

2019 • 2020

Faculteit Industriële ingenieurswetenschappen

master in de industriële wetenschappen: verpakkingstechnologie

## Masterthesis

Evaluatie en optimalisatie van de peelperformantie van top- en bottomwebfilms met polypropyleen seallaag in het sealproces met verwarmde lasbalken voor, tijdens en na hittebehandeling

PROMOTOR :

Prof. dr. Rosa PEETERS

BEGELEIDER :

ing. Bram BAMPS

Yoni Stevens

Scriptie ingediend tot het behalen van de graad van master in de industriële wetenschappen:  
verpakkingstechnologie

Gezamenlijke opleiding UHasselt en KU Leuven



KU LEUVEN



KU LEUVEN

2019 • 2020

Faculteit Industriële ingenieurswetenschappen  
master in de industriële wetenschappen: verpakkingstechnologie

## Masterthesis

Evaluatie en optimalisatie van de peelperformantie van top- en bottomwebfilms met polypropyleen seallaag in het sealproces met verwarmde lasbalken voor, tijdens en na hittebehandeling

**PROMOTOR :**

Prof. dr. Rosa PEETERS

**BEGELEIDER :**

ing. Bram BAMPS

### Yoni Stevens

Scriptie ingediend tot het behalen van de graad van master in de industriële wetenschappen:  
verpakkingstechnologie



**KU LEUVEN**



*Deze masterproef werd geschreven tijdens de COVID-19 crisis in 2020.  
Deze wereldwijde gezondheids crisis heeft mogelijk een impact gehad op  
de opdracht, de onderzoekshandelingen en de onderzoeksresultaten.*



# Woord vooraf

Deze thesis is de afsluiting van mijn opleiding industriële ingenieurswetenschappen met afstudeerrichting Verpakkingstechnologie aan de Universiteit Hasselt. In het masterjaar wordt de mogelijkheid gesteld om de opleidingsonderdelen in de praktijk te verwerken waardoor er een stage verbonden was aan deze thesis. Dit onderzoek werd uitgevoerd binnen het CORNET-project "THERMOPEEL: "Optimale peelbare seals in verpakkingsconcepten die een thermische behandeling ondergaan", gefinancierd door het Vlaamse (Agentschap Innoveren & Ondernemen (VLAIO-TETRA nr. 180224)) en Duitse overheid (Federaal Ministerie van Economische Zaken en Energie (BMW, IGF-project nr. 243 EBR/1)).

De verwezenlijking van dit onderzoek was niet mogelijk geweest zonder de hulp en steun van enkele personen. Graag wil ik daarom van dit voorwoord gebruik maken om enkele personen te bedanken. Als eerste gaat mijn dank uit naar mijn interne begeleider, ing. Bram Bamps, en mijn interne promotor, prof. dr. Roos Peeters. Bij hen kon ik altijd terecht met vragen en ze stonden altijd klaar om me verder te helpen. Ze ondersteunden en begeleidden mij om al mijn capaciteiten naar boven te halen, wat resulteerde in een mooie thesis die ik zelf maakte met de nodige inbreng van beiden.

Ook richt ik graag een woord van dank aan Prof. Dr. Ing. Mieke Buntinx, die wekelijks controleerde hoe het met ons ging. Ik wil haar graag bedanken voor het wekelijks 'VééTheekransje, er was dan wel geen echte thee aanwezig. Maar de babbel met haar, de overige proffen en mijn medestudenten zorgde zeker voor de nodige steun.

Daarnaast wil ik mijn ouders bedanken voor het mogelijk maken van mijn studies en mij hierin te steunen. Tot slot wil ik mijn medestudenten en vrienden bedanken. Door jullie steun en motivatie heb ik deze stressvolle periode in mijn opleiding tot een goed einde kunnen brengen.



