

一般論文

OPP/CPP フィルムの熱接合部の力学的特性に 及ぼす接合圧力の影響

橋本由美*, 橋本 静生*, 山田和志**, Yew.W.Leong**, 濱田泰以**

Effect of Heat Sealing Pressure on Mechanical Properties of Heat-sealed Parts of OPP/CPP Film

Yumi HASHIMOTO*, Yasuo HASHIMOTO*, Kazushi YAMADA**,
Y.W.Leong** and Hiroyuki HAMADA* *

OPP/CPPフィルムの熱接合部について、はく離試験、円孔引張試験、SEM観察、偏光顕微鏡観察、複屈折測定を行い、力学的特性や、モルフォロジーの接合圧力による変化を検証した。はく離試験の結果、0.03MPaという低い圧力において、高いはく離強度を示し、0.1MPa以上では、はく離強度が低下したが、圧力を増加させても変化はみられなかった。円孔引張試験の結果、圧力による引張強度の差はみられなかった。SEM観察および光学顕微鏡観察の結果、接合圧力0.1 MPa以上では2枚のフィルムが完全に熱接合されていた。しかし、0.03 MPaにおける試料では、接合面に断熱効果の高い気泡が存在し、その接合面積は、より高い圧力でシールしたサンプルの半分程度になっていた。相対的に狭い接合面が集中的に加熱された結果、該接合面における分子鎖の絡み合いが増大してはく離強度が増したものと考えられる。

In this study, the effect of heat sealing pressure on mechanical properties and morphology of heat-sealed parts of OPP/CPP film was investigated. Mechanical properties were evaluated by peel test and tensile test with circular notch. Morphology of heat-sealed parts was observed by SEM and birefringence technique using polarized optical microscope. The highest peel strength was observed at low heat sealing pressure of 0.03MPa. However, there was no remarkable change on peel strength at high heat sealing pressure over 0.1MPa. And there was no remarkable change on tensile strength with circular notch at all heat sealing pressure.

The SEM and polarized microscope observation results exhibited fully heat seal over 0.1 MPa heat sealed pressure. On the other hand, the air bubble with a high insulating effect exists at the adhesion interface of 0.03 MPa heat sealed specimen, and the substantive adhesion area was approximately half size as compared with a higher heat sealed pressure specimen. Therefore, this narrow adhesion area can be heated intensively and be enhanced the entanglement effect of molecule resulting in increasing peel strength.

キーワード: 接合圧力, OPP/CPP フィルム, はく離試験, 円孔引張試験, SEM 観察, 偏光顕微鏡観察, 複屈折測定

Keywords : heat sealing pressure, OPP/CPP film, peel test, tensile test with circular notch, SEM, polarized optical microscope, birefringence

* 富士インパルス株式会社 〒561-0934 大阪府豊中市庄内栄町 4-23-18

Fuji-impulse Co., Ltd. 4-23-18, Syounaisakaemachi, Toyonaka-shi, Osaka 561-0834, Japan TEL: 06-6335-1850,

** 京都工芸繊維大学

1. 緒言

2 軸延伸ポリプロピレン/無延伸ポリプロピレン(OPP/CPP)ラミネートフィルムは、ヒートシール性の良い CPP と、耐湿性のある OPP をラミネートすることによって、双方の特性を兼ね備えたフィルムで、一般的な包装材として広く使われている。

過去の研究で、OPP/CPP フィルムについて、熱接合部の力学的特性に及ぼす、接合温度の影響について検討された¹⁾。その研究では、OPP/CPP フィルムにおける最適な接合温度は「ヒーターを覆っているガラステープに接した面」の温度が 140℃であることが述べられている。本研究では、適切とされる接合温度 140℃において接合圧力を変化させた場合の熱接合部の力学的特性および高次構造を、はく離試験、円孔引張試験、走査型電子顕微鏡 (SEM)、偏光顕微鏡を用いて検討したので報告する。

