

「ヒートシールの数量化管理の研究」

〔第2報〕：包装材料毎の溶着温度の確定法の開発

菱沼一夫*

Study of Quantative Control for Heat Sealing Technology

[2nd Report] The development of decision method of the welding temperature
of the packaging every material.

Kazuo HISHINUMA*

プラスチックの包装資材のほとんどの封緘にはヒートシールが使われる。ヒートシールは、(1) 包装材料の溶着層の溶融温度を知る。(2) 溶着層を溶融温度以上に加熱する。(3) 適正加熱温度に到達する時間の制御を行う。ことによって完成する。従来は材料毎の溶着温度の測定が困難だったので、ヒートシール後の試料の引き裂きテストや溶着状態の観察の間接的な方法によっていた。このために包装材料の最適条件の適用やヒートシールの定量的な信頼性の保証が困難であった。

本報告は溶着面温度測定法；“MTMS” で得られたデータから容易に包装材料毎の熱特性と溶着面温度ベースヒートシール強さを得る方法に付いて論じる。

キーワード：溶着面温度測定法、溶着面温度、熱変性、ヒートシールのシミュレーション

The heat sealing is used for most sealing of plastic packaging material. The heat sealing is completed by following elements.

- (1) The melting temperature of welding layer of packaging material is known.
- (2) The welding layer is heated over the melting temperature.
- (3) The time which reaches the proper heating temperature is controlled.

Usually the welding temperature of the every material has been estimated by the indirect method of tear test of the sample of the heat sealing or observation of the welding condition, because the direct measurement was difficult until now.

Application of optimum conditions of the packaging material and guarantee of the quantitative reliability of the heat sealing were difficult for this reason.

This paper discusses the method for obtaining heat characteristic and melting surface temperature based heat sealing intensity of packaging every material from the data, which acquisitioned by *The Measuring Method for Temperature of Melting Surface* : “MTMS” in the easiness.

Keywords : “MTMS”, Heat Seal, Melting Surface Temperature, Thermal denaturation,
Simulation of the heat sealing.

*菱沼技術士事務所 (〒212-0054 川崎市幸区小倉 1232) :

HISHINUMA CONSULTING ENGINEER OFFICE 1232 Ogura Saiwai-Ward Kawasaki 212-0054, Japan

1. 緒言

1.1 本研究の概要

プラスチックの包装資材のほとんどの封緘にはヒートシールが使われる。

ヒートシールは

- (1) 包装材料の溶着層の熔融温度を知る
- (2) 溶着層を熔融温度以上に加熱する
- (3) 適正加熱温度に到達する時間の制御を行うことによって完成する。

従来は、溶着の完成を加熱後の試料の溶着面の引き裂きテスト^{1) 2)}や観察によっていた。

従来法では、溶着条件以上の加熱が行われていることの定性的な確認はできる。

しかし、従来法では加熱が適正条件か過加熱かの識別は困難であり、適正条件を調節することはできなかった。

このために、過加熱による材料の熱変性を起こし、ピンホールやエッジ切れ等の包装の基本機能を失う不具合の発生源になっている。

従って、基本となる溶着層（ヒートシーラント）の熔融特性を正確に把握する必要がある。

材料の熔融等の熱特性を知る方法として、走査式熱示差熱量計（DSC）が知られているが、この方法は高度な試験操作の技能が要求されるので膨大な回数のヒートシールの管理の現場には適さない。

更にこの試験結果で得られた結果と実際のヒートシール強さとの関連を定量的に比較評価する方法が未だ確立されていない。

本研究は少量の包装材料を用いて実際のヒートシール条件に準じた状態での溶着面温度の測定情報を演算処理することによって容易に熱特性を取得し、適正な溶着温度の取得と

加熱時間を確定する方法を開発した³⁾。

本報で用いる溶着面温度の測定は、本研究の [第 1 報]：溶着面温度の直接測定法 [“MTMS”] の開発を用いた。

2. 理論

2.1 物質の熱変性特性の測定方法

物質は加熱によって固体、液体、気体に変態することが知られている。

固体、液体、気体の各状態では、熱挙動に相違があるので、変態境界では加熱変化に対して、当該物質の温度上昇に変曲点が現れる。物質に時間と共に上昇/下降の加熱/冷却を行うことによってこの変曲点の検知を行えば、固化、液化、ガス化点の温度の計測が可能となる。