# Inhoud

<b>Woord vooraf</b> .....	<b>1</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>13</b>
<b>Abstract in English</b> .....	<b>15</b>
<b>1 Inleiding</b> .....	<b>17</b>
1.1 Doelstellingen.....	18
1.2 Onderzoeksplan.....	18
<b>2 Literatuurstudie</b> .....	<b>21</b>
2.1 Polymeren .....	22
2.1.1 Polypropyleen (PP) .....	23
2.1.2 Polyethyleentereftalaat (PET) .....	25
2.1.3 Polyamide (PA) .....	27
2.2 Heat sealen.....	28
2.2.1 Sealen met warme lasbalken .....	29
2.2.2 Seal- en grensvlaktemperatuur .....	30
2.2.3 Vereisten voor sealfolie.....	31
2.2.4 Peelbare seals.....	32
2.3 Temperatuurbehandeling .....	33
2.3.1 Pasteurisatie .....	34
2.3.2 Sterilisatie .....	34
2.3.3 Invloed op peelbare sealkwaliteit .....	34
2.3.4 Voorbereidende tests ThermoPeel .....	35
2.4 Differential scanning calorimetry (DSC) .....	36
<b>3 Materialen</b> .....	<b>39</b>
3.1 Bottomweb.....	39
3.2 Topfilmmateriaal .....	39
<b>4 Methoden</b> .....	<b>41</b>
4.1 Conditionering.....	41
4.2 Mechanische en chemische materiaalkarakterisatie.....	41
4.2.1 Diktemeting .....	41
4.2.2 Trekproef .....	42
4.3 Differential scanning calorimetry (DSC) .....	43
4.4 Het sealproces (voor, tijdens en na hittebehandeling) .....	44
4.4.1 Bepaling sealsterkte .....	44
4.4.2 Voorbereidende testen: bepalen peelperformantie zonder hittebehandeling .....	45
4.4.3 Bepalen sealsterkte voor, tijdens en na hittebehandeling .....	47
4.4.4 Optimalisatieprocessen .....	47



4.4.5	Validatie experimenten .....	47
<b>5</b>	<b>Resultaten en discussie .....</b>	<b>49</b>
5.1	Mechanische en chemische materiaalkarakterisatie .....	49
5.1.1	Diktemeting .....	49
5.1.2	Trekproef .....	50
5.1.3	Differential scanning calorimetry (DSC) .....	50
5.2	Vorbereidende testen: Bepalen peelperformantie zonder hittebehandeling .....	50
5.2.1	Temperatuurbereik 180 – 220 °C .....	53
5.2.2	Temperatuurbereik 160 – 180 °C .....	56
5.3	Evaluatie sealproces voor, tijdens en na hittebehandeling .....	58
5.3.1	PET/PP Cohesive .....	58
5.3.2	PET/PP Burst .....	60
5.4	Optimum .....	62
<b>6</b>	<b>Besluit .....</b>	<b>69</b>
	<b>Bibliografie .....</b>	<b>71</b>

# Lijst van tabellen

Tabel 1: Vergelijking eigenschappen polypropyleen homopolymeer, random copolymeer en blokpolymeer.....	25
Tabel 2: Eigenschappen van polyethyleentereftalaat [29, 30].....	26
Tabel 3: De E-modulus, smelttemperatuur en de glastransitietemperatuur voor PA 6, 12 en 66 .....	28
Tabel 4: Gemiddelde waarden en St. Dev. voor de topfilms in machinerichting en dwarsrichting .....	50
Tabel 5: Grenswaarde voor PET/PP Cohesive en PET/PP Burst .....	58
Tabel 6: Experimenteel ontwerp met parameters (sealtemperatuur, sealtijd, sealdruk en behandelingstemperatuur) en de resultaten (gemiddelde sealsterkte, maximale sealsterkte en sealenergie) voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Cohesive .....	59
Tabel 7: Significante parameters met hun waarden (V) en p-waarden (p-V) van de gemiddelde sealsterkte, de maximale sealsterkte en de sealenergie voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Cohesive.....	60
Tabel 8: Experimenteel ontwerp met parameters (sealtemperatuur, sealtijd, sealdruk en behandelingstemperatuur) en de resultaten (gemiddelde sealsterkte, maximale sealsterkte en sealenergie) voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Burst .....	61
Tabel 9: Significante parameters met hun waarden (V) en p-waarden (p-V) van de gemiddelde sealsterkte, de maximale sealsterkte en de sealenergie voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Burst.....	62
Tabel 10: Voorspelde waarde van de gemiddelde en maximale sealsterkte en sealenergie van de nieuwe optimale sealparameters bij verschillende behandelingstemperaturen voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Burst .....	64
Tabel 11: Experimenteel ontwerp met parameters (sealtemperatuur, sealtijd en sealdruk) en de resultaten (gemiddelde sealsterkte, maximale sealsterkte, sealenergie en faalmechanisme) voor PET/PP Cohesive en Burst bij sealtemperatuur 180 - 220 °C.....	79
Tabel 12: Significante parameters met hun waarden (V) en p-waarden (p-V) van de gemiddelde sealsterkte, de maximale sealsterkte en de sealenergie voor PET/PP Cohesive en Burst .....	79
Tabel 13: Experimenteel ontwerp met parameters (sealtemperatuur, sealtijd en sealdruk) en de resultaten (gemiddelde sealsterkte, maximale sealsterkte, sealenergie en faalmechanisme) voor PET/PP Cohesive en Burst bij sealtemperatuur 160 - 180 °C.....	85
Tabel 14: Significante parameters met hun waarden (V) en p-waarden (p-V) van de gemiddelde sealsterkte, de maximale sealsterkte en de sealenergie voor PET/PP Cohesive en Burst .....	85
Tabel 15: Validatie van optimale sealparameters bij verschillende behandelingstemperaturen voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Cohesive en Burst (n = 5).....	87



