*一般論文* ·

# ヒートシールの剥がれシールと破れシールの 識別法の開発

菱 沼 一 夫\*

# The development of the discrimination method of peeling seal and tearing seal in heat sealing.

Hishinuma KAZUO\*

ヒートシールの溶着状態は加熱温度によって変化して、大別して以下の2通りがある。

(1)ヒートシーラントの接着面のみが融着する剥れシール (Peel seal) の発生

(2)ヒートシーラントが完全に溶融した場合とラミネーション材においては接着界面の変性を伴う破れシール(Tear seal)の発生

溶着状態はヒートシール強さとヒートシールの信頼性に強く関係している。

しかし、従来の引っ張り方式のヒートシールの検査法ではPeel SealとTear Sealの適格な識別は困難であった。

従来法で管理した工程管理では流通における破袋やピンホールが発生してヒートシールの信頼性 に課題がある。

本研究では、Tear Seal の溶着面温度ベースの検査法を開発する。 そして Tear Seal 状態のヒートシールが破袋等のヒートシールトラブルに結びつく因果関係の解析結果を報告する。

キーワード:溶着面温度測定法、ヒートシール、角度法、剥れシール、破れシール、ピンホール、ポリモ

According to the heating temperature, welding condition of the heat sealing is classified into following two types.

(1) The generation of the peeling seal (Peel sealing) in which only welding plane of the heat sealant bond is bonded.

(2) The generation of the tearing seal in which the sealant is perfectly melted and the degeneration of the adhesion is accompanied in the case of laminated materials.

The welding condition is strongly related to heat sealing intensity and reliability of the heat sealing. However, the qualified discrimination between peeling seal (Peel seal) and tearing seal (Tear seal) is difficult by the test method based on the conventional tension system.

When the production control by conventional method is applied, some troubles such as breaking or pinhole of bags during distribution will occur, and this causes a problem in reliability of the heat sealing.

In this study, the test method base on the Melting Surface Temperature of Tearing Seal is developed.

Then, the analytical result of causal relation between the tearing seal condition and the heat sealing troubles such as breaking bags is reported.

Keywords: "MTMS". Heat Seal, Melting Surface Temperature, Angle Method, Peel Seal, Tear Seal, Pinhole, Poly Ball

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

E-mail: PXP10620@nifty.ne.jp

<sup>\*</sup>菱沼技術士事務所(〒212-0054 川崎市幸区小倉1232):

#### 1. 緒言

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。

ヒートシールの溶着状態は加熱温度によって変化して、大別して以下の2通りがある。 (1)ヒートシーラントの接触面のみが融着する

剥れシール(Peel Seal)の発生

(2)ヒートシーラントが完全に溶融した場合と ラミネーション材においては接着界面の変性 を伴う破れシール(Tear Seal)の発生

溶着状態はヒートシール強さとヒートシールの信頼性に強く関係している。

しかし、従来の引張方式のヒートシールの 検査法ではPeel SealとTear Sealの適格な識別 は困難であった。

従来法で管理した工程管理では流通における破袋やピンホールが発生してヒートシールの信頼性に課題がある。(Photo 1 参照)

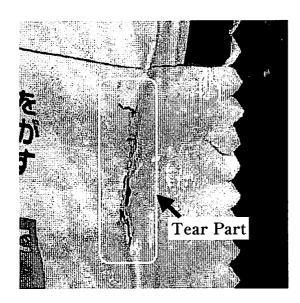


Photo 1 Generating accident the tear example of packaged goods, even if it is rightly controlled by conventional method.

本研究では、Tear Seal の溶着面温度ベース<sup>1</sup>の検査法を開発すると共に、Tear Seal 状態のヒートシールが破袋等のヒートシールトラブル結びつく因果関係の解析結果を報告する。

#### 2. 理論

#### 2.1 ヒートシールの成立と要件

ヒートシールはプラスチックの熱可塑性を利用している。熱可塑性プラスチックは溶融化温度付近に加熱されると軟化を経て溶融状態になる。このような状態で接触面が3~5μmの領域"で密着すると熱変形した分子間に双方の分子が"入り込み"冷却されると分子間摩擦力によって融着が成立する。

