

探傷液法および定圧縮試験法によるヒートシール部の 密封性評価に関する研究

菱 沼 一 夫*

Evaluation of Sealability of Heat Sealed Part by Flaw Detection Method and Constant Compression Test Method

Kazuo HISHINUMA *

キーワード：ヒートシール、探傷液法、貫通孔、段差部、密封、易開封、“MTMS”、
“一条シール”、ヒートシールの Validation

Key word: Heat Sealing, Flaw detection liquid method, Through-hole, Step part, Closing,
Easy Opening, “MTMS”, Filigree Seal, Validation for Heat Sealing

1. 緒言

各種プラスチック包装材料のガスバリア性の精密な計測は既に可能になっているが、ヒートシール加工後の接着面の定量的な密封性の検査法は未だ確立していない。プラスチック材料のガスバリア性が十分であっても、ヒートシール接着面において接着不良や貫通孔が生じると、包装体の安全性や密閉性を損じる。包装体に生じるピンホールや接着欠陥による密封不良は食品用ピンホール検出機や食品包装リーク検出装置、リークテスター

などにより検査可能であるが、高価な上に汎用性や簡便性に乏しい。ヒートシールしたプラスチックフィルム接合部の各種検査方法を **Table 1** に示す。

最近、金属材料表面の微細な凹凸やクラックの検出に使用されている探傷液法 [1], [2] が包装体の微細な漏れ検査に利用されている。実際には、ピロー包装袋のセンターシールの段差部や不測の重なりで常態的に発生する貫通孔の検知に広く利用されている。

* 菱沼技術士事務所 (〒212-0054 川崎市幸区小倉 5-6-21)
HISHINUMA CONSULTING ENGINEER OFFICE, 5-6-21 Ogura Saiwai-Ward Kawasaki-City JAPAN
Email: rxp10620@nifty.com

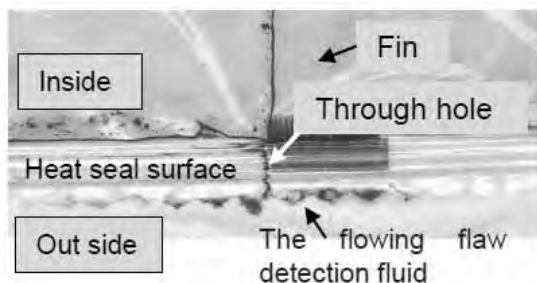


Fig.1 Measurement example of through hole in step seal part of center seal of commercially available packaging products by "flaw detection liquid".

Fig.1 の実施例に示すように、この探傷液法を活用することによりヒートシール部の漏れを容易に検出できる。最近では東南アジア諸国を含め広く現場で普及しつつあるが、探傷液法をヒートシールした包装体に応用した学術的な研究例はなく、検出能力の定量性評価に課題が残っ

ている。また、探傷液法は微小接着面の接着状態の検証への応用[3]、一条シールの開発[4-6]、ASTM F1929 への準拠[7]、基材におけるシーラントの層の選定方法[8]などへの応用も期待できる。

本報告では、ピロー包装のセンターシールの段差部に定常的に発生する数十～百数十 μm の貫通孔を溶着面温度測定法を用いて精密に調節し、試験標本を作製した。この標本に所定量の空気/水を注入し、サンプル包装袋上方から圧縮試験法を利用して、垂直方向、平行かつ均一な圧力（荷重）を掛け、その厚さ方向の変化を $10\mu\text{m}$ 以内の精度で計測し、包装袋からの微小漏れ量に対する圧力と貫通孔のサイズとの関係について評価した。この結果、包装材料のバリア性と比較し、貫通孔の漏れ量の位置付けを明確にした。

Table 1 Comparison of penetrant test and traditional test methods

	Methods	Testing Standards
①	Visual inspection	-----
②	Breaking test	1. Bursting test (JIS Z0238, ASTM F1140, F2054) 2. Peeling test (JIS Z0238, ASTM F88-, F2824-) 3. Water pressure test (JIS Z 0238, ASTM D3078) 4. Dyeing test (JIS Z0238)
③	Accelerating test	1. Biodegradation test 2. Degradation test
④	Leaking test	1. Vacuum test (JIS Z0238, ASTM D3078) 2. Gas filling test
⑤	Spectroscopy, etc.	1. Imaging method (ASTM F1886-) 2. Infrared method 3. Ultraviolet method 4. Ultrasonic method
⑥	Penetrant test	1. Dye penetrant test (ASTM E1417/E1417M, JIS Z2343-1) 2. Porous Medical Packaging (ASTM F1929-15)