# Lijst van figuren

Figuur 1: Tray bestaande uit een topfilm in combinatie met een bottomweb.....	21
Figuur 2: Een lineair homopolymeer (a), een alternerend copolymeer (b), een random copolymeer (c) en een blokcopolymeer (d) .....	22
Figuur 3: Moleculaire opbouw van polypropyleen .....	23
Figuur 4: Grafische voorstelling van atactisch, isotactisch en syndiotactische PP.....	24
Figuur 5: Schematische weergave van een esterverbinding.....	26
Figuur 6: Moleculaire opbouw van polyethyleentereftalaat .....	26
Figuur 7: Schematische weergave van een amidegroep.....	27
Figuur 8: Structuur van PA 6.....	27
Figuur 9: Schematische weergave polymeerketens na sealen met warmte .....	28
Figuur 10: Labthink HST-H3.....	29
Figuur 11: Schematische weergave van de opbouw van het sealproces met warme lasbalken.....	29
Figuur 12: Theoretische stijging van de grensvlaktemperatuur in functie van de sealtijd .....	30
Figuur 13: Thermokoppelmeting voor PET/PP Cohesive sealtijd 1, 2 en 3 s en sealdruk 1 Nmm <sup>-2</sup> .....	31
Figuur 14: Overzicht van richtlijnwaarden van krachten die 95 % (50 %) vrouwelijke consumenten kunnen uitoefenen op een peelbare seal .....	32
Figuur 15: Schematische weergave van een adhesieve peel (A), een cohesieve peel (B) en een delamination peel (C).....	33
Figuur 16: Invloed van de behandelingstijd op de maximale sealsterkte voor PET/PP Cohesive.....	36
Figuur 17: Invloed van de behandelingstijd op de maximale sealsterkte voor PET/PP Burst.....	36
Figuur 18: Mogelijke transitie in DSC-curve .....	37
Figuur 19: Eerste opwarmcyclus APET [40].....	38
Figuur 20: Tweede opwarmcyclus APET [40] .....	38
Figuur 21: Peelgedrag van PET/PP Cohesive (A) en PET/PP Burst met de topfilm (B) en de bottomweb (C) .....	40
Figuur 22: Micrometer MTS MI20.....	41
Figuur 23: Machinerichting (MD) en de dwarsrichting (CD) verduidelijkt bij een rol filmmateriaal ....	42
Figuur 24: Trekkbank: Tinius Olsen 5ST .....	42
Figuur 25: Staalafname bij een rol filmmateriaal.....	44
Figuur 26: Visuele voorstelling van de staalafname (A) en versnijden van het gesealde staal (B) .....	45
Figuur 27: Microscopische foto van PET/PP Cohesive (A), Burst (B) en PA/PP (C) niet gepeeld (vergroting: 500x).....	49
Figuur 28: Sealcurve voor PET/PP Cohesive en Burst bij sealtijd 2 s en sealdruk 1 Nmm <sup>-2</sup> .....	51
Figuur 29: Algemene trekcurve van een seal met rood de maximale kracht en groen de gemiddelde kracht uitgeoefend op het staal.....	52
Figuur 30: Vergelijking van de gemiddelde sealsterkte (Nmm <sup>-1</sup> ) voor PET/PP Cohesive en Burst bij het temperatuurbereik 180- 220 °C .....	53
Figuur 31: Microscopische weergave van het gesealde staal (run 6) van PT/PP Cohesive (A) en PET/PP Burst (B).....	54
Figuur 32: PET/PP Cohesive combinatie run 3 (A) en run 15 (B), breuk run 6 (C) en run 12 (D) PET/PP Burst combinatie run 5 (E) en run 9 (F), breuk run 6 (G), run 12 (H), 13 (I) en 15 (J) .....	55
Figuur 33: Vergelijking van de gemiddelde sealsterkte (Nmm <sup>-1</sup> ) voor PET/PP Cohesive en Burst bij het temperatuurbereik 160- 180 °C .....	56
Figuur 34: Voorstelling van de plaats waar het staal extra geseald werd door de behandelingstemperatuur .....	58
Figuur 35: De gemeten (blauw) en voorspelde (grijs) gemiddelde en maximale sealsterkte met 95 % betrouwbaarheidsinterval voor (23 °C), tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP	