DSC ではサンプルを封入した微小容器に超低速の上昇/下降の温度変化を与え、物質の熱吸収/放熱によって発生する微小容器と周囲との温度差を補完する加熱を微小容器に行う。各温度点における補完加熱電流の単位時間当たりの積分値の相違から容器内の物質の熱特性の測定をしている。この方法では物質の熱容量を測定している。この方法では加熱している物質の加熱の均一上昇の是非が測定精度に直接関与するので加熱/冷却速度は物質全体の熱容量による応答速度よりかなり遅くする必要がある。

更に加熱速度の変動を小さくする必要があり、精密に調節された装置と技能を必要とする。

筆者は、物質の表面からの加熱による内面に到達する熱流の温度変化を測定することによって変態現象を検知できることに着目した。

2.2 「溶着面温度測定法」；“MTMS”を用いた熱変性の検知方法

2.2.1 溶着面温度の採取

試料の溶着層を内側にして向かい合わせ面に微細センサーを挿入設置する。

同一温度に調節した加熱体をテフロンシート等の熱流調節材を介して圧着加熱を行う。微細センサーによって加熱面の1点の温度応答を測定する。

溶着面に対する加熱は「ステップ応答」になる。この構成を図1に示した。

検出温度情報は到達熱量の測定であるので、試料が複合フィルムの場合には複合の熱伝導を測定することになる。

従って各層の温度特性の個別識別は困難である。そして加熱源に近い表層側の変性の検出が早期に現れる。

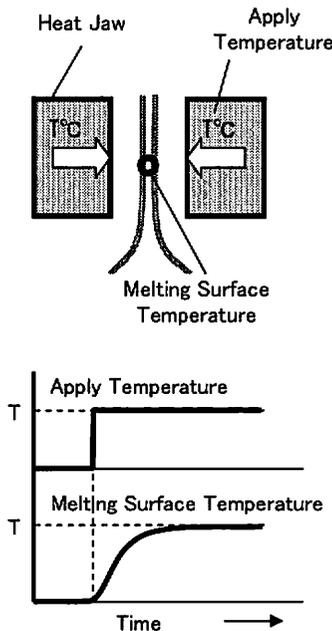
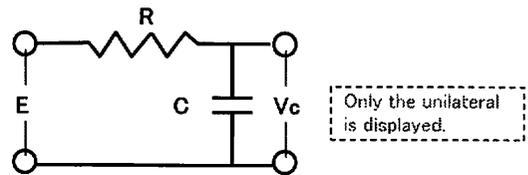


Fig. 1 Step Response of Melting Surface Temperature

2.2.2 溶着面温度の情報の演算処理法

物体を加熱体に接触させた時の物体の温度上昇は図2に示した(片側のみを示した)電気的回路形1次回路(本研究の場合は加熱によって熱特性が変化しない系)によって表すことができる。



E: Apply temperature of Heat Jaw
Vc: Melting Surface Temperature
R: Heat Flow Resistance
C: Heat Capacitance

Fig. 2 Simulation Circuit of Heating

この系のステップ応答は次式で表すことができる。

$$Vc = E (1 - e^{-t/CR+D}) \quad (1)$$

$$\frac{dVc}{dt} = K_1 - E (1 - e^{-t/CR+D}) \quad (2)$$

$$\frac{d^2Vc}{dt^2} = K_2 - E (1 - e^{-t/CR+D}) \quad (3)$$

この3式を図示すると図3のようになり、ステップ応答の1次、2次微分値は連続で一定値に収斂する。図4(a)に示すように不連続点があると1次微分値は図4(b)のように変化の傾斜値をしめす。2次微分値は図4(c)に示すように変曲点の方向によって(+), (-)に符号化された結果を示す。この演算方法を実際の溶着面温度の解析に適用すると加熱温度に関係なく変曲点を容易に検出するのに都合がよい^{4) 5)}。

