

## Feldolgozási paraméterek hatása a többrétegű palackok minőségére

A többrétegű palackokat az oxigénre érzékeny élelmiszerek csomagolására egyre szélesebb körben alkalmazzák. A megfelelő gázzárás biztosításához drága alapanyagokat (kis oxigénáteresztésű, ill. tapadásközvetítő) kell a rétegfelépítésben számításba venni. Palackfúvási kísérleteket végeztek, hogy a leggyengébb zóna, a hegedési terület vizsgálatával optimalizálják a feldolgozás paramétereit.

*Tárgyszavak: élelmiszeripari csomagolóeszközök; fúvás; EVOH; oxigénzáró képesség; többrétegű palack; optimalizálás.*

### Oxigénzáró flakonok rétegfelépítése

Fúvott flakonokat kiterjedten alkalmaznak élelmiszerek csomagolására. Különféle szósok, pl. ketchup, majonéz vagy mustár kiszerezéséhez sokkal kedvezőbb ez a megoldás a korábban alkalmazott üvegedényeknél. Az ilyen típusú élelmiszerek viszont igen hamar tönkremennek, ha oxigénnel érintkeznek, mivel a bennük lévő zsírok oxidálódnak, a fehérjék és vitaminok átalakulnak és az illatanyagok kárba vesznek.

Az élelmiszerek eltarthatóságának meghosszabbítása érdekében a flakonokat hatékony szigetelőréteggel kell ellátni, amely az oxigén, a vízgőz és az illatanyagok vándorlását jelentős mértékben korlátozza a flakon falán keresztül. Ugyanakkor ennek a zárórétegnek a többi alkalmazástechnikai tulajdonság (szilárdság, ütésállóság, hőállóság) tekintetében is meg kell felelnie az elvárásoknak.

Élelmiszerek csomagolóeszközeinél a legáltalánosabban alkalmazott oxigénzáró réteg az etilén/vinil-alkohol kopolimer (E/VAL, a gyakorlatban elterjedt rövidítése: EVOH). Az anyag erősen hidrofil jellegű, és így a kiváló oxigénszigetelő képességét elveszti, amint vizet abszorbeált. Másfelől a PP nagyon jó vízgőzzáró képességgel rendelkezik, jó a mechanikai szilárdsága még emelt hőmérsékleten is, közömbösen viselkedik az élelmiszerekkel szemben, viszont rossz az oxigénzáró képessége. A fentieknek megfelelően *a koextrudálással gyártott PP-EVOH edényzetek tökéletesen beváltak a pépes (szósos) állagú élelmiszerek gazdaságosan gyártható csomagolóeszközeiként.*

Az EVOH réteg nedvességtől való védelme érdekében, a koextrudált termékben az EVOH-t mindkét oldalról PP-vel kell ellátni és a PP-EVOH rétegek között egy úgynevezett tapadásközvetítő (ragasztó) réteget is használni kell.

## Koextrudált flakonok gyártási problémáinak tanulmányozása

Ha a gyártás során nem megfelelő technológiai paramétereket alkalmaznak, és emiatt az EVOH réteg megszakad vagy jelentős mértékben elvékonyodik, a többrétegű csomagolóeszközök alkalmazhatósága drasztikusan leromlik. Ilyen hibaforrások lehetnek pl. az extrudált ömledékben előforduló hibahelyek, a fűvószerszám zárásakor keletkező összehegedési vonalnál jelentkező rendellenességek. Előfordulhat még az egymással érintkező különböző anyagrétegek közötti összetapadási rendellenesség, amely valószínűleg már az extrúziós szerszámban fellépő jelenség. Ezt kiküszöbölendő, a feldolgozási hőmérsékleten nagyon hasonló reológiai (viszkoelasztikus) tulajdonságokkal rendelkező alapanyagokat kell használni az egyes rétegek kialakításához. Mechanikai szilárdság és az oxigénzárás szempontjából gyenge hely lehet még a flakon összehegedési zónája is, mivel itt megváltozhat a fűvott termék rétegeinek szerkezete. Az összehegedés minőségét leginkább befolyásoló paraméterek: a koextrudálás hőmérséklete, a szerszám becsípéses összehegesztő (pinch-off) zónájának kialakítása és az összehegedés körülményei (szerszámzárás sebessége, szerszámhőmérséklet).