Cohesive en Burst bij de optimale sealparameters voor behandelingstemperaturen 95 en 121 °C (n = 5).....	65
Figuur 36: Trekcurves tijdens hittebehandeling in vergelijking met voor hittebehandeling voor PET/PP Cohesive .....	66
Figuur 37: Trekcurves tijdens hittebehandeling in vergelijking met voor hittebehandeling voor PET/PP Burst .....	66
Figuur 38: Trekcurves na hittebehandeling in vergelijking met voor hittebehandeling voor PET/PP Cohesive .....	67
Figuur 39: Trekcurves na hittebehandeling in vergelijking met voor hittebehandeling voor PET/PP Burst .....	67
Figuur 40: Microscopische weergave van de verschillende runs PET/PP Burst bij sealtemperaturen 180 - 220 °C (vergroting: 500x) .....	81
Figuur 41: Microscopische weergave van de verschillende runs PET/PP Burst bij sealtemperaturen 180 - 220 °C (vergroting: 500x) .....	83
Figuur 42: Microscopische weergave van de validatiestalen - topfilm PET/PP Cohesive (vergroting: 500x).....	88
Figuur 43: Microscopische weergave van de validatiestalen van de topfilm PET/PP Burst (tijdens hittebehandeling: bottomweb PA/PP) (vergroting: 500x).....	89

# Verklarende woordenlijst

## **D**

Design of Experiments	
DoE, experimenteel ontwerp .....	18
Dwarsrichting	
(CD) Loodrichting, loodrecht op de machine richting .....	42

## **E**

Endotherm	
Warmte-absorptie .....	37
Exotherm	
Warmte-opwekking .....	37

## **G**

Grensvlaktemperatuur	
De temperatuur die werkelijk plaatsvindt tijdens het sealproces tussen de twee gesealde materialen ....	30

## **H**

Heat sealen	
Sealen door middel van warmte of ook wel vaker heat sealing genoemd in het engels .....	28

## **K**

Kristallisatietemperatuur	
De temperatuur waarbij een polymeer kristallisatie ondergaat, dit is een proces dat gepaard gaat met het gedeeltelijke herschikken van hun moleculaire ketens tot geordende gebieden die lamellen worden genoemd .....	31

## **M**

Machinerichting	
(MD) Looprichting, richting waarin de machine loopt .....	42

## **P**

Peelperformantie	
De combinatie van maximale sterkte, gemiddelde sterkte en sealenergie bij peelbare seals .....	18
Polyolefinen	
Polymeren van lichte alkenen .....	31

## **S**

Sealcurve	
Een curve waar de sealsterkte in functie van de sealtemperatuur wordt uitgezet .....	18
Sealen	
Wordt beschouwd als een nederlandstalig woord dat gebruikt wordt voor lassen, het verbinden van twee materialen .....	28
Sealsterkte	
Kracht per lengte-eenheid, die wordt bepaald in een sealtest volgens ASTM F88. Als de seal niet breekt maar het materiaal wel, of als alleen het materiaal delamineert, wordt er nog steeds gesproken over de sealsterkte .....	17
Sealtemperatuur	
De temperatuur die is ingesteld op de sealmachine .....	17