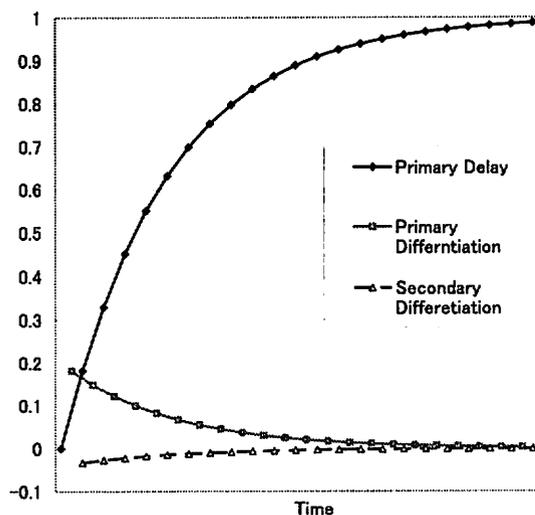


Fig. 3 Differentiation Result of Primary Delay Response

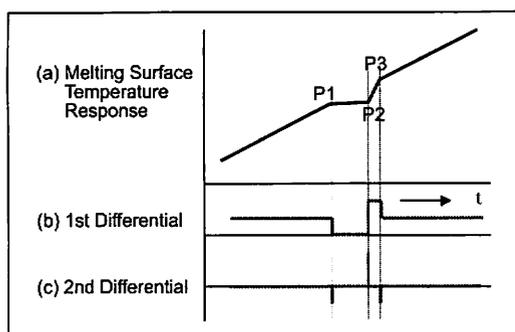


Fig. 4 A differentiation processing result in case there is a discontinuous point

2.2.3 溶着面温度の情報の演算処理結果とヒートシールの溶着仕上がりの対比

溶着面温度データを演算して得られた変曲点情報は材料の熱変性特性であるが、ヒートシールの解析に必要なとされる溶着状態を直接的に示すものではないので、この情報をヒートシール管理に適用する場合には、溶着面温度ベースのヒートシール試験を行いヒートシール強さとの相関を確認する必要がある。

2.3 溶着面温度測定法；“MTMS” と DSC との比較

プラスチック材料の熱特性には走査式熱示差熱量計（DSC）がよく使われている。

この方法と溶着面温度測定法；“MTMS” の相違に触れる。

DSC は被加熱物の温度応答速度より遅い加熱／冷却を行う。各温度帯の試料の熱反応による発熱／吸熱によって起こる周囲温度との差を同一になるように補完加熱調節を行い補完エネルギー（加熱電流）を演算して熱変性を測定している“積分型”計測法である。一方“MTMS”は透過熱流（量）の変化を直接測定する“微分型”計測法と言える。微分型なので変化点温度の計測感度は高いが熱反応の定量化測定は難しい。

2.4 従来法の課題

従来は包装材料の熱特性データの生産現場への展開に難点が多かった。

その理由は

- (1) 熱特性とヒートシール強さの関係が明確でなかった。
- (2) 選択された加熱温度の正確な実施を保証する検証方法がなかった。
- (3) そのために Peel Seal ゾーンの使用の選択ができず、オーバーヒートの危険のある高温加熱レンジが経験的に使用されていた。

3. 実験

ヒートシールの定量的管理の与件である個別の包装材料の溶着温度確定の実験結果を次に論ずる。

3.1 昇温速度の抑制

溶着面温度測定では試料を通過する熱流を測定している。試料は厚さを持っており加熱によって表面と溶着面には熱傾斜が発生する。この熱傾斜は加熱体と試料の接触面の熱抵抗によって決定される。金属との直接接触が最も早い。熱変性を起こす材料が厚い場合熱容量に見合った伝達遅れが起こる。又、表層が熱変性を起こし始めると溶着面への熱流

は更に抑制される。測定された熱変曲点温度は表面温度と溶着面温度の熱流遅れの温度傾斜分だけ低めに出てしまうことが分かった。この遅れはセンサーの応答遅れより大きいのでセンサーの遅れではない。

