao hơn loại 2 trong đó mực in còn lại trên mặt lớp lót với lượng bằng hoặc cao hơn 25% là được ưu tiên, và loại 3 là được ưu tiên hơn.

(2) Các thành phần bazơ dễ bay hơi trong màng polyamit dễ dính

Khoảng 15mg màng polyamit dễ dính được cân chính xác và cho vào cốc đựng mẫu, và gia nhiệt ở 200°C trong 10 phút trong thiết bị nhiệt phân (Model No. PY-2020iD, sản phẩm của Frontier Labo, K.K.), và các thành phần dễ bay hơi thoát ra được xác định bằng phương pháp GC/MS (GC: Agilent 6890N, MS: Agilent 5975C). Đường cong hiệu chỉnh được tạo ra đối với các thành phần bazơ dễ bay hơi phát hiện được từ chất phủ hệ nước bằng cách sử dụng dung dịch chuẩn hexan/hexadecan tương ứng có nồng độ mẫu bằng 0, 10, 50, 100, 200 và 500 ppm, và phân tích GC/MS đối với 5µl mỗi dung dịch chứa trong cốc đựng mẫu trong điều kiện gia nhiệt giống như với mẫu thử nghiệm. Khi phân tích GC/MS, nếu lượng thành phần bazơ dễ bay hơi nhỏ hơn 0,05 µg/g thì khó tách đỉnh và do đó lượng thành phần bazơ dễ bay hơi được đánh giá là bằng hoặc nhỏ hơn giới hạn phát hiện (không xác định).

Điều kiện phân tích GC/MS

Cột: UA5 (MS/HT)-30M-0,25F

Khí mang: Heli, tốc độ dòng ban đầu: 1,0 ml/phút

(3) Đặc tính của nhựa uretan

Chất phủ hệ nước, chứa nhựa uretan làm thành phần chính, để tạo lớp lót được đúc trên tấm thủy tinh, lớp chất phủ hệ nước được làm khô ở nhiệt độ trong phòng trong 24 giờ, và sau đó xử lý nhiệt ở 150°C trong 10 phút để thu được màng có độ dày 50µm. Đối với mỗi mẫu thu được bằng cách cắt màng thành các dải có chiều rộng 5mm, độ bền kéo và độ giãn dài được xác định bằng máy thử độ bền kéo (Model No. AGS-100B, sản phẩm của Shimadzu Corp.) trong điều kiện tốc độ kéo căng 300 mm/phút.

Nhũ tương uretan sử dụng trong các ví dụ và ví dụ so sánh sau đều là hệ phân tán polyuretan anion trong nước. Độ bền kéo và độ giãn dài của nhựa uretan được nêu trong bảng 1.

Ví dụ 1

Chất phủ hệ nước

Bằng cách pha loãng nhũ tương uretan Hydran KU-400SF (hàm lượng chất rắn: 25% khối lượng), sản phẩm của DIC Corp., bằng nước trao đổi ion, chất phủ hệ nước có hàm lượng chất rắn bằng 10% khối lượng được điều chế.

Màng polyamit dễ dính

Với thiết bị ép đùn (đường kính: 75 mm, L/D=45, kiểu ép nhẹ, một trục vít) có lắp khuôn hình chữ T, nylon 6 (độ nhớt tương đối: 3,03) chứa 0,1% khối lượng silic oxit có cỡ hạt trung bình 1,0µm được ép đùn thành dạng tấm từ lỗ khuôn hình chữ T trong điều kiện 270°C. Cho sản phẩm dạng tấm này lên trục cán được điều chỉnh để có nhiệt độ bề mặt bằng 18°C, sản phẩm dạng tấm này được làm nguội nhanh để tạo ra màng polyamit không kéo căng có độ dày 150µm. Màng không kéo căng này được đưa vào bề

nước và điều chỉnh để có hàm lượng nước hấp thụ bằng 4,0% khối lượng. Màng không kéo căng đã hấp thụ nước được phủ chất phủ hệ nước được mô tả ở trên bằng phương pháp phủ bằng lưới nạo có thổi khí, và sau đó sấy bằng lò sấy trong điều kiện nhiệt độ 60°C và thời gian 10 giây. Màng không kéo căng đã được phủ được đưa vào máy kéo căng hai trục đồng thời và kéo căng hai trục đồng thời với độ mở rộng theo chiều dọc bằng 3,3 và độ mở rộng theo chiều ngang bằng 3,0, trong điều kiện gia nhiệt sơ bộ ở 225°C trong thời gian 5 giây, nhiệt độ kéo căng là 195°C và thời gian kéo căng là 3 giây. Sau đó, màng đã kéo căng được xử lý nhiệt trong điều kiện nhiệt độ cố định nhiệt là 215°C và thời gian cố định nhiệt là 5 giây để thu được màng polyamit dễ dính.