# Lijst van afkortingen

APET	Amorf polyethyleentereftalaat
aPP	Atactisch polypropyleen
ASTM	American Society for Testing and Materials
ATR/FTIR	Attenuated Total Reflection – Fourier Transformed Infra Red
CD	Dwarsrichting
CPP	Polypropyleen copolymeer
DoE	Design of Experiments
DSC	Differential Scanning Calorimetry
HDPE	Hoge dichtheid polyethyleen
HPP	Polypropyleen homopolymeer
iPP	Isotactisch polypropyleen
ISO	International Organization for Standardization
LDPE	Lage dichtheid polyethyleen
LLDPE	Lineaire lage dichtheid polyethyleen
MD	Machinerichting
mLLDPE	Metallocene lineaire lage dichtheid polyethyleen
PA	Polyamide
PE	Polyethyleen
PET	Polyethyleentereftalaat
PP	Polypropyleen
RSM	Response-surface-methodiek
sPP	Syndiotactisch polypropyleen
Tg	Glastransitietemperatuur
Tk	Kristallisatietemperatuur
Ts	Smelttemperatuur





# Abstract

De invloed van een hittebehandeling (pasteurisatie en sterilisatie) op de peelbaarheid van een peelseal is onderzocht voor twee topfolies met een polypropyleen seallaag met verschillend peelmechanisme (cohesieve en delaminatie peeling), beiden zijn getest op een bottomweb. Deze materialen worden bestudeerd in een vergelijkend sealonderzoek met variatie in sealparameters en omgevingstemperatuur (23, 95 en 121 °C).

De delaminerende folie heeft een hogere sealinitiatietemperatuur nodig dan de cohesieve peelfolie. Een model werd gefit om de seals te optimaliseren tot een sterkte van  $1 \text{ Nmm}^{-1}$  bij maximale sealenergie. De bijbehorende optimale sealparameters waren voor de cohesieve peelfolie een sealtemperatuur van 197 °C gedurende 1 s bij een druk van  $1 \text{ Nmm}^{-2}$ , terwijl de delaminatie folie een hogere sealtemperatuur (210 °C) en sealtijd (3 s) nodig had om dezelfde sealsterkte te bereiken. Bij de cohesieve peelfolie bleef de sealsterkte na de hittebehandeling onveranderd, bij de delaminatie peelfolie nam deze licht toe. Tijdens de hittebehandeling nam de sealsterkte van de cohesieve peelfolie in grotere mate af dan de sealsterkte van de delaminatie folie.

Samengevat kan besloten worden dat de seal van beide folies niet verzwakken door ze aan een hevig hitteproces te onderwerpen, ze behouden beiden hun optimale sealsterkte. De delaminatie folie heeft echter wel het voordeel dat een bepaalde kracht overbrugd moet worden vanwege het breken van een dunne laag op het oppervlak, waardoor deze minder snel zal falen tijdens het hitteproces.



# Abstract in English

The impact of heat treatment (pasteurization and sterilization) on the peelability of a seal was investigated for two topfilms containing a polypropylene seal layer with a different peeling mechanism (cohesive and delamination peeling), both tested on a bottomweb. These materials are studied in a comparative sealing study with variation in sealing parameters and environmental temperature (23, 95 and 121 °C).

The delaminating foil requires a higher seal initiation temperature than the cohesive peel foil. A model was fitted to optimize the seals to a strength of  $1 \text{ Nmm}^{-1}$  at maximum sealing energy. The associated optimum sealing parameters were for the cohesive peel film a seal temperature of 197 °C for 1 s at a pressure of  $1 \text{ Nmm}^{-2}$ , while the delamination film required a higher temperature (210 °C) and time (3 s) to achieve the same sealing strength. In the case of the cohesive peeling film, the seal strength remained unchanged after the heat treatment and increased slightly in the case of the delamination peeling film. During the heat treatment, the seal strength of the cohesive peeling film decreased to a greater extent than the seal strength of the delamination peeling film.

It can be concluded that the seals of both films do not weaken by subjecting them to a severe heat process, they both retain their optimal seal strength. However, the delamination film does have the advantage that a certain strength has to be overcome due to the breaking of a thin layer at the surface, making it less likely to fail during a heat process.