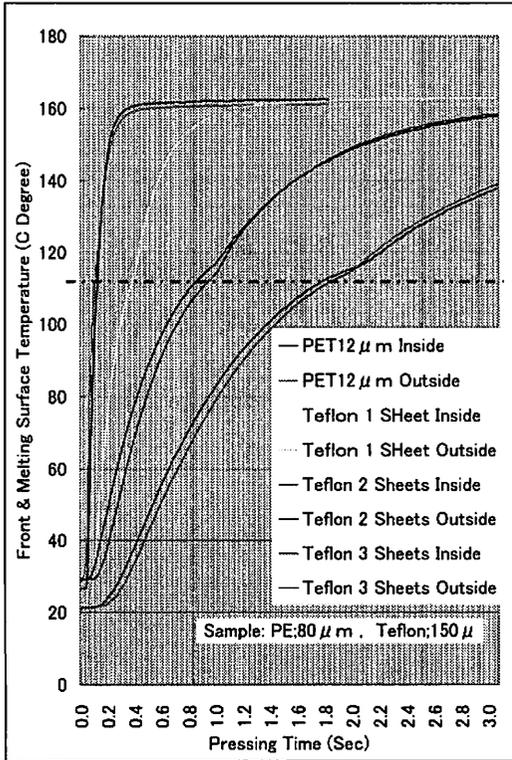
温度傾斜を極小化するために熱流を制御(抑制)する必要があった。

加熱体と被加熱試料の間に熱抵抗体としてテフロンシートを挿入して、熱流を制御した。

テフロンシートを複数枚挿入し試料の表面温度と溶着面温度を同時測定して熱流制御の適正を測定した。

熱流制御の検証事例を図5に示した。

図5の材料表面温度を<Outside>、溶着面温度を<Inside>と表示した。この知見は加熱源の熱供給能力によって溶着面温度の応答が変わることを示している。



(a) Temperature response data of a front surface and melting surface

Cover Number	In Side (°C)	Out Side (°C)	ΔT (°C)	Attainment time(Sec)
Non	99.5	110.8	11.3	0.08
1	105.0	111.8	6.8	0.30
2	108.5	112.3	3.8	0.84
3	110.6	112.0	1.4	1.70

(b) The difference of temperature (ΔT) near 112 °C is actual.

Fig. 5 The example of heat flow control of heating

3.2 近似微分演算の巾選択

近似微分解析は図6に示した差分方法を使った。

熱流制御して得られた溶着面温度データをデジタル変換してパソコンに取り込む。

本研究では測定データのA/D変換能力が

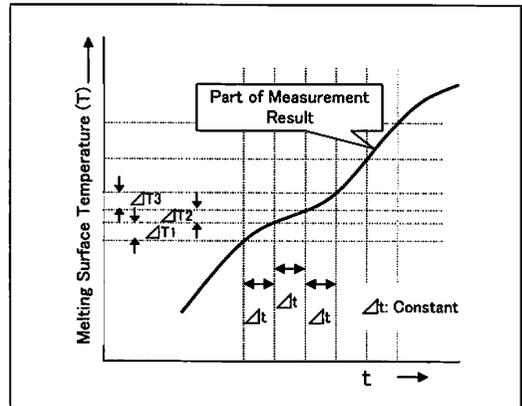


Fig. 6 Approximate differential method of the heat characteristic analysis

0.1°Cの測定器を使用したので、デジタル変換するサンプリング間隔は溶着面温度付近の採取データが0.2~0.5°Cの変化になるように選択した。1次微分処理は各データの1~3間隔の差分の近似微分演算で行った。

差分間隔の選択は熱変性の大きさによって選択した。具体的な展開は次項に論ずるノイズ対策と併せて行った。

3.3 測定ノイズの排除

溶着面温度の測定は高感度/高速測定が要求される。そのために測定系に入り込むノイズがデータ処理の精度に影響する。

PE や PP の厚手の結晶系のプラスチック材料では変曲点の測定は容易であるが、複合化フィルム、ヒートシーラントをディスパージョンしたり全体の厚さに対してヒートシーラントの厚さの割合が小さい場合は測定データのS/N (Signal/Noise) 比は0.5°C以下が要求される。