2. 実験方法

2.1 使用フィルム

試料は、二軸延伸ポリプロピレンフィルム(OPP) (パイレンフィルム-OT, P-2161, 厚さ 25 μ m, 東洋紡績(株)製)と、無延伸ポリプロピレンフィルム(CPP)(パイレンフィルム-CT, P-1128, 厚さ 20 μ m, 東洋紡績(株)製)をウレタン系接着剤でラミネートしたフィルム(OPP/CPP)を用

いた。

2.2 熱接合装置と接合方法

熱接合装置には、温度センサーをヒーターの裏側に内蔵し、クローズドループで温度制御の可能なインパルス式オートシーラー (加熱出力 1.5kW, 富士インパルス社製) を用いた。熱接合部分の模式図を Fig.1 に示す。

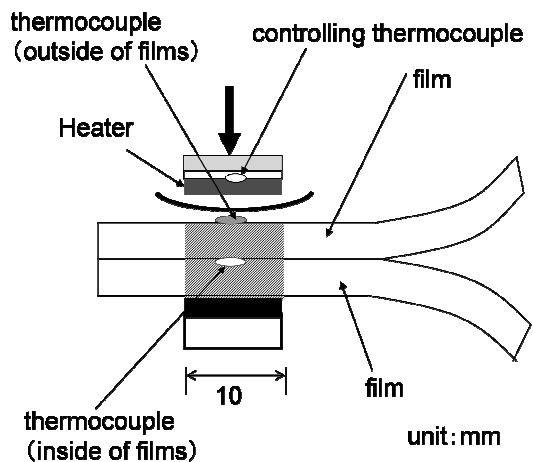


Fig.1 Schematic diagram of heat sealing

各加熱温度の試験片作成においては、プラスチックフィルムを圧着板と受け板の間に挟み込み、設定圧力まで加圧した後に 140℃まで加熱した。設定温度到達後、実験装置の最も短い接合温度保持時間である 0.1sec 保持し、加圧下で自然冷却した後、フィルムを開放した。自然冷却時間は 5.0 sec とした。本研究で用いた熱接合方法は、片側加熱であるため、接合時、フィルムの接合面 (内側) とヒーターに接した面 (外側) では温度差が生

じる．以後、接合温度とは「ヒーターを覆っているガラステープに接した面の温度」とし、接合温度 140℃とは「ガラステープに接した面」の最高設定温度を 140℃にして熱接合したことを示す．接合面は CPP 面とし、熱接合時の圧力は 0.03, 0.1, 0.2, 0.4, 1.0 MPa に設定した．

2.3 はく離試験

Fig.2(a)に示すように、はく離試験は、幅 15 mm、長さ 100 mm の試験片を MD（機械の巻き取り方向）、TD(MD に垂直方向)に切り出し、接合幅 10 mm のうち 5 mm 幅まで PET フィルム(厚さ 12 μ m)を挟み、PET を挟んだ側の熱接合部を中心に 180°開き、つかみ具間距離 50 mm、試験速度 300 mm/min での引張試験によって行った．PET フィルムを挟む理由として、PET フィルムは 140℃では融解せず、また試料フィルムとも融着しないため、試験片は幅 5mm で熱接合される．それによって、はく離は、熱接合境界部ではなく、

熱接合部内で開始されることになる．引張試験にはインストロン型万能試験機（3366 型、インストロン社製）を用いた．

2.4 円孔引張試験

実際の破損事例は、必ずしも「界面はく離」だけではなく、接合部での破壊も含まれる為、円孔引張試験にて、「熱接合部自体」の強度、破断形態について検討した．Fig.2(b)に示すように、幅 15 mm、長さ 100 mm の試験片を MD, TD に切り出し、熱接合部で破断するように半径 5 mm の切り欠きを両側に施した．試験条件は、つかみ具間距離 50 mm、試験速度 20 mm/min とした．