# 1 Inleiding

Een voedingsverpakking is belangrijk voor het behoud van de voedselkwaliteit en voedselveiligheid. Als deze verpakking niet goed afgesloten is, heeft de verpakking een beperkte meerwaarde en kan dit een gevaar vormen voor de volksgezondheid. Een goede sluiting is dus een cruciale factor in de voedselveiligheid. In veel gevallen wordt een *peelseal* gebruikt, dit voornamelijk voor het verhogen van het gebruiksgemak. De voedingsverpakking kan verscheidene nabehandelingstappen doorlopen, deze kunnen gebeuren bij diverse temperaturen. Het is noodzakelijk dat ook na deze processen de seal zijn sterkte noch zijn peelbaarheid verliest. Deze nabehandelingen zijn noodzakelijk om microbiële groei, enzymatische werking en chemische veranderingen te voorkomen. Om voedingsproducten te conserveren worden koel- en hittebehandelingen toegepast. Hierbij wordt een specifieke temperatuur gedurende een bepaalde tijd op het levensmiddel toegepast, deze zorgt voor het afsterven van micro-organismen en/of het belemmeren van de groei.

Het TETRA-CORNET-project ThermoPeel onderzoekt de invloed van deze temperatuurbehandelingen op de peelbaarheid van verpakkingsmaterialen. In een eerste analyse wordt bepaald welke parameters een invloed hebben op de sealsterkte. De parameters waar rekening mee gehouden worden zijn de sealtijd, de sealtemperatuur, de uitgeoefende druk op het staal en tot slot de temperatuursbehandeling (temperatuur en tijd). Dit onderzoeksproject test verpakkingsmaterialen die ter beschikking gesteld zijn door de deelnemende bedrijven. De testen worden uitgevoerd voor *flowpack- en topfilm bottomweb* verpakkingsconcepten. Het ThermoPeel project verloopt in samenwerking met het Duitse onderzoeksinstituut Fraunhofer IVV Dresden en de onderzoeksgroep MeBioS van KU Leuven.

Deze masterthesis focust op de peelperformantie van twee polyethyleentereftalaat/polypropyleen (PET/PP) topfolies, met een verschillend peelmechanisme (cohesief en delaminatie peelen), getest op een polyamide (PA)/PP bottomweb in het sealproces met warme lasbalken. Dit proces zal geëvalueerd worden voor, tijdens en na hittebehandeling. De masterthesis wordt uitgevoerd in het VerpakkingsCentrum/imo-imomec (UHasselt) te Diepenbeek.

Naar het effect van hittebehandeling op de peelperformantie van voedselverpakkingen is slechts weinig onderzoek gedaan. Slechts een beperkt aantal studies tonen dat een hittebehandeling leidt tot een reductie van de sealsterkte. Dit wordt nader toegelicht in 'Invloed op peelbare sealkwaliteit' (p.34). Rabeh *et al.* (2015) hebben een hittebehandeling uitgevoerd op twee vergelijkbare peelbare PP-topfolies waarvan de seallaag verschillend is. Deze topfolies zijn ontworpen voor sterilisatietoepassingen en worden geseald op een monolaagse polypropyleen bottomweb. De hittebehandeling vond plaats bij 121 °C gedurende 60 minuten en reduceert de maximale sealsterkte van beide film tot 50 %. De daling van de maximale sealsterkte is te wijten aan de moleculaire reorganisatie van de polymeerketens in het materiaal bij de hogere temperaturen [1]. Verder is het effect van de nabehandeling op polyethyleen (PE) meer onderzocht omdat PE een veel voorkomende seallaag is. Onderzoek van Toshiharu *et al.* (2016) toont aan dat de peelsterkte van een PE-folie na sterilisatie in water bij een temperatuur van 110 °C gedurende 30 minuten eveneens met 50 % is afgenomen [2]. Een gelijkaardige studie, waarbij de sterilisatie werd uitgevoerd in water bij 70, 90 en 110 °C, gaf ook aan dat er een afname van de sealsterkte plaatsvond [3].