Trong màng polyamit dễ dính, độ dày của màng nền polyamit là 15µm và độ dày của lớp lót là 0,060µm. Màng polyamit dễ dính được gia nhiệt ở 200°C trong 10 phút trong thiết bị nhiệt phân trong môi trường heli, và khí thoát ra được xác định bằng GC/MS để phát hiện triethylamin (TEA) với lượng 0,08 µg/g.

Màng nhiều lớp được in

Việc in được thực hiện như mô tả ở trên trên bề mặt của lớp lót của màng polyamit dễ dính bằng phương pháp in trực tiếp bằng con lăn in hình nổi bằng mực polyuretan (nhãn hiệu hàng hóa: mực xanh indigo Fine Star R39 /mực trắng R631, sản phẩm của Toyo Ink Manufacturing Co., Ltd.) và mực in được làm khô trong điều kiện nhiệt độ 80°C và thời gian 10 giây. Bề mặt đã in của màng được phủ keo polyuretan (Dic Dry LX500/KR90S, sản phẩm của DIC Corp.) như mô tả ở trên và được làm khô trong điều kiện nhiệt độ 80°C và thời gian 10 giây. Tiếp theo, trên màng polyamit dễ dính thu được này, màng polypropylen không được kéo căng (nhãn hiệu hàng hóa: RXC-21, độ dày: 50 µm, sản phẩm của Tohcello Co., Ltd.) được ghép

lớp khô trên trục ép kim loại được gia nhiệt tới 80°C nhờ áp lực kẹp bằng 490kPa, và sau đó sử dụng chế độ lão hóa được khuyến cáo đối với keo này để thu được màng nhiều lớp.

Độ dày của các lớp tương ứng sau khi ghép lớp khô là sao cho độ dày của lớp mực in xanh indigo và độ dày của lớp mực in trắng đều bằng 1μm, và độ dày lớp keo bằng 2μm. Tiếp theo, độ bền tách lớp của phần in đề mực xanh indigo-mực trắng của màng được xác định riêng rẽ trước và sau khi xử lý chưng cất. Kết quả được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ từ 2 đến 7

Trong mỗi ví dụ từ 2 đến 7, chất phủ hệ nước có hàm lượng chất rắn bằng 10% khối lượng được điều chế theo cách giống như trong Ví dụ 1 chỉ khác là so với Ví dụ 1, nhựa polyuretan sử dụng làm chất phủ hệ nước được thay đổi, và màng polyamit dễ dính được tạo ra. Kết quả xác định được thể hiện trong bảng 1.

Polyuretan được sử dụng là như sau.

Ví dụ 2: nhũ tương uretan Hydran ADS-120 (hàm lượng chất rắn: 50% khối lượng), sản phẩm của DIC Corp.

Ví dụ 3: Nhựa uretan hệ nước, NeoRez R9679 (hàm lượng chất rắn: 37% khối lượng), sản phẩm của DSM Neoresins, Inc.

Ví dụ 4: Nhựa uretan hệ nước, Hydran HW-312B (hàm lượng chất rắn: 40% khối lượng), sản phẩm của DIC Corp.

Ví dụ 5: Nhựa uretan hệ nước, Super Flex 460(SF-460) (hàm lượng chất rắn: 38% khối lượng), sản phẩm của Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.

Ví dụ 6: Nhựa uretan hệ nước, Super Flex 410(SF-410) (hàm lượng chất rắn: 38% khối lượng), sản phẩm của Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.

Ví dụ 7: Nhựa uretan hệ nước, Takelac W-6010 (hàm lượng chất rắn: 30% khối lượng), sản phẩm của Mitsui Chemicals Polyuretans, Inc.