2.5 SEM 観察

走査型電子顕微鏡（SEM, JSM-5200, 日本電子社製）を用いて観察を行った．電子線の加速電圧は 20 kV で測定した．倍率 350 倍において、接合温度 140℃における、接合圧力 0.03, 0.1, 0.4, 1.0 MPa で熱接合した試験片断面を観察した．

2.6 偏光顕微鏡観察

偏光顕微鏡（ECLIPSE E600 POL, ニコン社製）を用いて偏光顕微鏡観察および複屈折測定を行った．観察用試験フィルムの接合温度は 140℃とし、接合圧力は 0.03, 0.4, 1.0 MPa とした．クロスニコル下において各条件の試料フィルムを観察し、撮影を行った．また、クロスニコ

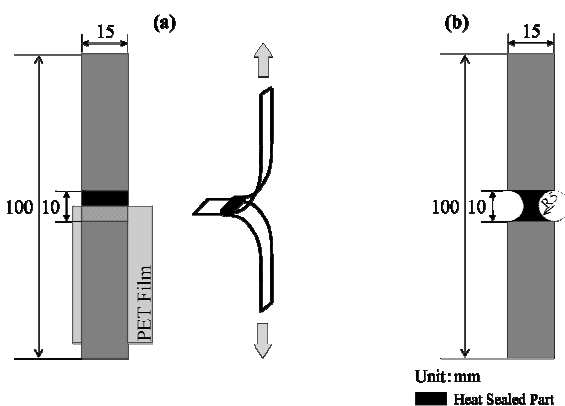


Fig.2 Specimen
(a) peel test (b) circular notch test

ル下でコンペンセーターを挿入し、試料フィルムの複屈折測定^{2, 3, 4)}も同時に行った。複屈折は、コンペンセーターの中心角からの正負ずれ角度 (i) を計測し、その値よりレタデーションを算出した。複屈折 (Δn) は次式より求め、グラフ化した。

$$\Delta n = R/d$$

ここで、d: 試料の膜厚 (単位: nm)、レタデーション R は、

$$R = 10000f(i) \times 0.904$$

で表され、0.904 は本実験で用いた光学定数、10000f(i)は、ベレック・コンペンセーター換算表より算出した。

3. 結果

3.1 はく離試験

Fig.3 に、はく離試験の典型的な荷重－変位線図を示す。TD, MDともに、0.1-1.0 MPa では、0.03 MPa と比較して最大荷重は低く、延性破断した。しかし、0.03 MPa では、強度が高く、脆性破断している試験片がみられた。特に MD において、その傾向は顕著であった。

Fig.4 に、はく離後試験片の外観写真と、試験片外観の分類を示す。試験片外観および破断状態は、下記の 6 種類であった。(MD)