Op basis van een enquête, uitgevoerd bij bedrijven uit de bedrijfsdatasets van de betrokken onderzoeksgroepen, is aangetoond dat 85% van de bedrijven (n=72) onderzoek naar peeleigenschappen bij hittebehandeling interessant vindt om hun bedrijfsprocessen beter te begrijpen of om deze verder te optimaliseren. Onderzoek naar het effect van temperatuurbehandeling op de sealsterkte van peelbare verpakkingen is om deze reden ook de focus van deze masterthesis.

## 1.1 Doelstellingen

- Kennis en inzicht krijgen in de peelperformantie (peelgedrag, maximale sterkte, gemiddelde sterkte, peelenergie) van de geselecteerde verpakkingsmaterialen.
- De individuele invloeden en mogelijke interacties van seal- en behandelingsparameters op de peelperformantie onderscheiden met behulp van een experimenteel ontwerp.
- De peelperformantie voorspellen door binnen het softwareprogramma JMP® een geschikt model te kiezen en validatie-experimenten uit te voeren.
- Het verband definiëren tussen de peelperformantie en de effecten bij hittebehandelingen in functie van de samenstelling van het materiaal.
- Het vergelijken van twee gelijkaardige topfolies, verschillend in peelmechanisme, op de peelperformantie voor, tijdens en na hittebehandeling.

## 1.2 Onderzoeksplan

Eerst wordt er onderzoek gedaan naar de fysische en chemische eigenschappen van de geselecteerde verpakkingsmaterialen. Op basis van deze uitgevoerde testen wordt meer kennis verkregen over de samenstelling/eigenschappen van het te testen materiaal. Het gedrag van de peelbare seal kan eventueel gekoppeld worden aan de samenstelling van het te testen materiaal. De geselecteerde verpakkingsfilms bestaan uit een topfilm en een bottomweb. De topfilms (2 typen) bestaan uit polyethyleentereftalaat (PET) en polypropyleen (PP). De bottomweb film bestaat uit polyamide (PA) en polypropyleen.

Onder de fysische analyse van het materiaal wordt het meten van de dikte van alle folies, het uitvoeren van trekproeven op vlakke monsters en een microscopische analyse van de samenstelling van de folies verstaan. De chemische analyse verschaft meer inzicht in de exacte chemische samenstelling met behulp van de testmethode *Differential Scanning Calorimetry* (DSC). De DSC-analyse registreert de hoeveelheid geabsorbeerde of vrijkomende energie van een monster tijdens verwarmen of koelen en levert kwantitatieve en kwalitatieve gegevens op over endotherme (warmte-absorptie) en exotherme (warmte-opwekking) processen in het materiaal. Uit de DSC-analyse worden ook de juiste overgangstemperaturen zoals smelten, kristallisatie, glasovergang, etc. bekomen [4].

Vervolgens wordt de invloed van een temperatuurbehandeling op de peelbaarheid van de *tray* onderzocht voor de materiaalcombinatie PET/PP-topfilms en PA/PP-bottomweb. Eerst zullen er voorbereidende testen worden uitgevoerd om het sealgedrag van de folies te bepalen, waarmee het opstellen van een sealcurve wordt bedoeld. Vervolgens worden de stalen voorbereid, na de staalvoorbereiding worden de stalen geseald met behulp van een vooraf bepaald experimenteel design. Om een betrouwbaar onderzoeksresultaat te verkrijgen, is een groot aantal experimenten nodig, maar tegelijkertijd mogen de benodigde middelen niet groter zijn dan strikt noodzakelijk. Door gebruik te maken van een DoE (Design of Experiments) wordt de relatie tussen onafhankelijke variabelen (sealtemperatuur, sealdruk, sealtijd, behandelingstemperatuur en behandelingstijd) en afhankelijke variabelen (sealsterkte) met zo min mogelijk experimenten en met een zo groot mogelijke betrouwbaarheid bepaald. Er wordt gebruik gemaakt van JMP® als software, omdat deze geschikt is voor de voorbereiding en analyse van een DoE. Het ontwerp wordt gemaakt volgens het Box Behnken Ontwerp. Het Box Behnken design is een response-surface-methodiek (RSM) waarbij slechts drie niveaus (-1, 0 en 1) nodig zijn om een experiment uit te voeren. Het is een interessant ontwerp omdat het de extreme combinaties automatisch elimineert [5]. De belangrijke parameters worden vooraf gedefinieerd, namelijk sealtijd, sealdruk, sealtemperatuur en hittebehandeling. In JMP® worden twee uiterste waarden ingevuld voor 3 onafhankelijke variabelen (sealtijd, sealdruk en sealtemperatuur).