A portugáliai **Polimerek és Kompozitok Intézetében** a feldolgozási paraméterek hatását vizsgálták egy hatrétegű EVOH/PP flakon tulajdonságaira. E célból tanulmányozták a kiválasztott anyagrétegek szerkezetét, az összehegedés paramétereit (szerszámhőmérséklet, zárási sebesség, hegesztési nyomás rajtatartásának ideje).

A flakongyártáshoz használt, élelmiszeriparban engedélyezett alapanyagok tulajdonságai az *1. táblázatban* láthatók

1. táblázat

A felhasznált alapanyagok tulajdonságai

Tulajdonság	PP	EVOH	Tapadásközvetítő
MFI (230 °C, 21,6 N)	1,8	3,2	2,0
Sűrűség, kg/m <sup>3</sup>	900	1210	890
Olvadáspont, °C	147	188	150
Szakítószilárdság, MPa	27	62	35
Szakadási nyúlás, %	14	75	–
Rugalmassági modulus, MPa	800	–	–
Oxigénáteresztési állandó, cm <sup>3</sup> mm m <sup>-2</sup> 24 h <sup>-1</sup> atm <sup>-1</sup>	90	0,006	85

PP (etilén-propilén kopolimer: Moplen EP2 S30 B, Himont, Olaszország. Színezésére 3% piros mesterkeveréket (MB-4/494, Poliversal, Portugália) adagoltak.

EVOH: Soarnol DT 2903, Elf Atochem, Franciaország), 29 mol% etiléntartalommal.

Tapadásközvetítő: maleinsavanhidrid (Orevac PP-C, Elf Atochem, Franciaország).

## A flakon felépítése, a feldolgozás körülményei

A hatrétegű flakon tömege  $21 \pm 1$  g volt. Rétegfelépítése (kívülről befelé): színes PP (130  $\mu\text{m}$ ), PP (nincs megadva), tapadásközvetítő (12  $\mu\text{m}$ ), EVOH (20  $\mu\text{m}$ ), tapadásközvetítő (12  $\mu\text{m}$ ), színezett PP (nincs megadva). Az EVOH réteg vastagsága, amely elegendő oxigénzárást biztosít az élelmiszerek 12 hónapos tárolásához 12  $\mu\text{m}$  volt, amelyet gázdifúziós méréssel határoztak meg. Azonban a biztonság kedvéért a flakon falvastagságának egyenetlenségeit és az összehegedési zóna kritikus voltát figyelembe véve végül is 20  $\mu\text{m}$ -re növelték az EVOH rétegvastagságát. A belső, élelmiszerral érintkező réteget 130  $\mu\text{m}$ -re választották, figyelembe véve, hogy adott esetben ez a réteg reciklált alapanyagból is készülhet. A gyakorlat azt mutatta, hogy a tapadásközvetítő réteg ne legyen 12  $\mu\text{m}$  alatt. A további rétegek vastagsága adódik a megcélzott flakontömegeből.

A flakonokat üzemi környezetben folyamatos extrúzióval **Uniloy Milacron, MSB98/D COEX** fűvógépen gyártották. A berendezés négy extrudert működtet párhuzamosan. Egyet a két szélső, színezett PP rétegnek, egyet a PP magrétegnek, egyet az EVOH és egyet a tapadásközvetítő részére. Az ikerextrúziós fej axiális vastagságprogramozó rendszerrel van ellátva. Az extrudercsigák forgási sebessége és hőmérséklete a kísérletek során variálható volt, a beállítások a 2. táblázatban láthatók.

2. táblázat

A flakongyártás extrúziós paraméterei  
(a rétegvastagságok a flakon vékonyabb falvastagságú zónájában mérve)

Az extrudált réteg anyaga	Beállított hőmérséklet, °C	Csigafordulatszám, 1/perc	Rétegvastagság, $\mu\text{m}$
1-Színezett PP	210	4,5	140,0
2-PP	210	4,0	320,7
3-Tapadásközvetítő	210	4,0	13,0
4-EVOH	215	6,0	21,3
(3) Tapadásközvetítő	–	–	14,6
(1) Színezett PP	–	–	225,9
Szerszámhőmérséklet	210		
Teljes ciklusidő, s	14		

Tapasztalataik szerint az *EVOH* és a *tapadásközvetítő réteg hőmérsékletének egyensúlya volt döntő a megfelelő minőségű határfelület kialakításához*. Fénymikroszkópos felvételekkel igazolták, hogy ehhez a 215–210 °C volt a legmegfelelőbb.