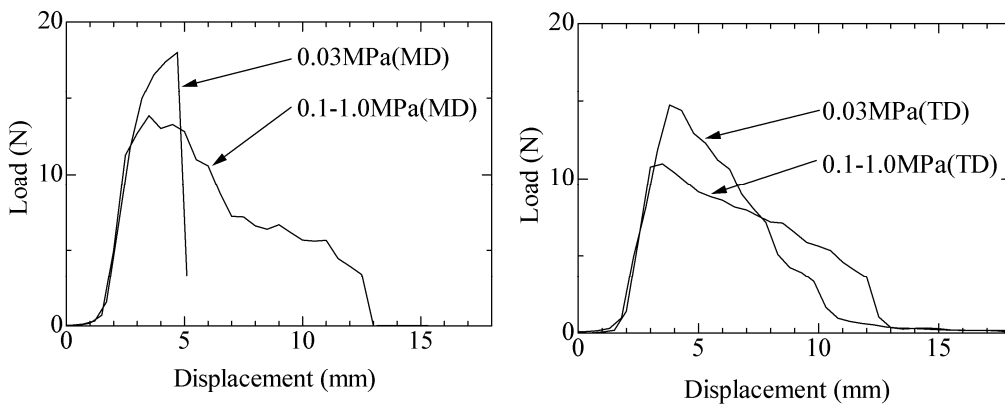


Fig.3 Load displacement curves of peel test

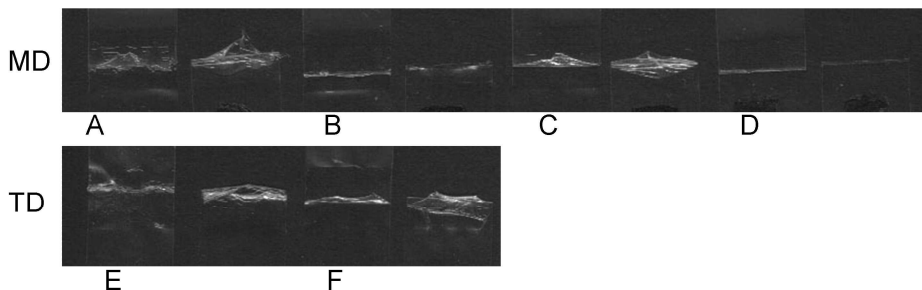


Fig.4 Specimen after peel test

A : 気泡多, CPP 伸び, 界面付近で凝集破壊

B : 気泡多, CPP 伸び無, 界面付近で凝集破壊、断面粗い

C : 気泡無, CPP 伸び, 界面付近で凝集破壊

D : 気泡無, CPP 伸び無, エッジ切れ、断面滑らか

(TD)

E : 気泡多, CPP 伸び, 界面付近で凝集破壊

F : 気泡無, CPP 伸び, 界面付近で凝集破壊

Table 1 に示すように, MD においては, 0.03 MPa では, 4 点が A), 1 点が B), 0.1 MPa, 0.2 MPa, 0.4 MPa では全て C), 1.0 MPa では, 4 点が C), 1 点が D) であった. TD においては, 0.03 MPa では, 全て E), 0.1 MPa 以上では全て F) であった.

Fig.5 に, はく離試験の結果を示す. MD の引張試験片 (以後 MD とする) において, 接合圧力 0.03 MPa では約 18 N/15 mm, 0.4 MPa では約 15 N/15 mm と, 圧

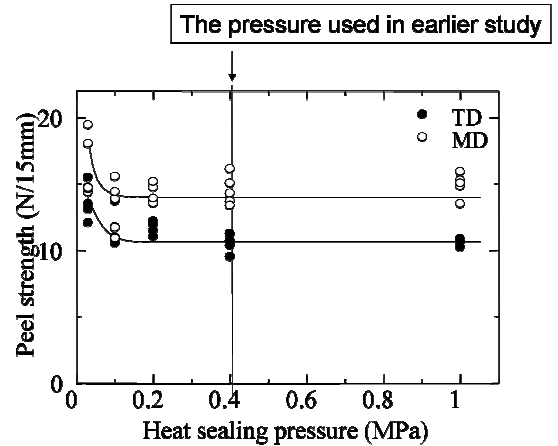


Fig.5 Peel strength as a function of pressure (140°C)

力の上昇に伴って, はく離強度は低下したが, 0.4 MPa と 1.0 MPa では差がなかった. TD の引張試験片 (以後 TD とする) においても, 同様の傾向がみられたが, TD は, 全ての圧力において MD よりもはく離強度は約 30 % 低かった.

3.2 円孔引張試験

Fig.6 に, 円孔引張試験・荷重-変位線図を示す. TD においては, 全ての試験片が脆性破断, MD においては, 全ての試験片が延性破断であった.