本実験で使用した温度測定装置のデジタル識別能力(スレッシュドレベル)は0.1°Cであるので期待する識別温度は0.5°C位になる。

アナログ測定系にノイズフィルターを設置して高速領域の変動(ノイズ)を除去した。更に近似微分をする前に図7に示す方法でデジタル変換した信号の平均値補正をした。

この方法によってA/D変換ノイズの影響も縮小化できた。

3.4 溶着面温度データから熱特性の算出方法

表層と溶着面温度の温度差が1°C程度に熱流制御をした溶着面温度データを近似微分法で演算処理して熱変性を解析した結果を図8

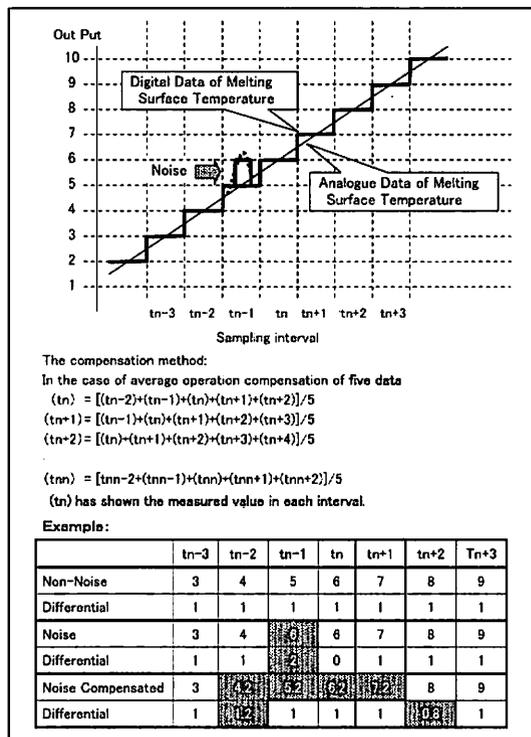


Fig. 7 The noise compensation method of melting surface temperature data

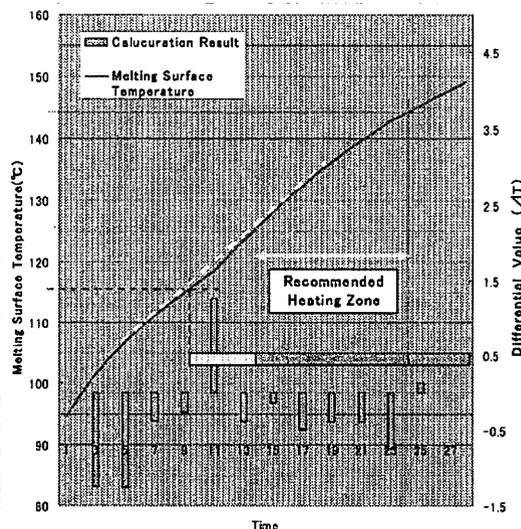


Fig. 8 The calculation method of the heat characteristic from melting surface temperature data

に示した。この結果から変曲点が数値化できる。変曲点を過ぎた時間軸の《23-25》付近熱変性が示されている。この温度でのヒートシールのサンプルを引っ張り試験観察するとエッジ切れが起こっており、熱変性が認められるのでこの情報から推奨温度の上限が推定される。

3.5 溶着面温度ベースの熱変性表示への変換

溶着面温度の基礎データのX軸は時間になっている。熱特性の解析演算処理も時間を基準に行っている。得られた時間軸ベースの熱変性データは各時間に相当する溶着面温度の熱変性であるので、基本データの時間軸を溶着面温度に単純に置き換えるだけで各溶着面温度点の熱変性を定性的に観測できる。溶着面温度の変化はステップ上の加熱に対する応答なので既に述べた通り1次遅れ応答になっている。時間軸は直線的であるが温度の高温域の温度目盛のピッチは順次小さくなる。