Ví dụ 8

Nhựa metylolmelamin, Beckamin APM (hàm lượng chất rắn: 80% khối lượng) được thêm vào nhựa uretan hệ nước, Hydran KU-400SF, sản phẩm của DIC Corp., để làm chất hóa rắn theo tỷ lệ 10 phần khối lượng hàm lượng chất rắn của nhựa metylolmelamin với 100 phần khối lượng hàm lượng chất rắn của nhựa polyuretan. Hỗn hợp tạo ra được pha loãng bằng nước trao đổi ion để thu được chất phủ hệ nước có hàm lượng chất rắn bằng 10% khối lượng. Bằng cách sử dụng chất phủ hệ nước này, màng polyamit dễ dính được tạo ra theo cách giống như trong Ví dụ 1. Kết quả xác định trên màng này được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 9 và 10

Màng polyamit dễ dính được tạo ra theo cách giống như trong Ví dụ 8 chỉ khác là so với Ví dụ 8, lượng bổ sung của Beckamin APM để làm chất hóa rắn được thay đổi thành 20 phần khối lượng (Ví dụ 9) và 30 phần khối lượng (Ví dụ 10) so với 100 phần khối lượng nhựa polyuretan. Kết quả xác định với các màng này được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 11 đến 13

Màng polyamit dễ dính được tạo ra theo cách giống như trong Ví dụ 1 chỉ khác là so với Ví dụ 1, độ dày của lớp lót sau khi kéo căng được thay đổi thành 0,030 μ m (Ví dụ 11), 0,120 μ m (Ví dụ 12) và 0,240 μ m (Ví dụ 13). Kết quả xác định với các màng này được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 14

Với thiết bị ép đùn (đường kính: 75mm, L/D=45, kiểu ép nhẹ, một trục vít) có lắp khuôn hình chữ T, nylon 6 (độ nhớt tương đối: 3,03) chứa 0,1% khối lượng silic oxit có cỡ hạt trung bình 1,0 μ m được ép đùn thành dạng tấm từ lỗ khuôn hình chữ T trong điều kiện nhiệt độ 270°C. Cho sản phẩm dạng tấm này lên trục ép được điều chỉnh để có nhiệt độ bề mặt bằng 18°C, sản phẩm dạng tấm này được làm nguội nhanh để thu được màng polyamit không kéo căng có độ dày 150 μ m.

Màng thu được được kéo căng theo chiều dọc với hệ số mở rộng 2,7 bằng cách sử dụng máy kéo căng theo chiều dọc lắp với một dây trục lăn gia nhiệt khác nhau về tốc độ vành rìa và có nhiệt độ trục lăn bằng 55°C.

Màng được kéo căng một trục theo chiều dọc được phủ chất phủ hệ nước được điều chế giống như trong Ví dụ 1 bằng phương pháp phủ bằng lưới nạo có thổi khí. Tấm mỏng gồm màng được kéo căng một trục và chất phủ được đưa vào máy kéo căng theo chiều ngang, màng phủ được làm khô và nhiệt độ của màng tăng lên tới nhiệt độ gia nhiệt sơ bộ 60°C và thời gian gia nhiệt sơ bộ 3,5 giây, và sau đó tấm mỏng này được kéo căng theo chiều ngang với hệ số phóng đại 3,7 ở nhiệt độ kéo căng 90°C và thời gian kéo căng 3 giây. Sau đó, màng đã kéo căng được xử lý nhiệt trong điều kiện nhiệt độ cố định nhiệt là 215°C và thời gian cố định nhiệt là 5 giây để thu được màng polyamit dễ dính.

Trong màng polyamit dễ dính tạo ra, độ dày của màng nền polyamit là 15 μ m và độ dày của lớp lót là 0,060 μ m. Màng polyamit dễ dính được gia nhiệt ở 200°C trong 10 phút trong thiết bị nhiệt phân trong môi trường heli, và khí thoát ra được xác định bằng GC/MS để phát hiện trietylamin với lượng 0,43 μ g/g.

Ví dụ so sánh từ 1 đến 3

Trong mỗi Ví dụ so sánh từ 1 đến 3, chất phủ hệ nước có hàm lượng chất rắn 10% khối lượng được điều chế theo cách giống như trong Ví dụ 1 chỉ khác là so với Ví dụ 1, nhựa polyuretan làm thành phần chính của chất phủ hệ nước được thay đổi. Bằng cách sử dụng các chất phủ hệ nước này, màng polyamit dễ dính được tạo ra. Kết quả xác định với các màng này được thể hiện trong bảng 1.

Nhựa polyuretan được sử dụng là như sau.

Ví dụ so sánh 1: Hydran AP-40F (hàm lượng chất rắn: 22% khối lượng), sản phẩm của DIC Corp.

Ví dụ so sánh 2: Super Flex 361(SF-361) (hàm lượng chất rắn: 25% khối lượng), sản phẩm của Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.