2. 実験方法

2.1 圧縮試験法

包装材料の圧縮／引張試験では、圧縮力や引張力の高精度計測が求められるが、計測距離の精度は1 mm程度が容認されている。本課題では、全体で数 mm内の微小変位に対して μm オーダーでの計測が要求される。そこで、引張試験機（IMADA-EMX-1000M-FA、株式会社イマダ）と荷重計（高荷重型デジタルフォースゲージ：ZTA-5000N、株式会社イマダ）に対して次の工夫を施した。

(1) 荷重計の選択

標準のロードセルは設定のフルスケールに対して約1 mmの撓みを与えている。本研究では1 Nの荷重を用いて変位検出をしているため、例えばフルスケール50 Nの荷重計を適用すると十分な感度が得られるが、1 Nの荷重検出時に $1\text{ mm} \times 1\text{ N}/50\text{ N} = 0.02\text{ mm}$ となり、変位が約 $20\ \mu\text{m}$ ずれる。そこで本研究では、敢えて最大感度が1 Nある5000 Nの高荷重計を選択することにより、荷重検出時の変位が $1\text{ mm} \times 1\text{ N}/5000\text{ N} = 0.2\ \mu\text{m}$ となるように工夫した。

(2) 引張試験機の荷重方法

汎用の引張試験機では荷重方向が変化する際に駆動部のずれと荷重計取り付け部の撓み加わり1 mm程度のずれが生じるため、本研究では特別装置（自作）を付加して5000 Nのロードセルに予め50～100 N圧縮荷重を掛けて、撓み等を

発生除去した上で試験を実施し、 $1/10\ \mu\text{m}$ オーダーの変位計測の精度を確保した。

(3) 圧縮試験における圧着方法

圧着面積は、幅65 mm、長さ50 mmに設定した。圧着板は、変位を正確に計測するために試験標本に正確な垂直荷重が掛るようにスライド式の圧着板を使用した。また、圧着圧は漏れ検出感度に直接的に影響するため、実際の加圧に近い7～21 Nとした。加圧は引張試験機の加圧調節ではなく、金属板の錘を乗せた定圧着とした。

2.2 貫通孔をもったピロー袋試験体の作製方法

プラスチックフィルムには包装材料として市販されている厚さ $50\ \mu\text{m}$ の未延伸ポリプロピレン（CPP）フィルム（三井東セロ社製：FA-50）を用いた。このフィルムを用いて内寸幅65 mm、長さ50 mmのピロー袋を作製した。ヒートバーの一方に圧着の均一化を図るために数 mmの耐熱弾性体を設置し、剥離から破れが生じるヒートシール温度の境界付近の 138°C および 140°C を選択し、ヒートシール圧力圧 $0.3\ \text{MPa}$ 、平衡温度加熱 CUT(98%) 約1.5 sでシールし、通常的に発生しているサイズ貫通孔（目視幅を約 $80\ \mu\text{m}$ および $150\ \mu\text{m}$ ）に調整した標本作製した。貫通孔の長さはヒートシールバー幅の選択と手作業剥離により10 mm および5

mm に調整した。加熱は MTMS キットを適用して、保証した溶着面温度である。
[9]