Az összehegedési kondíciók vizsgálatát a 3. táblázatban feltüntetett paraméterek (szerszámhőmérséklet, zárási idő és összenyomási idő) változtatásával végezték. Értelemszerűen a hosszabb összenyomási idő a kiextrudált anyag hosszabb hűtési idejéhez vezet az összehegedés során.

3. táblázat

Feldolgozási kondíciók változtatása az összehegedési zóna vizsgálatához

Hegedési kísérlet sorszáma	Szerszámhőmérséklet, °C	Szerszámzárási sebesség, m/s	Összenyomási idő, s
1	15	6	0,50
2	15	8	1,25
3	15	10	2,00
4	25	6	1,25
5	25	8	2,00
6	25	10	0,50
7	35	6	2,00
8	35	8	0,50
9	35	10	1,25

## Vizsgálati eredmények

### Mechanikai vizsgálatok

Az összehegedési zóna folyási (szakítási) vizsgálatait egy *Instron 1122* készüléken végezték min. 5 próbatesttel az *1. ábra* szerinti kivágási mintavétellel, 23 °C-on, 50% relatív nedvességtartalomnál, 500 mm/min húzósebességgel. A repesztési szilárdságot szobahőmérsékleten, a palackokat lezárva és nyomás alá helyezve (10<sup>4</sup> Pa/s-ig) a repesztési nyomás eléréséig végezték.

A szakítási és repesztési próbák eredményei a *4. táblázatban* láthatók.

4. táblázat

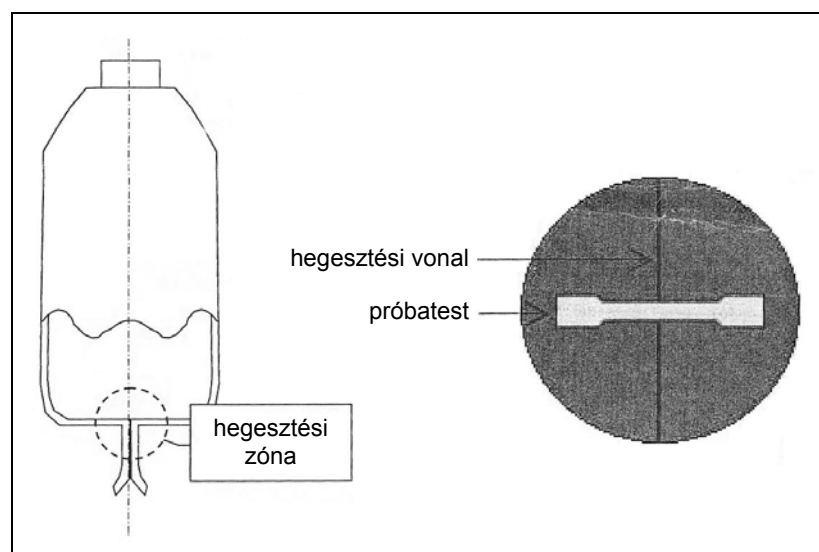
A hegesztési zóna mechanikai tulajdonságai

Hegedési kísérlet	Húzószilárdság, MPa	Meghibásodás jellege	Palackrepesztési szilárdság, MPa
1	20,6 ± 0,1	Meghibásodás a hegedési zónában rétegszétválással	0,48 ± 0,01
2	19,9 ± 1,4	Meghibásodás a hegedési zónában rétegszétválással	0,46 ± 0,02
3	23,3 ± 0,9	Meghibásodás a hegedési zónán kívül	0,57 ± 0,01
4	20,1 ± 0,6	Meghibásodás a hegedési zónában rétegszétválással	0,51 ± 0,01
5	19,9 ± 0,9	Meghibásodás a hegedési zónában rétegszétválással	0,50 ± 0,01
6	22,9 ± 0,7	Meghibásodás a hegedési zónán kívül	0,59 ± 0,01
7	19,6 ± 1,0	Meghibásodás a hegedési zónában rétegszétválással	0,47 ± 0,01
8	20,2 ± 2,2	Egyéb	0,51 ± 0,01
9	22,8 ± 0,8	Meghibásodás a hegedési zónán kívül	0,55 ± 0,01

Az eredményekből levonható az a következtetés, hogy a szakadást és a törést leginkább a szerszámzárás sebessége befolyásolta. A szilárdsági értékek a lehetséges legnagyobb szerszámzárási sebességnél mutatnak maximális értéket (a kísérletsorozatban ez 10 m/s volt).