Ví dụ so sánh 3: nhựa polyuretan hệ nước, Takelac W-615 (hàm lượng chất rắn: 35% khối lượng), sản phẩm của Mitsui Chemicals Polyuretans, Inc.

Ví dụ so sánh 4 và 5

Màng polyamit dễ dính được tạo ra theo cách giống như trong Ví dụ 1 chỉ khác là so với Ví dụ 1, độ dày của lớp lót là 0,010 μ m (Ví dụ so sánh 4) và 0,500 μ m (Ví dụ so sánh 5). Kết quả xác định với các màng này được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ so sánh 6

Màng polyamit kéo căng hai trục (nhãn hiệu hàng hóa: Emblem, độ dày: 15 μ m, sản phẩm của Unitika Ltd.) được phủ chất phủ hệ nước giống như trong Ví dụ 1 bằng phương pháp phủ bằng thanh dây Mayer, và sau đó chất phủ được làm khô trong điều kiện nhiệt độ sấy 120°C và thời gian sấy 10 giây để thu được màng polyamit dễ dính. Độ dày của lớp lót tạo ra là

0,060 μm . Kết quả xác định với màng polyamit dễ dính này được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ so sánh 7

Màng polyamit dễ dính được điều chế theo cách giống như trong Ví dụ so sánh 6 chỉ khác là so với Ví dụ so sánh 6, nhiệt độ sấy được thay đổi thành 160°C. Kết quả xác định trên màng này được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ so sánh 8

Màng polyamit dễ dính được tạo ra theo cách giống như trong Ví dụ so sánh 6 chỉ khác là so với Ví dụ so sánh 6, nhiệt độ sấy được thay đổi thành 200°C. Tuy nhiên, nhiệt độ sấy này là quá cao, và do đó màng bị co đến mức bị nhăn nên khó đưa màng lên trục lăn. Do đó, mặc dù có thể xác định các thành phần bazơ dễ bay hơi, không thể đánh giá độ bền tách lớp.

Ví dụ so sánh 9

Màng polyamit được tạo ra theo cách giống như trong Ví dụ 1 chỉ khác là so với Ví dụ 1, màng này không có lớp lót. Kết quả xác định với màng này được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1

	Nhựa uretan (A) của lớp lót			Chất hóa rắn (B)	Tỷ lệ trộn theo khối lượng (A/B)	Độ dày của lớp lót	Phương pháp sản xuất		Thành phần bazơ dễ bay hơi		Độ bền tách lớp chứa nước thấm ướt (N/cm)	Khả năng in		
	Tên	Độ bền kéo (Mpa)	Độ giãn dài (%)				Phủ	Phương pháp kéo căng	Lượng còn lại ($\mu\text{g/g}$)	Thành phần	Trước khi xử lý bằng nước nóng (X)	Sau khi xử lý bằng nước nóng (Y)	Y/X	Đánh giá độ dính của mực in sau khi xử lý bằng nước nóng
Ví dụ 1	KU-400SF	34	340	Không bổ sung	-	0,060	Trên dây chuyền	Đồng thời	0,08	TEA	3,5	2,6	0,74	2
Ví dụ 2	ADS-120	60	700	Không bổ sung	-	0,060	Trên dây chuyền	Đồng thời	Không xác định	-	3,8	3,1	0,82	3

Ví dụ 3	NeoRez R9679	42	350	Không sung	-	0,060	Trên dây chuyển	Đồng thời	Không xác định	-	3,8	3,0	0,79	2
Ví dụ 4	HW- 312B	22	700	Không sung	-	0,060	Trên dây chuyển	Đồng thời	Không xác định	-	3,2	1,9	0,59	3
Ví dụ 5	SF-460	25	750	Không sung	-	0,060	Trên dây chuyển	Đồng thời	Không xác định	-	3,3	1,8	0,55	3
Ví dụ 6	SF-410	40	250	Không sung	-	0,060	Trên dây chuyển	Đồng thời	Không xác định	-	3,2	1,8	0,56	2
Ví dụ 7	W- 6010	35	380	Không sung	-	0,060	Trên dây chuyển	Đồng thời	Không xác định	-	3,5	2,8	0,80	2
Ví dụ 8	KU- 400SF	34	340	Beckamine APM	100/100	0,060	Trên dây chuyển	Đồng thời	0,13	TEA	4,0	3,2	0,80	2
Ví dụ 9	KU- 400SF	34	340	Beckamine APM	100/200	0,060	Trên dây chuyển	Đồng thời	0,12	TEA	4,1	3,3	0,80	3