加熱が溶融温度をはるかに超えるとヒートシーラントは液状化して圧着圧によって流動する。ヒートシーラントが流動化し、かつ圧着圧が高いと液状化したヒートシーラント全体が "混合" 状態となる。加熱と非加熱のライン上 (ヒートシール線) にはみ出して "ポリ玉" を形成する。

この状態のヒートシール強さはヒートシール時の圧力により溶融した樹脂がはみ出した "ポリ玉" がヒートシール線に付着するので、マクロにみると、ヒートシール強さは見かけ 上、材料の固有の引張強さより大きくなる。

この図解を Fig. 1 に示した。"ポリ玉"の様 子の顕微鏡写真を Photo 2 に示した。

ヒートシールは軟化から流動化する境界に 加熱制御する必要があるが、従来は適切な温 度管理の技法が確立していなかった。<sup>31</sup>

# 2.2 破袋、ピンホールの発生のメカニズム

ヒートシール部位の破袋やピンホールの不

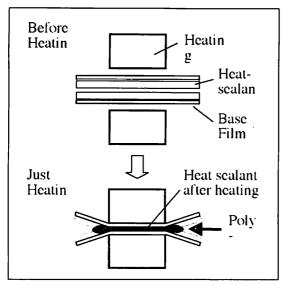


Fig.1 The generation of the "Poly-Ball" (resin aggregate extruded by pressure during heat sealing )

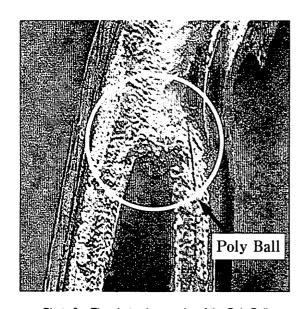
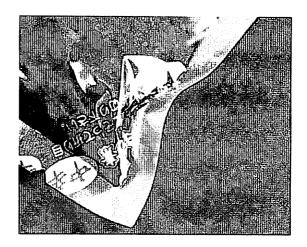


Photo 2 The photomicrography of the Poly Ball

具合品の発生要因を精密に調べてみると、ヒートシール線の① "波状" の発生、②袋のヒートシール線に発生する "タック" と③破壊応力の附加に分類できる。

フイルム表面に波うちが発生してできるタ



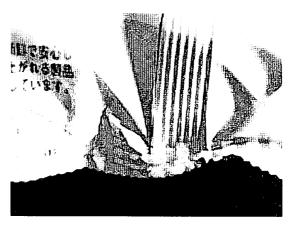


Photo 3 The tack which arose in packaged goods

ックの状況を Photo 3 に示した。

破袋・ピンホールの発生はこの①と②の二 つの要因と③の外部応力の付加の複合起因で 発生する。

破袋は外部から加わる力、振動、衝撃によって内圧の上昇や内容物の流動によってヒートシール線に直角に働く引き裂き応力の発生によって起こる。外力が加わった場合の引き裂き応力の発生メカニズムを Fig. 2 に示した。

それぞれの原因要素をTable 1 のように整頓 することができる。本報告では主に [①] の "波状" の発生要素の項目に言及する。

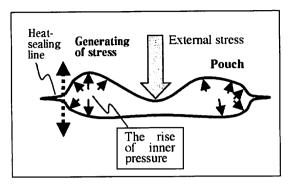


Fig.2 Mechanism of the generation of peeling stress of heat sealing

#### 2.3 ヒートシール強さ発現要素と制御

ヒートシール強さを構成する要素をTable 2 に列挙した。

Table 2 The element related to heat-sealing strength for excellent heat sealing management

- Heating (Melting Surface Temperature)
- Heat Capacity (Heating Time)
- -Kind of material, [Reactivity,

Non-reactivity, Co-polymer, Mixed Material]

- Polymerization [Non-polymerization Rate]
- -. Heat Denaturizing [ Radical Characteristic ]
- -Peel Seal Temperature
- -Tear Seal Temperature
- -Rigidity [Pace of Expansion, Thickness]
- ♦ Material Composition:
- Thickness
- Lamination Strength [The Difference of

The Growth of Surface Material and Heat-sealant]

\[
\text{Heating Operation:}
\]

- Heat-sealing Method
- Overheat
- The poly "Ball"
- Tuck
- Unsuitable Pressurization

[Fault Pressurization, Insufficient Pressurization]

- Uneven Heating

[Pressurization Spots, Temperature Spots]