### Mikroszkópos analízis

A mikroszerkezet megfigyeléséhez közelítőleg 15 µm vastagságú mintákat szelelttek mikrotommal (*Leitz 1401* típusú készülék). A mintákat az összehegedési zónából vették a hegedési vonalra merőlegesen kivágva (1. ábra) és olyan zónákból, ahol a palack falvastagsága a legkisebb volt. Miután a vékony mintaszeleteket *Canada balsammal* bevonva üveglapok közé helyezték, különböző technikákkal (közönséges fény, polarizált fény és fáziskontraszt) vizsgálták ezeket *Olympus BH2* mikroszkóppal.



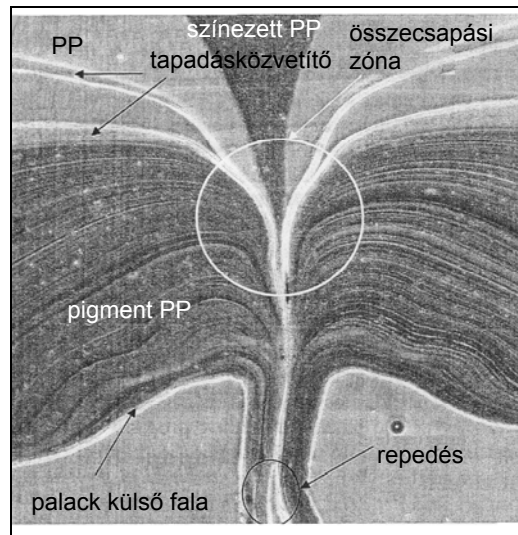
1. ábra A palack hegedési zónája és a próbatestek kivágási helye

Általánosságban elmondható, hogy az összehegedési zóna mikroszkópos vizsgálatai teljesen hasonló eredményt mutatnak, mint az előzőekben tárgyalt szilárdsági vizsgálatok. A fő befolyásoló tényező a szerszámzárás sebessége.

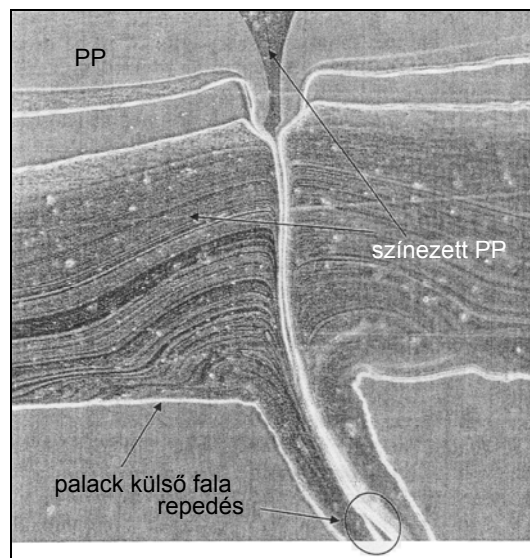
A 2–4. ábra mutatja az összehegedési zóna morfológiáját a feldolgozási paraméterek függvényében.

A 2. ábra egy tipikus összehegedési morfológiát mutat a legkisebb zárási sebességnél (6 m/s). Látható, hogy a PP belső rétegek, az EVOH és a tapadásközvetítő rétegek kanyarodva simulnak a külső palackfelület irányába, miközben jelentősen elvékonyodnak. Ugyanakkor az is látható, hogy a hegedési hely után a lecsípés közelében rétegelválás is tapasztalható. A belső rétegek vastagságának csökkenése olyan anyagorientációt eredményez, amely a minta mikrotomos kezelésénél elősegíti a rétegsztérválást. Így a nagyon vékony EVOH és tapadásközvetítő rétegek nemigen kívánatosak,

mivel a szétválás elősegítése miatt rontják a palack integritását (homogenitását). Továbbá ezeknél a feltételeknél az EVOH réteg direkt érintkezésbe léphet a külső légtérrel, és így könnyen légnedvességet vehet fel. Az ilyen összehegedések a szakítópróba során a hegedési zónában szakadnak, és elválás tapasztalható a külső PP rétegek, az EVOH és a tapadásközvetítő rétegek között.