2.3 通気、通水量の測定方法

試作したピロー袋に注射器を使って約 40 ml の空気と水を注入後、速やかに粘

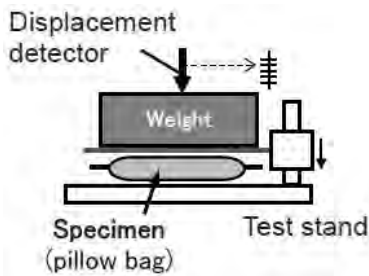
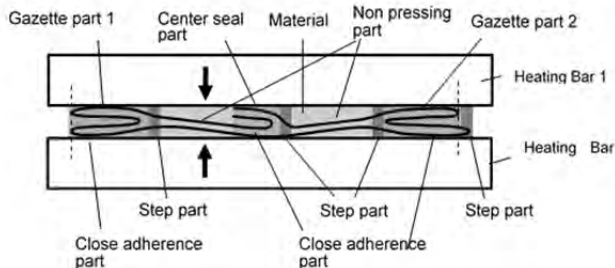
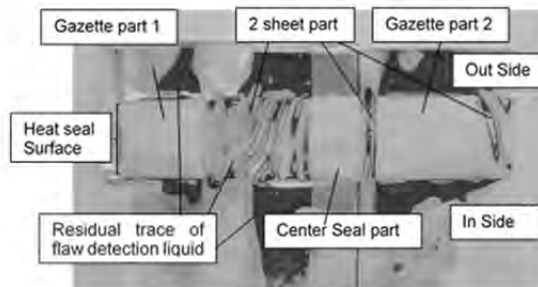


Fig.2 Method of measuring aeration and flow rate of constant load compression.

着テープで封止した。自作開発した Fig.2 に示す圧縮装置を用いて、空気と水を充填したピロー袋の沈降変位測定を行った。印加した荷重は、7, 14, 21 N である。圧着応力は荷重が 14 N の時、 $14/65 \times 50 \times 10^{-6} = 0.004 \text{ MPa}$ となる。印加時間は最長 300 分間であった。作製した装置の測定感度は、約 1 N の垂直荷重で約 1/5000 mm および 0.1 N の荷重検出精度であった。印加時間約 100~300 分間の沈降変位をパソコンで自動記録した。漏れ計測後、段差部に探傷液 (「ヒートシールチェッカー」; タイホーコーザイ) を点滴し、貫通孔サイズを顕微鏡下で計測確認を行った。



(a) Analysis of adhesion failure site of gusset bag



(b) Actual comparison of adhesion failure point of gusset bag

Fig.3 Mechanism of “Through hole” expression of pillow bag (including Gusset bag).

3. 結果および考察

3.1 ヒートシール不良による貫通孔の可視化

作製したピロー袋のセンターシールの段差部に発生する貫通孔の例を **Fig.3(a)** にモデル図、**Fig.3(b)**に探傷液法により着色した上面からの観察写真を示す。この写真から、CPPシート4枚部は透明になっておりシール欠陥部がなく、2枚部分には貫通孔が形成されて赤紫色の試薬により着色されていることがわかる。ピロー袋やガセット袋の熱接着面には2枚部と4枚部が混在する。金属の加熱ヒーター面でシールすると2枚部は4枚部と比較して厚みが半分となるため、接合圧力不足が生じ、2枚部の加熱は加熱体からの輻射熱に頼ることになる。材料の軟化

温度帯では4枚部の塑性変形が起こり、加熱体が接近するため、2枚部もわずかに圧接が起こる。特に貫通孔は熱接着面の段差部に隣接して発生しやすいことがわかる。

次に作製した試験体の貫通孔断面の光学顕微鏡写真を **Fig.4** に示す。貫通孔は円形や四角形ではなく、不定形であることがわかる。また **Fig.3(b)**でも見られたように貫通方向も同一形ではなく一定でないことがわかり、探傷液法を用いることによって容易に可視化することができることを示した。