ヒートシール強さはこれらの要素の複合で成り立つ。ヒートシールの確実な達成には、 ヒートシール強さに関係する構成要素の的確な発現制御が必要である。

抜本的には包装材料の設計段階からの制御の論理展開が必要であるが、本報告では与件として既に設計された包装材料に対して、ヒートシール強さを構成する項目の因果関係を"複合起因解析""によって原因要素(制御要素)と結果要素(現象要素)に分類した。

原因要素(制御要素)を選別すると(表中には太字で示した)

- ・加熱温度(溶着面温度)
- ・ヒートシール方法
- ・オーバーヒート
- ・"ポリ玉"
- ・"タック"
- ・不均一加圧
- ・不均一加熱

の7点となるが"ポリ玉"と"タック"は付随的な要因が大きい。これらの項目の確実な制御が信頼性の保証されたヒートシールの成立になる。

#### 2.4 従来法のヒートシールの検証法の考察

現在(世界的に)普及しているヒートシールの評価法には JIS 法<sup>5</sup>、ASTM法<sup>6</sup> がある。これらの方法はヒートシールされたサンプルをヒートシール線に直角に 10~25.4(1インチ)の巾に切断する。ヒートシール線を中心にして 100mm 以上の線上を銜えてヒートシール線に直角の引張を行う。そして、ヒートシール線の剥離、破れが発生するときの最大引張値を以ってヒートシール強さとしている。ヒートシール線にヒートシーラントがは

み出して、"ポリ玉"が形成して"強化"されると引張強さは包装材料の伸び応力値より大きくなり、引張強さは伸び応力を測定することになる。<sup>21</sup>

従来法は応力線をヒートシール線を中心にして 100mm 以上として、ヒートシール線に直角に応力すること要求している。すなわちサンプルの切断巾の平均の剥れ力や破れ力を測定している。マクロな(平均値的な)ヒートシール線の強さの測定となりピンホール発生や破れの起点になる 微細な "ポリ玉" の影響が検知しにくい特徴がある。数mmの巾の引張試験でも JIS と同様な結果が確認されている。"この図解を Fig.3 に示した。引張試験は左側図の(1)から(2)の方向で行われる。右側図に示した引張応力のパターンに各引張線に相当するポイントを示した。引張の過程で"波状"の頂点には引張応力が集中する。

引張試験で 40 (N/15mm) の性能を示す材料の場合でも、頂点の巾が 0.5mm とすると [40/(15/0.5)] = 1.3N となり測定の全体から中からこの点を見出すのは難しい。

又、"波状"の頂点の微細な破れはピンホールの発生原因要素として注目する必要がある。

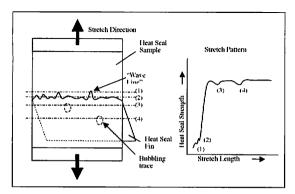


Fig.3 The description in which the heat sealing strength greatly comes out even in tearing seal (Tear Seal)

これらの状況からピンホールの原因を検証する新規な検査法の開発が示唆されている。

#### 2.5 破れシール検出法の開発

#### 2.5.1 「角度法」の考案

ヒートシールの破れ、ピンホールの発生要因は Table 1 に示しが、実際の破れ、ピンホールの発生は"波状"、"タック"、"応力"の3 要素が複合的に関係していて

材料の耐力く集中応力

の条件が成立したときに発生する。

Table 1 Generating factor of the pinhole and breaking of the bag.

- 1. The generating factor of "corrugation" of the seal line
- (1) "Poly-Ball"/ High Pressing
- (2) Over heat
- (3) Shrink
- 2. The generating factor of "Tuck"
- (1) Forming from the plane body to the solid
- (2) The tension of the filling weight
- (3) The grip force is insufficient
- (4) The grip refuses to be located
- (5) The filling rate
- (6) The fluidity of the filling products
- (7) The form shape of pouch
- 3. The generating factor of the breaking stress of the bag
- (1) Direct external force
- (2) The vibration
- (3) The impact

破れ、ピンホールの発生の防御方策として は少なくとも3要素の内の1つの支配的要素 の定量的な把握法が必要である。

本研究では3要素の内、加熱の操作によって制御が可能な"波状"のヒートシール線の 検出法に着目した。 破袋やピンホールは数mm以下の微細な部位に外部応力が集中負荷されて発生している 知見から、ラボにおいて同様なシミュレーションを行うことを検討した。