Ví dụ 10	KU-400SF	34	340	Beckamine APM	100/300	0,060	Trên dây chuyền	Đồng thời	0,11	TEA	3,9	3,0	0,77	3
Ví dụ 11	KU-400SF	34	340	Không bổ sung	-	0,030	Trên dây chuyền	Đồng thời	Không xác định	-	3,2	2,0	0,63	2
Ví dụ 12	KU-400SF	34	340	Không bổ sung	-	0,012	Trên dây chuyền	Đồng thời	0,21	TEA	3,8	2,6	0,68	2
Ví dụ 13	KU-400SF	34	340	Không bổ sung	-	0,240	Trên dây chuyền	Đồng thời	0,39	TEA	3,5	2,3	0,66	3
Ví dụ 14	KU-400SF	34	340	Không bổ sung	-	0,060	Trên dây chuyền	Đồng thời	0,43	TEA	3,0	2,0	0,67	2
Ví dụ so sánh 1	AP-40F	22	30	Không bổ sung	-	0,060	Trên dây chuyền	Đồng thời	0,23	TEA	1,8	1,2	0,67	1
Ví dụ so sánh 2	SF-361	14	1000	Không bổ sung	-	0,060	Trên dây chuyền	Đồng thời	Không xác định	-	3,1	1,0	0,32	3

Ví dụ so sánh 3	W-615	27	220	Không sung	-	0,060	Trên dây chuyền	Đồng thời	Không xác định	-	2,5	1,3	0,52	1
Ví dụ so sánh 4	KU- 400SF	34	340	Không sung	-	0,010	Trên dây chuyền	Đồng thời	Không xác định	-	2,3	1,8	0,78	2
Ví dụ so sánh 5	KU- 400SF	34	340	Không sung	-	0,500	Trên dây chuyền	Đồng thời	1,42	TEA	2,0	0,8	0,40	2
Ví dụ so sánh 6	KU- 400SF	34	340	Không sung	-	0,060	Sau	-	2,31	TEA	1,2	0,5	0,42	0
Ví dụ so sánh 7	KU- 400SF	34	340	Không sung	-	0,060	Sau	-	1,01	TEA	1,8	0,5	0,28	0
Ví dụ so sánh 8	KU- 400SF	34	340	Không sung	-	0,060	Sau	-	0,31	TEA				
Ví dụ so sánh 9	Không có lớp lót					-	-	-	Không xác định	-	1,9	0,2	0,11	0

Như được thể hiện trong Bảng 1, trong mỗi ví dụ, độ giãn dài của màng phủ và độ bền kéo của nhựa polyuretan, và độ dày của lớp lót nằm trong khoảng được chỉ ra theo sáng chế. Do đó, có thể tạo ra màng polyamit dễ dính cho phép tạo ra tấm mỏng trong đó độ bền tách lớp (X) khi có nước thấm ướt trước khi xử lý bằng nước nóng ở 120°C trong 30 phút bằng hoặc cao hơn 3 N/cm, và tỷ lệ (Y/X) của độ bền tách lớp (Y) khi có nước thấm ướt sau khi xử lý bằng nước nóng ở 120°C trong 30 phút với độ bền tách lớp (X) khi có nước thấm ướt là bằng hoặc cao hơn 0,5. Lượng thành phần bazơ dễ bay hơi thoát ra cũng nhỏ.

Ngược lại, mỗi Ví dụ so sánh có các vấn đề sau.

Trong mỗi Ví dụ so sánh từ 1 đến 3, độ giãn dài của màng phủ và/hoặc độ bền kéo của nhựa polyuretan là nhỏ hơn khoảng được chỉ ra theo sáng chế. Do đó, đặc tính bề mặt của lớp lót là không thích hợp để ghép lớp đã in trên lớp lót, và do đó độ bền tách lớp và độ dính bám của mực in trước khi xử lý chung cất không thỏa mãn yêu cầu.

Trong Ví dụ so sánh 4, độ dày của lớp lót nhỏ hơn khoảng được chỉ ra theo sáng chế. Do đó không tạo ra lớp lót đồng nhất, và màng thu được không thỏa mãn các tính năng cần thiết.

Trong Ví dụ so sánh 5, độ dày của lớp lót lớn hơn khoảng được chỉ ra theo sáng chế. Do đó lượng còn lại của các thành phần bazơ dễ bay hơi lớn hơn khoảng được chỉ ra theo sáng chế. Ngoài ra, điều này làm giảm đáng kể độ bền tách lớp sau khi xử lý chung cất, và các tính năng cần thiết không đạt được.