3.6 測定事例

図9に市販のレトルトパウチの測定事例を示した。熱特性の近似1次微分値、2次微分

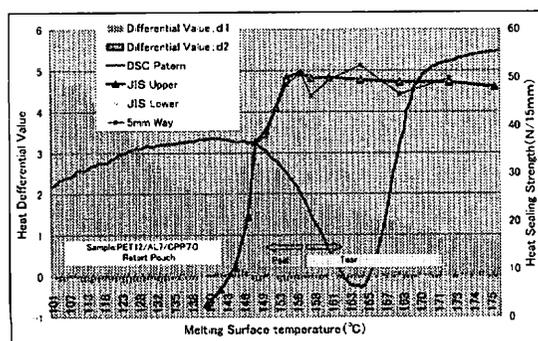


Fig. 9 The integrated version of the analysis result of a heat characteristic

値を棒グラフで示した。熱特性から顕著な変曲点は140、146、150、152°Cに見られる。

3.6.1 演算処理結果とヒートシール強さとの比較

熱特性の結果から直ちにヒートシール特性を論ずることは難しい。

熱特性の変曲点付近を溶着面温度ベースの2°C刻みの加熱サンプルを作製してJIS法の引っ張り試験¹⁾を行った。図9中にこの結果を併記した。熱特性の測定結果と比較してみると熱特性とヒートシール強さの関係が鮮明になる。

この試料の場合にはヒートシールの立ち上がり (Peel Seal ゾーン) が2段になっている。この試料の設計コンセプトを把握していないが、Peel Seal ゾーンを広くするために溶融特性が異なる2種のヒートシーラントが混合されていることが推定される。

溶融状態のヒートシール強さが平坦な特性を示しているが、この値は各加熱の引っ張り試験のピーク値の列挙であってピンホール、エッジ切れの発生の有無のヒートシールの確実性を保証するものではないことを留意する必要がある。

3.6.2 DSC との比較検証

同一試料のDSC測定結果を図9に付記した。図9に示した各データの測定単位はDSCが $[\mu\text{cal}/\text{mg}/\text{s}]$ 、“MTMS”は $[\text{dT}/\text{dt}]$ 、 $[\text{d}^2\text{T}/\text{dt}^2]$ 、ヒートシール強さは $[\text{N}/15\text{mm}]$ である。単位が異なるので直接的な比較はできないが、溶着面温度をベースにして各々の現象感度を論じると“MTMS”で得た熱特性やヒートシール強さは1°C位の温度変化に対して敏感な反応を示している。

このことから“MTMS”でのヒートシール

の挙動解析の優位性を知ることができる。

又、ヒートシールの挙動解析には1°C程度の小刻みな加熱条件での解析の必要性を示唆している。

3.6.3 取得データの生産活動への展開

熱流の1次/2次微分、DSCパターン、JIS法の引っ張り強さ（強さの振れの上限と下限）、引っ張り試験のサンプル巾による相違検証のために5mm巾の引っ張り強さ（取得データを3倍）の諸データを統合化した実験結果を図9に示した。この結果からヒートシール条件の適用温度を溶着面温度ベースで選択できる。選択された温度（温度レンジ）はヒートシールの装置の種類に関係しない普遍化されたものであり汎用性が高い。

この知見を現場に反映させるためには、適用する加熱方法を“MTMS”キットを用いてシミュレーションをしてデータ採取を行い適正条件を検証することができる。

図10に図7の解析に使用したものと同一の資料の溶着面温度のシミュレーションデータの事例を示した。加熱条件は両面同一温度加熱である。この事例では包装材料の溶着面温度と加熱体に接触する表面温度を同時測定したものを併記してある。

表層材の高温側劣化温度は本研究を展開した「角度法」⁶⁾にて別に計測して決定してある。選択温度を157°Cとし、表層材の加熱上限温度を考慮して適正加熱条件を評価すると最高加熱温度（最速加熱時間）は223°Cで加熱時間は0.34 Secとなるが表層材がオーバーヒートの領域に入るので使用は不適當。203°Cでは0.43 Sec、183°Cでは0.57 Sec、163°Cでは1.16 Sec以上の加熱時間を確保すればよいことになる。