2. ábra A 7 számú minta (1. 3. táblázat) morfológiája fáziskontraszt-felvétellel (szerszámzárás sebessége: 6 m/s)

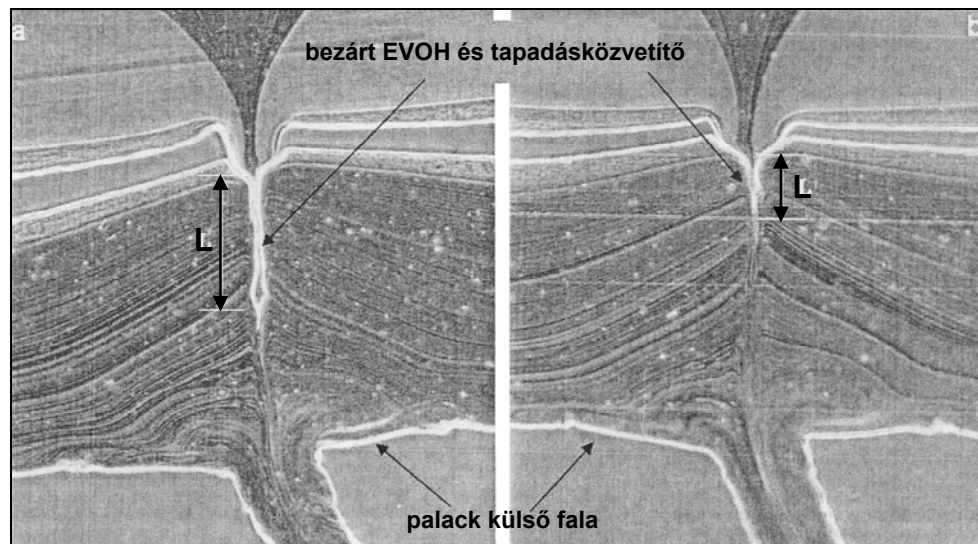


3. ábra A 8 számú minta (1. 3. táblázat) morfológiája fáziskontraszt-felvétellel (szerszámzárás sebessége: 8 m/s)

A 3. ábrán a 8 m/s-os szerszámzárási sebesség hatását vizsgálták. Ezzel elérték, hogy valamennyi EVOH és tapadásközvetítő réteg a flakonbelső felé hatolt, az össze-

csapási zóna keskenyebb lett, mint az előző (kisebb) zárási sebességnél. A folyáské-  
nek ez a változása az olvadékelaszticitás növekedésének eredménye, amely a maga-  
sabb zárási sebesség miatt lépett fel. Azonban bizonyára azért, mert az EVOH és a  
tapadásközvetítő rétegek jelen vannak a hegedési zónában, a szakítási és meghibáso-  
dási jellemzők nagyon hasonlóak, mint a 6 m/s-os zárási sebességnél.

Végül a 4. ábrán látható, hogy a legnagyobb zárási sebességnél az EVOH és a  
tapadásközvetítő rétegek eltűnnek az összehegedési zónából, így ezek teljesen elszigete-  
lődnek a külső környezettől. A 4/b ábrán látható kép a hosszabb összenyomási idő kis-  
mértékű hatását mutatja: az EVOH és a tapadásközvetítő réteg lefolyási hossza (L) a  
palack külső fala felé rövidebb, mint a 4/a ábrán bemutatott rövidebb összenyomási  
idővel készített minta esetében. Továbbá a hegedési zóna szinte kizárólag PP-ből áll,  
és ez megmagyarázza a nagyobb szakítási és törési szilárdsági értékeket. A mikro-  
szkópos analízisben ezek közül a palackok közül egyetlenegy sem mutatott tönkreme-  
netelt vagy rétegződést.