Table 1 Fracture patterns of specimen after peel test

MD140°C					
No	1	2	3	4	5
0.03MPa	A	A	A	B	A
0.1MPa	C	C	C	C	C
0.2MPa	C	C	C	C	C
0.4MPa	C	C	C	C	C
1.0MPa	C	D	C	C	C

TD140°C					
No	1	2	3	4	5
0.03MPa	E	E	E	E	E
0.1MPa	F	F	F	F	F
0.2MPa	F	F	F	F	F
0.4MPa	F	F	F	F	F
1.0MPa	F	F	F	F	F

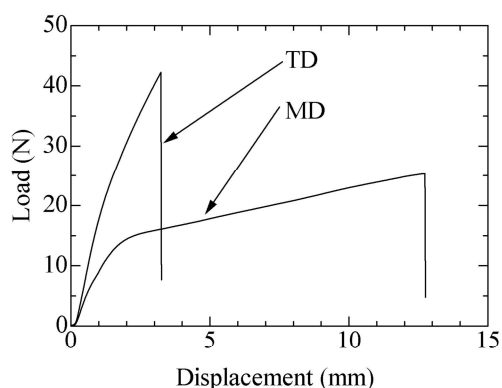


Fig.6 Load displacement curves of tensile test with circular notch

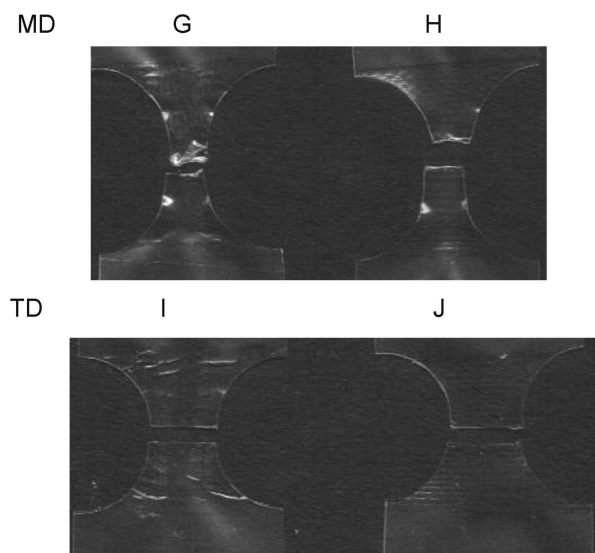


Fig.7 Specimen after tensile test with circular notch

Fig.7 に、円孔引張試験後試験片の外観写真とその分類を示す。試験片外観および破断状態は、下記の 4 種類であった。

G : 気泡多, 伸び, 破断

H : 気泡無, 伸び, 破断

I : 気泡多, 伸び無, 破断

J : 気泡無, 伸び無, 破断

Table 2 に示すように MD においては 0.03 MPa では全て G), 0.1 MPa 以上では全て H)であった。TD においては 0.03 MPa では全て I), 0.1 MPa 以上では全て J)であった。

Fig.8 に、円孔引張試験の結果を示す。はく離強度とは逆に、TD では約 80 MPa, MD では 50 MPa であり、MD のほうが TD より約 40%低かったが、圧力による違いは見られなかった。これは、OPP フィルムが、TD に強く延伸されているためであると考えられる。

3.3 SEM 観察

Fig.9 に、熱接合フィルムの断面層の SEM 画像を示す。接合圧力 0.03 MPa においては、接合部分と非接合部分が観察されたことがわかった。しかし、0.1 MPa