3.2 貫通孔と漏れ量および圧力との関係について

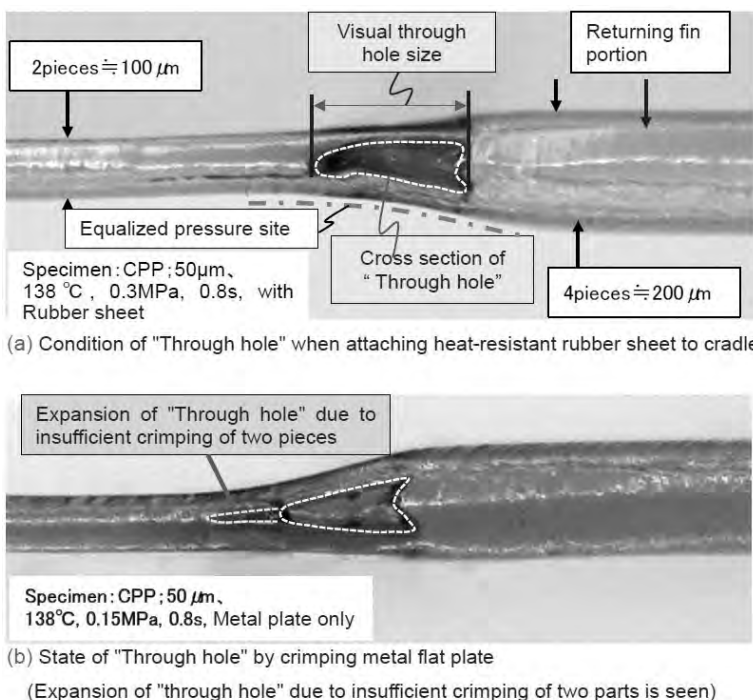


Fig.4 Cross sectional view of actual "Through hole" (micrograph)

ヒートシールの不具合による貫通孔を持ったピロー袋に対する上面からの荷重量と空気または水の漏れ量は比例関係にあるので、荷重を大きくすると時間当たりの漏れ量が増え、検出精度は上昇するが、過大な荷重によって、貫通孔が拡大損傷を受ける可能性が考えられる。本研究では比較的小さい7~21 Nの総荷重で実験を行った。毛細管の流量特性は加圧（荷重）量に比例し、毛細管の長さに反比例するので、貫通孔長さ10 mmで計測後、その試験体のヒートシール面を5 mmまで剥離して同一試験体から長さの異なる2つのサンプルを作製した。Fig.2に示した試験装置を用いて空気および水を充填したピロー袋に対して圧縮試験した。約90分の実測結果をプロットしたものをFig.5に示した。このグラフの傾斜からそれぞれの条件下の時間当たりの漏れ量を演算した。また、パウチ袋（寸法：20 cm × 20 cm）に対して、その表面の酸素透過量を模擬的に算出した結果および実測通過量データを併記し、貫通孔の漏れ量とモデル袋のバリア性の比較をTable 2に示した。ここで、パウチ袋の両面を透過するので透過面積は $0.2 \times 0.2 \times 2 = 0.08 \text{ m}^2$ になる。フタムラ化学フィルムバリア計算アプリ [10]より、CPPの酸素透過量は $1,200 [\text{cc}/\text{Atom} \cdot \text{m}^2 \cdot 24\text{h}]$ であるので、パウチ袋の表面酸素透過量は $96 [\text{cc}/\text{Atom} \cdot 24\text{h}]$ となる。測定結果A1 (10 mm)と比較すると、空気中の酸素量を補

正して $(107,712 \times 0.21 / 97) \approx 222$ 、A2 (5 mm)に対しては885倍が得られる。以上の結果より、酸素バリア性の低いCPP材料においても貫通孔の漏れは格段に大きいと言える。それゆえ、アルミ蒸着やアルミ箔ラミネートされた高バリア材料の場合、例えば日立化成(株)製アルミ蒸着フィルムの酸素透過量は $1.0 [\text{cc}/\text{Atom} \cdot \text{m}^2 \cdot 24\text{h}]$ であるので、貫通孔からの漏れ量は1000~10000倍大きくなり、微細貫通孔の影響は無視出来なくなる。また様々なサイズのパウチ袋に対して同サイズの貫通孔が生じた場合、漏れ量の影響はパウチ袋の大きさに反比例するため、小サイズの包装袋には更なる留意を必要となる。本探傷液法により従来困難であった微細部の漏れ量の検証が容易になり、

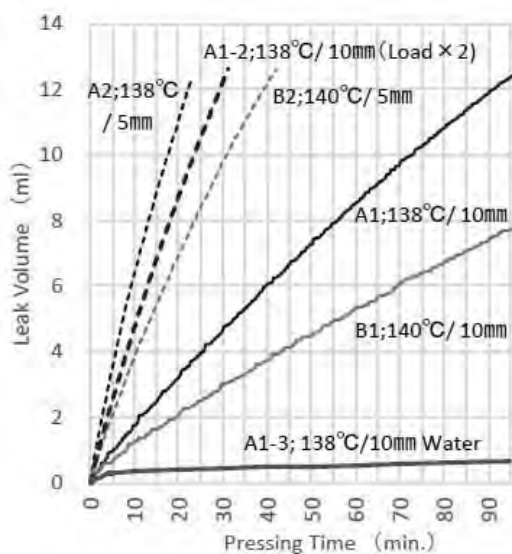


Fig.5 Measurement results of air and water passing amount (pair) due to dimensional change of "Through hole".