4/a ábra A 6 számú minta (1. 3. táblázat) morfológiája fáziskontraszt felvétellel  
(szerszámzárás sebessége: 10 m/s, ideje: 0,5 s)

4/b ábra A 6 számú minta (1. 3. táblázat) morfológiája fáziskontraszt felvétellel  
(szerszámzárás sebessége: 10 m/s, ideje: 2 s)

L: összecsapási vonal hossza

A vizsgált paraméterek közül a szerszámhőmérséklet és az összenyomási idő  
nem volt jelentős hatással a termékek minőségére.

#### *Gázáteresztés (permeabilitás)*

A legjobb mechanikai tulajdonságokat mutató palackoknak megvizsgálták az  
oxigénzáró képességét. A bemutatott optimalizált fúvási kondíciók mellett a gázát-

eresztési koefficiens  $0,218 \text{ cm}^3 \cdot \text{mm m}^{-2} \cdot 24 \text{ h}^{-1} \cdot \text{atm}^{-1}$ . Ez a gyakorlatban annyit jelent, hogy 0,3 kg élelmiszert csomagolva ebbe a flakonba 689 napig eltartható a kérdéses szósos termék, figyelembe véve a megengedhető max. 5 ppm oxigént. Így az eltarthatóság a megcélzott 12 hónapos érték kétszeresére emelkedett.

## **Optimális összehegedési kondíciók**

Végeredményként megállapítható, hogy a legmagasabb mechanikai szilárdsággal és gázzáró képességgel rendelkező palackok előállítására a maximális szerszámzárási sebesség és maximális (nyomás) rajtatartási idő kombinációjával érhető el. Így homogén, szinte kizárólag PP-t tartalmazó hegedési varratot lehet kapni, kizárva az EVOH tönkremenetelével járó gázáteresztési problémákat. A kísérletileg megállapított palackfűvési paraméterek: szerszámhőmérséklet  $15 \text{ }^\circ\text{C}$ , zárási sebesség  $10 \text{ m/s}$ , zárónyomás rajtatartási idő  $2 \text{ s}$ .

Egy korábban elfogadott elmélet szerint (Grald és munkatársai) az EVOH réteg jelenléte kívánatos a hegedési zónában. Ezt a szemléletet a bemutatott kísérletek eredményei messzemenően cáfolják.

A levonható következtetések:

- a palack minősége szempontjából legfontosabb szerepe a szerszámzárási sebességnek van. Ha túl lassú a szerszámzárási sebesség, az eredeti, többrétegű szerkezet megmarad az összehegedési zónában, ezáltal a palacknak kisebb lesz a mechanikai szilárdsága és nő a gázáteresztése,
- az összehegedési zóna mechanikai és morfológiai vizsgálatai ugyanazt az eredményt mutatják: akkor jön létre magasabb összehegedési szilárdság, ha az EVOH és a tapadásközvetítő réteg kiszorul a hegedési varratból, ilyenkor a szilárdsági vizsgálatok mintái nem az összehegedési zónában mennek tönkre,
- az oxigénáteresztés akkor a legalacsonyabb, ha az optimális mechanikai szilárdsági értékek a legnagyobbak, ilyenkor garantáltan kétszer olyan hosszú eltarthatósági idővel lehet számolni, mint amelyeket az ipar rendszerint megkövetel a zsírtartalmú termékek esetében.

Összeállította: Csutorka László

Carneiro, O. S.; Oliveira, M. J.; Martins, R. L.: Effect of pinch-off welding on quality of food packaging bottle. = *Plastics, Rubber and Composites*, 36. k. 4. sz. 2007. p. 173–178.

## **Röviden...**

### **Csomagolóanyagok fejlesztése tejipari alapanyaggal**

Egy spanyol kutatócentrum és az ottani csomagolótechnikai szövetség vezetésével a „Wheylayer” projekt keretében a szakemberek a sajtgyártás melléktermékeként keletkező tejsavóprotein beépíthetőségét vizsgálják többrétegű csomagolóanyagokba.

[www.quattroplast.hu](http://www.quattroplast.hu)



Céljuk, hogy a tejsavóprotein mikrobák elleni védőhatását kihasználva egy ilyen réteggel helyettesítsék az eddig alkalmazott polimer oxigénzáró réteget. A természetes eredetű alapanyag felhasználása a későbbiekben a többrétegű fóliák hulladékának hasznosítását is megkönnyítené.

KI 212603

O. S.

<http://www.iris.cat/spa/spa.htm>