Trong mỗi Ví dụ so sánh 6 và 7, khi màng polyamit đã kéo căng được phủ chất phủ hệ nước, lượng nhiệt cung cấp cho chất phủ là quá nhỏ, và do đó lượng các thành phần bazơ dễ bay hơi thoát ra, tức là, lượng còn lại của các thành phần bazơ dễ bay hơi lớn hơn khoảng được chỉ ra theo sáng chế. Do đó, độ bền tách lớp sau khi xử lý chung cất giảm đi đáng kể và các tính năng cần thiết không đạt được.

Trong Ví dụ so sánh 8, khi màng polyamit đã kéo căng được phủ chất phủ hệ nước, lượng nhiệt cung cấp cho chất phủ là quá cao. Do đó, mặc dù lượng các thành phần bazo dễ bay hơi thoát ra nằm trong khoảng theo sáng chế, màng polyamit xảy ra hiện tượng co như được mô tả ở trên, nên khó đưa màng lên trục ép, và do đó màng polyamit không thể dùng làm sản phẩm công nghiệp.

Trong Ví dụ so sánh 9, không có lớp lót như được mô tả ở trên. Do đó, độ bền tách lớp sau khi xử lý chung cất giảm đi đáng kể, và do đó các tính năng cần thiết không đạt được.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Màng polyamit dễ dính bao gồm:

màng nền polyamit; và

lớp lót chứa nhựa polyuretan anion phân tán trong nước và không chứa nhựa melamin làm tác nhân hoá cứng, được tạo ra trên ít nhất một mặt của màng nền polyamit,

trong đó:

độ dày của lớp lót lớn hơn hoặc bằng $0,025\mu\text{m}$ và nhỏ hơn hoặc bằng $0,250\mu\text{m}$;

nhựa polyuretan anion phân tán trong nước có độ giãn dài của màng phủ bằng hoặc cao hơn 250% và độ bền kéo bằng hoặc cao hơn 20MPa; và

khi màng polyamit dễ dính được xử lý nhiệt trong môi trường khí heli ở nhiệt độ 200°C trong 10 phút, tổng lượng các thành phần bazơ dễ bay hơi thoát ra từ màng polyamit dễ dính là bằng hoặc nhỏ hơn $0,50\mu\text{g/g}$.

2. Tấm mỏng trong đó:

lớp keo và lớp hàn kín bằng nhiệt được ghép lớp theo thứ tự này, trực tiếp hoặc thông qua lớp trung gian là lớp mực in, trên lớp lót của màng polyamit dễ dính theo điểm 1; và

trong tấm mỏng này, độ bền tách lớp (X) khi có nước thấm ướt ở trạng thái ban đầu là bằng hoặc cao hơn 3 N/cm, và tỷ lệ (Y/X) là tỷ lệ độ bền tách lớp (Y) khi có nước thấm ướt sau khi xử lý bằng nước nóng ở nhiệt độ 120°C trong 30 phút với độ bền tách lớp (X) khi có nước thấm ướt ở trạng thái ban đầu là bằng hoặc cao hơn 0,5.

3. Phương pháp sản xuất màng polyamit dễ dính theo điểm 1, bao gồm các bước:

phủ ít nhất một mặt của màng nền polyamit trước khi kết tinh định hướng bằng chất phủ hệ nước chứa nhựa polyuretan anion phân tán trong nước và không chứa nhựa melamin làm tác nhân hoá cứng;

kéo căng hai trục màng nền polyamit cùng với chất phủ hệ nước đã phủ; và

kết tinh định hướng màng nền polyamit bằng cách xử lý nhiệt màng nền polyamit sau khi kéo căng hai trục.

4. Phương pháp sản xuất màng polyamit dễ dính theo điểm 3, trong đó bước kéo căng hai trục đồng thời được thực hiện.

5. Phương pháp sản xuất màng polyamit dễ dính theo điểm 1, bao gồm các bước:

kéo căng một trục màng nền polyamit theo hướng thứ nhất;

phủ ít nhất một mặt của màng nền polyamit đã kéo căng một trục bằng chất phủ hệ nước chứa nhựa polyuretan anion phân tán trong nước và không chứa nhựa melamin làm tác nhân hoá cứng;

kéo căng một trục màng nền polyamit cùng với chất phủ hệ nước đã phủ theo hướng thứ hai vuông góc với hướng thứ nhất; và

sau đó kết tinh định hướng màng nền polyamit bằng cách xử lý nhiệt màng nền polyamit này.