Table 2 Fracture patterns of specimen after tensile test with circular

MD140°C					
No	1	2	3	4	5
0.03MPa	G	G	G	G	G
0.1MPa	H	H	H	H	H
0.2MPa	H	H	H	H	H
0.4MPa	H	H	H	H	H
1.0MPa	H	H	H	H	H

TD140°C					
No	1	2	3	4	5
0.03MPa	I	I	I	I	I
0.1MPa	J	J	J	J	J
0.2MPa	J	J	J	J	J
0.4MPa	J	J	J	J	J
1.0MPa	J	J	J	J	J

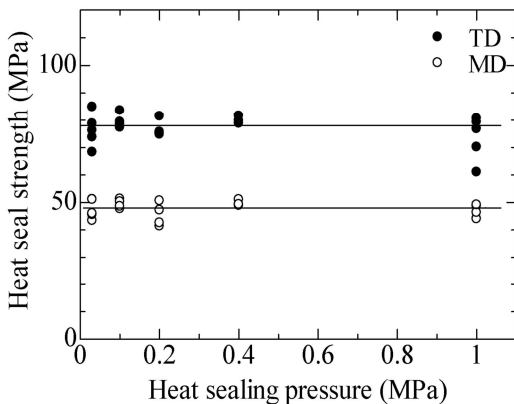


Fig.8 Heat seal strength by tensile test with circular notch as a function of pressure (140°C)

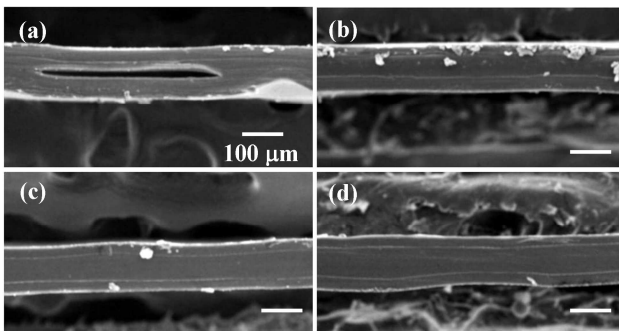


Fig.9 SEM micrograph of lateral direction of heat sealed parts: (a) 0.03 MPa, (b) 0.1 MPa, (c) 0.4 MPa, (d) 1.0 MPa

以上においてフィルム界面は消失し、完全に接合されていた。また、低圧力 (0.03 MPa) では空気層が観察され、フィルム加工製品として応用するには不適切であることが明らかになった。

3.4 偏光顕微鏡観察

Fig.10 (a)(b)(c)に、接合温度 140°C の時における、ヒーター面側の熱接合部の偏光顕微鏡写真を示す。CPP の融点は 140°C

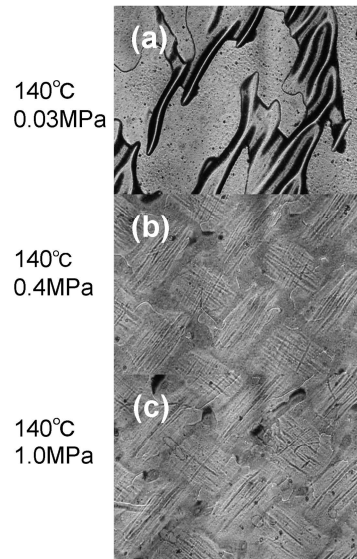


Fig.10 The polarization microscope photograph(140°C)

付近にあり、本実験で行った条件下においても OPP/CPP フィルム表面層は融解していることが示唆される。接合圧力 0.03 MPa の場合、フィルムが融解しているにもかかわらず、圧力が小さいために、2 枚のフィルム間の空気層が完全に排出されることなく、固化・接合していることが Fig.10(a)より観察された。一方、接合圧力を 0.4 MPa, 1.0 MPa と増加させた場合には、Fig.10(b)と(c)に見られる様に、フィルム表面上にヒーター表面のガラスクロス痕が明瞭に転写されていることが確認された。また、140°C, 0.4 MPa, 1.0 MPa という条件下では 2 枚のフィルム間における残留空気層は観察されなかったことから、十分に熱接合されていることが示唆された。

Fig.11 に、接合温度 140°C における接合

圧力と複屈折との関係を示す。本研究における測定結果では、接合圧力の違いによる複屈折の大きな変化は認められなかった。ヒーター側フィルム内の複屈折は0.0048～0.0055の範囲内であり、またヒーターと反対側のフィルム内の複屈折は0.0038～0.0040であった。また、熱処理していない OPP/CPP フィルムの複屈折測定値は0.0047であった。これらの結果より、熱がよく伝わっていると考えられるヒーター側フィルム内の複屈折は、未処理のフィルムと比べて増加していることが明らかとなった。一方、反ヒーター側のフィルムにおける複屈折は、熱接合により低下していることが明らかとなった。