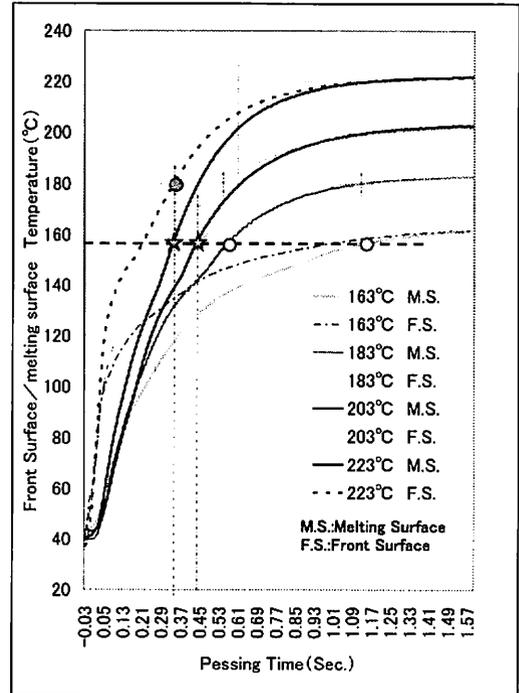


Fig. 10 The simulation method to the manufacture spot of the optimal heating temperature

4. 結果

4.1 開発システムの性能

- (1) 個別包装材料の熱特性の把握が簡易な方法でできるようになった
- (2) 溶着面温度ベースのヒートシール解析が可能になった
- (3) 適正加熱条件の製造現場の展開が的確に行えるようになった
- (4) 微量試料での実験と解析が可能になった
- (5) ラボでの実験解析が可能になった
- (6) 熱特性のデータのデジタル処理化を可能にした

4.1.1 溶着面温度ベースの熱特性の把握

従来の加熱体の温度調節を基準にしたヒートシール条件解析から溶着面温度ベースの解

析が可能になり、外乱の極小化された高精度の解析が可能になった。

4.1.2 検出性能

ヒートシール解析に必要な主要素の検出に以下の性能を確保できた。

- 温度検出感度；0.1°C
- 温度精度　　；±1.5°C
- 検出速度　　；5/1000 Sec.

5. 考察

プラスチックはヒートシール技法と共に包装の基本機能の達成に貢献してきたがヒートシールの条件設定に必要な溶融熱特性のデータは一般的なカタログ情報のみであった。

ヒートシールの信頼性の確保には溶着面温度ベースでの1°Cレベルでの解析評価の基本情報が必要である。

本研究によって、包装材料の熱溶融特性の基本である溶融温度は1°Cレベルでの検出が容易な方法で可能になった。

6. 結論

- (1) 溶着面温度測定法の適用で個別包装材料の熱特性の把握が簡易な方法で把握が可能になった。
- (2) 溶着面温度ベースのヒートシール関連要素の測定感度は1°C単位での検出感度を確認した。
- (3) 溶着面温度測定法のヒートシール関連要素の評価感度はDSCよりも高いことが分かった。
- (4) ヒートシーラントが薄い場合や非結晶性のプラスチックでは顕著な変曲点検出は得

られなかった。このような場合でも溶着面温度ベースのヒートシール試料の引っ張り試験との併用でヒートシール条件解析への適用が可能である。

- (5) 適正な溶着温度の選択と現場への展開が量的に行えるようになった。

7. 謝辞

本研究に使用したDSCデータの測定には兵庫県立工業技術センター 材料技術部(材料分析担当) 石原 マリ氏の協力を戴いた。紙面を借りて謝意を表します。

<引用文献>

- 1) JIS : Z 0238 (1998)
- 2) ASTM Designation : F88-00 (2000)
- 3) 菱沼一夫、第8回日本包装学会年次大会要旨集、p.16～、(1999)
- 4) 日本特許：3318866 June, 2002
- 5) アメリカ特許：6,197,136 B1 June, 2001
- 6) 菱沼一夫、第12回日本包装学会年次大会要旨集、p.84～、(2003)

(原稿受付 2004年12月3日)

(審査受理 2005年1月13日)