Table 2 Measurement result and evaluation of ventilation and water flow volume of total passing amount of one set of "Through hole"

Measurement conditions : Through hole Size A ; $\approx 150\mu\text{m}$ 、B ; $\approx 80\mu\text{m}$ 、Time to calculate ; Calculate [ml / hr.], [ml/ 24hr.] Based on continuous measurement values of 100 to 300 minutes. Transmission amount comparison ($20 \times 20 \text{ cm} \times 2 \text{ faces}$) = 0.08 m^2 Converted to the surface area of the bag.

Condition	Size (μm)	Load; (5+2)=7N 2.2KPa					4.4KPa	6.6KPa
		Water	Air		Convert to atm	Convert to 0.08m^2	(cc/24hr)	(cc/24hr)
		(cc/24hr)	(cc/hr)	(cc/24hr)	X 46	X 576		
A1; 138°C/10mm	≈ 150	10.5	7.8	187	8.6×10^3	107×10^3	584	754
A2; 138°C/ 5mm		—	29.6	710	32.7×10^3	409.0×10^3	—	—
B1; 140°C/10mm	≈ 80	—	4.9	118	5.4×10^3	68.0×10^3	—	—
B2; 140°C/ 5mm		—	18.0	432	19.9×10^3	248.8×10^3	—	—

ヒートシール技法の合理化に寄与していると考えている。探傷液法が表示するヒートシール面の微細な貫通孔の漏れ定量化によって、プラスチック包装のバリア性に大きく影響するレベルであることを検証できた。

4. 結論

本研究では、ヒートシール不具合により生じた貫通孔を有するピロー袋に対して探傷液法を応用することにより、ヒートシール面上の平均径が数 $10\mu\text{m}$ からなる貫通孔を可視化できることを示した。また、定圧荷重で印加可能な圧縮試験機を開発し、空気および水を充填したピロー袋に対して圧縮試験を行うことにより、圧縮時間と貫通孔長さおよび平均幅と漏れ量との関係を提示した。

ヒートシール部に生じた貫通孔長さ 10 mm の場合よりも 5 mm の場合の漏れ量が多くなり、ヒートシール温度 138°C

のサンプルの方がシール温度 140°C のサンプルよりも漏れ量が多くなることを示した。今後、一般的な包装袋に発生するピンホールや破袋等への影響評価にも探傷液法と流出量計測の応用が期待できる。

また、探傷液法で可視化できる数 $10\mu\text{m}$ の貫通孔は微粒子や微生物等の通過が可能な大きさであり、ガスバリア性評価のみならず内容物汚染防止等の評価にも利用されることが期待できる。

5. 謝辞

「探傷液」を市場に供給している各社さんには「取扱法」、「検出性能の評価知見」等のご提供戴き紙面から御礼を申し上げる。お蔭で研究の焦点を定量化性能の検証に集中できた。

<参考文献>

- 1) ASTM E1417/E1417M
- 2) JIS Z2343-1

- 3) 菱沼 一夫；第 25 回日本包装学会年次大会要旨集(f-07)、p.104-105
- 4) 菱沼 一夫；「缶詰時報」, Vol.95, No.4,p.15-29, (2016)
- 5) 重ね部段差に適応しうる複合ヒートシール構造(特許第 5779291 号 (JP 5779291 B))
- 6) 複合ヒートシール構造を形成するヒートシール装置と方法 [特許第 6257828 号 (JP 6257828 B)]
- 7) 菱沼 一夫；日本包装学会誌、Vol.26, No.4, p.157-184(2017)
- 8) 基材におけるシーラントの層の選定方法(特許第 6032450 号 (JP 6032450 B))
- 9) 菱沼 一夫；高信頼性「ヒートシールの基礎と実際」(幸書房刊), p.37-52, 2007
- 10) URL:<http://www.futamura.co.jp/calcbARRIER.html>

(原稿受付 2017 年 6 月 1 日)

(審査受理 2018 年 6 月 25 日)