従来のヒートシール線(0°)に30~45°の 角度を付けることによって、ヒートシール線 に鋭角に応力をかけることができる。

ヒートシール線の微細部位に集中応力が架 かるような引張試験方法を考案した。

角度は 45°以上の方がより検出感度が上がるが、試験サンプルの作成に特別に長いヒートバーが必要になるので実用性を考慮して 45°を選んだ。本研究の試験法を Fig. 4 に示した。 本試験法を「角度法」と名付けた。

#### 2.5.2「角度法」で得られる情報

「角度法」試験のジョー間の距離は Fig. 4(b) に示したとおりを 30mm 以下とし、引張試験 結果に及ぼす包装材料の伸びの影響を極小化 するようにした。Peel Seal (剥れシール) 加熱のサンプルを「角度法」によって引張試験 を行うと、点から線の剥離が起こる。引張応力で三角形状に剥離するので、引張強さは直線的に上昇して、15mm 巾の引張に到達した 以降は一定の剥れ強さを示すことになる。

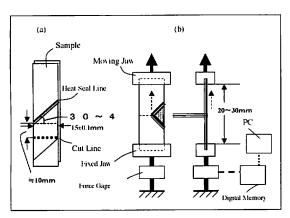


Figure4 The principle of the Angle Method

一定になった引張強さは同一温度で加熱した JIS法の 15mm 巾の試験結果と一致する。

他方、Tear Seal (破れシール) の加熱のサンプルの引張試験では 45°の角度でヒートシール線に引張応力が加わるので、ヒートシール線上に "ポリ玉" や破れシール状態が存在すると、破れあるいは、複合材の場合にはデラミネーションが起こる。多くの場合は、破断が起きたり、短冊状にデラミ剥離を起こして引張応力は低下する。

目視でも発生は容易に見つけることができる。

破れやデラミの発生点はムラがあって画一 的でないが、ヒートシーラントが液状化する Tear Seal の加熱条件のサンプルでは角度試 験の範囲でほぼ検出ができる。

### 3. 実験

#### 3.1 「角度法」のサンプル作成

被試験サンプルの熱特性を溶着面温度測定法; "MTMS"<sup>2</sup> を用いて試料の熱特性と 2 ~10℃ 間隔の加熱サンプルの JIS 法のヒートシール 強さを測定する。(引張速度のみ 200mm/分を使用)

この結果を参考にして、Peel Seal の完了領域の直前から高温側の加熱温度で、大凡25mm 巾にカットしたサンプルを大凡  $45^\circ$  の角度を付けて、 $2\sim10^\circ$  間隔で加熱サンプルを作成する。この両端の 5mm 程度をカットし、ヒートシーラントの側面へのはみ出しの影響を除去して、15mm の引張サンプルを作る。

本実験では、試料は市販されているレトルトパウチを使用した。圧着圧は約 0.2MPa を適用した。

#### 3.2 「角度法」の引張試験

作成した角度サンプルを 200mm/分の速度で引張試験を行った。この時の引張試験の応答をパソコンに全保存する。

この試験中のヒートシール線を目視し、破れの発生点の応力値を記録する。

破れ点は Peel Seal の過程の中で発生するので破れ点の応力は破れの発生強さとは定義できない。発生の有無の検知の定性に利用する。しかし加熱温度が高温になると引張開始と共に破れが発生する。

低応力域での発生なので、破れの「集中応力値」に近似して扱える。

# 3.3 JIS法と「角度法」の引張試験データの 統合

[3.1] の JIS 法の引張強さデータと [3.2] の「角度法」の引張強さデータを溶着面温度 ベースで統合グラフを作成して比較検討する。

## 4. 結果

#### 4.1 引張試験データ

Fig. 5 に「角度法」と JIS の引張試験の応答の記録の代表例を統合した結果を示した。 (グラフでは 158℃ のみを示したが)

JIS 法では 154℃ 以上の加熱の引張試験応 答は略同様なパターンを示した。

他方「角度法」では Peel Seal の上限温度 付近までの最終強さが同一加熱温度の JIS 法 の値に漸近(グラフでは 147, 150 $^{\circ}$ )してい るが、Tear Seal の加熱領域(156 $^{\circ}$ ~)は何 れも低い応力点での破れが発生している。