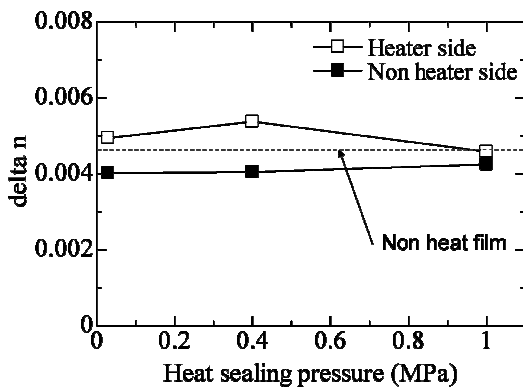


Fig.11 The birefringence as a function of pressure (140°C)

4. 考察

本研究で用いている試料フィルムは、OPP/CPP のラミネートフィルムであり、

OPP フィルムは 2 軸延伸フィルムである。この様な延伸フィルムは、フィルムの延伸方向に対してフィルム内の分子が配向していることは一般的によく知られている。そのため、熱の印加量あるいは影響が比較的大きいと考えられるヒーター側のフィルムでは熱により部分的に結晶化が誘引されたために、フィルム内の複屈折が増加したと考えられる。また、反ヒーター側のフィルムにおいては、熱による影響がヒーター側と比較して小さいために結晶化を誘引することはできず、むしろ熱によるフィルム内の分子配向の熱緩和が優先的に生じた結果、フィルム内の複屈折が減少したと考えられる。

Fig.12 に、0.03 MPa で作製したサンプルの光学顕微鏡写真の画像解析結果を示す。一般的に、空気は材料と比較して密度が極端に低いため、断熱効果がある。そこで、光学顕微鏡写真の画像解析を行ったところ、接着面積は、全面積の約半分であることが明らかとなった。すなわち、ヒーター側のフィルムから反ヒーター側のフィルムへの、熱伝導する際の伝達面積も半分になると考えられる。そのため 2 枚のフィルムの接合部分は、Fig.13 のようになっていることが示唆される。すなわち、0.03 MPa で作製したサンプルは、その他の条件 (0.1 MPa 以上) で作製したサンプルよりも高温に熱せられ、フィルム界面の分子鎖の絡み合い層の厚みが増加し、絡み合い効果が向上する。