Fig. 5 では 158℃ のみを示してある。

Fig. 6 にサンプルの熱特性と共に JIS 法と

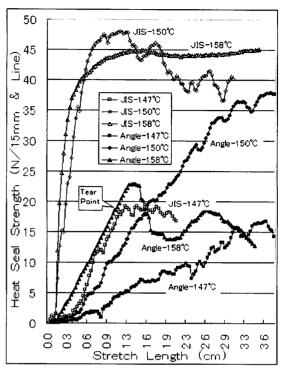


Fig.5 Representative data of the stretch pattern of Peel Seal and Tear Seal

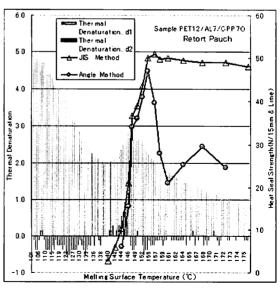


Fig.6 Discrimination validation result of Peel Seal and Tear Seal by "the Angle Method" Melting Surface Temperature

「角度法」の引張強さの全ての計測データを 溶着面温度ベースでプロットした。

溶着面温度応答の1次微分値(d1)と2次 微分値(d2)から包装材料の熱変性を解析したものである。可引張強さと包装材料の融着状態(熱変性)との関係の評価をする参考に付した。

「角度法」の引張試験では加熱が 154℃ を超えると顕著な引張強さが低下して、明らかな相違を示している。「角度法」における引張強さの低い領域では破れ・ピンホールの発生する確率が高いことを示している。

Fig.6 の「角度法」のデータでは温度が 170℃ あたりになると破れの発生の引張強さ が高めになっている。 供試サンプルはヒートシーラントが 70 µm と非常に厚く、高温域 でヒートシーラントのはみ出しがヒートシール線に一様になったものと推定される。

### 5. 考察

#### 5.1 「角度法」の機能評価

- (1)引張試験の応力線を直角から斜めに変更した「角度法」試験法では Peel Seal の上限温度を境界にして破れ応力に大きな変化を示した。
- (2)ヒートシールの"不具合"の発生対策には
  - ①加熱の高温化
  - ②高圧着化

が常套手段として適用されている

その結果、被加熱体には

- ①シュリンクの発生
- ② "ポリ玉"の発生
- ③ラミネーションの接着層の熱変性
- ④材料の熱変性

が起こり、結果として

- ①破れの発生
- ②ピンホールの発生
- ③接着不良

を起こしている。

この関係を Table 3 に示した。

「角度法」は"不具合"発生プロセスの原 因究明の検知法として有効であろう。

Table 3 The generation of "Failure" with the conventional improvement correspondence

- High-temperature of the heating
- High-pressure pressing
- Generation of the shrink
- Generation of the poly ball
- Thermal denaturizing of adhesion layer
- → The delaminating generation
- Thermal degradation of constituent material
- Generation of the breaking of the bag.
- Generation of the pinhole.
- Adhesive-Failure generation.

#### 6. 結論

- (1)破れ、ピンホールの発生の3つの複合起因 要素:
  - 1) ヒートシール線の"波状"
  - 2) 製袋品に発生する"タック"
  - 3) 集中応力の発生
- の主要項目の 1)の検出法の開発に成功できた。
- (2)従来の評価法では困難であったオーバーヒートによって発生している潜在的な破れ・ピンホール"不具合"の発見法を完成できた。
- (3)ピールシールゾーンの活用によるヒートシールの信頼性向上手法に発展できる。

#### 7. 謝辞

多くの"不具合"事例を提供して戴いた幣 所のクライアントの協力に感謝する。

#### <引用文献>

- 1) 菱沼一夫、日本包装学会誌、14(2)、 119、(2005)
- 2) 菱沼一夫、第13回日本包装学会年次大会 要旨集、p.92、(2004)
- 3) 菱沼一夫、日本包装学会誌、14(3)、 177、(2005)
- 4) http://www.e-hishi.com/qamm.html
- 5) JIS Z 0238 (1998)
- 6) ASTM Designation F88-00 (2000)
- 7) 菱沼一夫、日本包装学会誌、14(3)、 178、(2005)

(原稿受付 2005年 8 月 3 日) (審査受理 2005年11月14日)