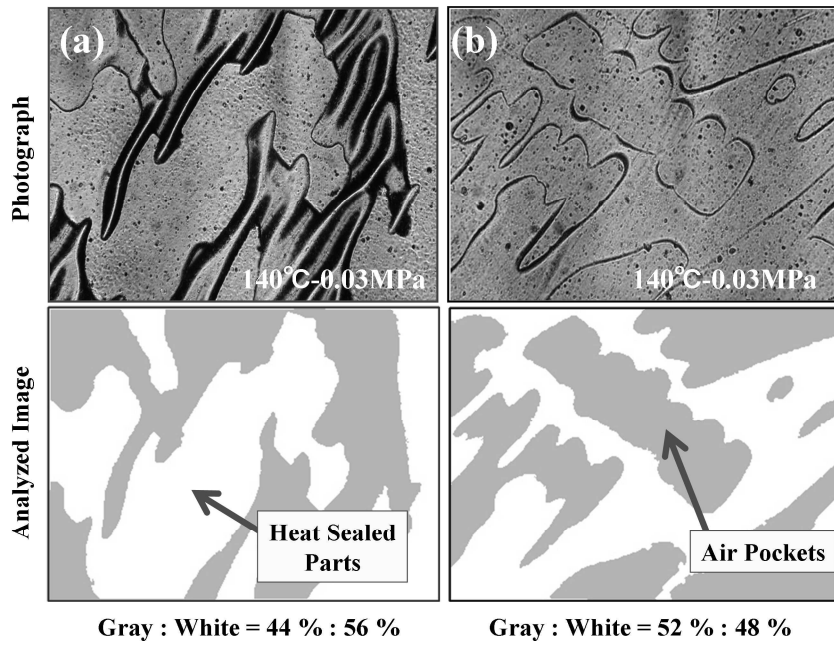


Fig.12 Analyzed Image of the light microscopy photograph

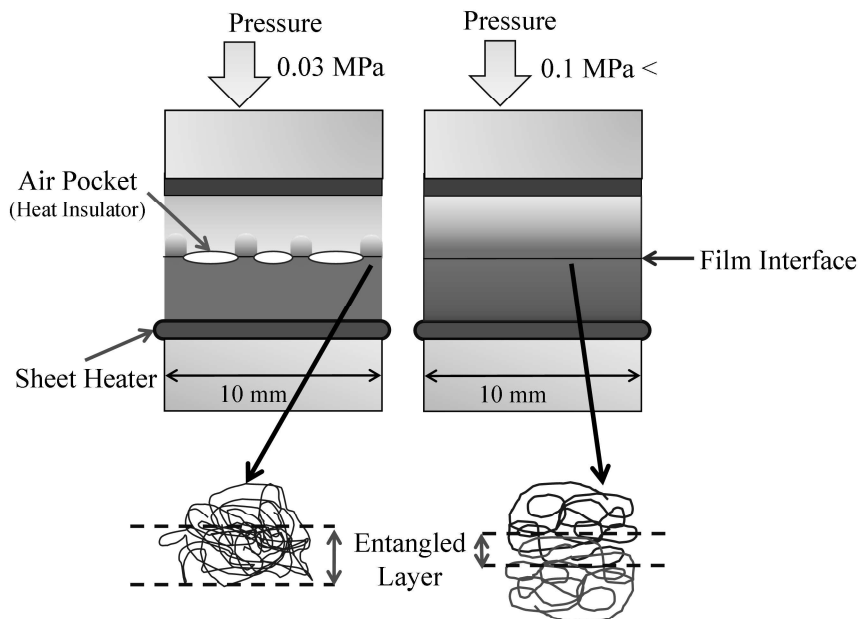


Fig.13 The scheme of heat sealing part

その結果，はく離試験において，全試料中で最大のはく離強度を示したものと考えられる．

5. 結言

OPP/CPP フィルムの熱接合部について，はく離試験，円孔引張試験を行い，力学的特性評価，SEM 観察，偏光顕微鏡観察，複屈折測定を行い，モルフォロジーの接合圧力による変化を検証した．SEM 観察および光学顕微鏡観察の結果，接合圧力 0.1 MPa 以上では 2 枚のフィルムが完全に熱接合されていたが，0.03 MPa における試料では，2 枚のフィルム間に残留気泡が観察された．一般的に，空気は材料と比較して密度が極端に低いため，断熱効果がある．そのため接着している部分において 0.03 MPa で作製したサンプルは，0.1 MPa 以上で作製したサンプルよりも高温に熱せられ，フィルム界面の分子鎖の絡み合い層の厚みが増加し，絡み合い効果が向上した結果，高いはく離強度を示したことが示唆された．

<参考文献>

- 1) Y. Hashimoto, U. S. Ishiaku, Y. W. Leong, H. Hamada, T. Tsujii, Polymer Eng. Sci., 46(2), 205(2006)
- 2) 麴谷雄士，伊藤浩志，プラスチック成形品の高次構造解析入門，日刊工業新聞社，p.66(2006)
- 3) K. C. Cole, Polymer 40, 3505 (1999)
- 4) J. A. Davidson, Polymer 41, 3357 (2000)

(原稿受付 2010 年 12 月 13 日)

(審査受理 2011 年 5 月 30 日)