Op basis van Box Behnken wordt een model gemaakt waarbij de extreme combinaties automatisch worden geëlimineerd, waardoor slechts met 15 combinaties een representatief ontwerp verkregen wordt. Deze worden getest op de trekbank. De verkregen resultaten worden ook in JMP® geanalyseerd. Om een goede analyse te kunnen maken met dit nog onbekende programma, is eerst een verkenning van JMP® gepland.

Na de analyse van de gegevens zal een optimaal model worden geselecteerd in JMP®. Op basis van dit model zal duidelijk worden welke parameters al dan niet van invloed zijn op de peelbaarheid van het materiaal. Vervolgens wordt op basis van de verkregen resultaten de procedure geoptimaliseerd. De procedure zal worden aangepast met de relevante parameters. In een volgende fase worden enkel de relevante parameters gebruikt, inclusief de hittebehandeling. Ook hier worden seals gemaakt, deze worden voor enige tijd in een oven geplaatst en zullen hierna verwijderd worden uit de oven om vervolgens getest te worden op de trekbank. Ook na deze analyse wordt er een optimum bepaald. Hieronder volgt een schematisch stappenplan om de procedure te verduidelijken:

1. Een sealcurve opstellen voor het bepalen van het sealgedrag van beide folies
2. Een experimenteel design binnen JMP® opstellen
3. De staalvoorbereiding
4. De stalen sealen volgens het opgestelde design
5. Het bepalen van de sealsterkte bij normale omstandigheden
6. De verkregen resultaten verwerken binnen JMP® door een optimaal model te selecteren
7. De procedure optimaliseren binnen een relevant bereik van de sealparameters
8. Het bepalen van de sealsterkte bij hittebehandeling
9. Optimale sealparameters bepalen
10. Validatie van de resultaten.

Om tenslotte een beter inzicht te krijgen in de resultaten van de peelingtests, zullen deze ook microscopisch worden onderzocht. Dit zal een duidelijker beeld geven van het peelinggedrag van de materialen.

Tijdens de volledige thesistijd wordt ook gezocht naar literatuur om de verkregen onderzoeksresultaten te onderbouwen. De resultaten worden tijdens verscheidene overlegmomenten afgetoetst met de promotoren waarbij de nodige feedback kan geïntegreerd worden. Naast deze overlegmomenten is het noodzakelijk om de geplande begeleidingsgroepvergaderingen van het project ThermoPeel bij te wonen. De verkregen gegevens en resultaten worden vervolgens geschreven in een scriptie. Tenslotte volgt de eindpresentatie met verdediging.





## 2 Literatuurstudie

Ondanks de huidige negatieve perceptie spelen voedselverpakkingen een cruciale rol in de maatschappij. Bescherming, bundelen, informeren, gebruiksgemak zijn slechts enkele van de vele functies die verpakkingen hebben. De verpakking zorgt voor bescherming van het product tijdens de distributie van fabrikant naar consument. Het biedt eveneens de mogelijkheid om voedsel te conserveren, dit zorgt voor minder voedselverspilling [6]. Vervolgens maakt de verpakking het mogelijk om een product zowel te bevatten als te bundelen, hetgeen gunstig is voor transport. Een verpakking kan comfort geven en het gebruiksgemak verhogen. Een voorbeeld hiervan is de kant-en-klare maaltijd die in de verpakking opgewarmd kan worden [7]. Bovendien bevat een verpakking nuttige informatie voor de consument, waaronder de algemene kenmerken van het product, de houdbaarheidsdatum, de ingrediënten, het nettogewicht van de inhoud, de naam en het adres van de fabrikant [8].

Flexibele verpakkingen winnen aan belang, zo worden metalen blikken en glazen potten steeds meer vervangen door de kunststof variant. Een flexibele verpakking kan worden beschouwd als elke verpakking of deel van een verpakking, waarvan de vorm gemakkelijk kan worden veranderd. Flexibele verpakkingen omvatten, maar zijn niet beperkt tot, zakken, *pouches*, tray bestaande uit topfilm en bottomweb (Figuur 1), wikkels die gebruik maken van papier, plastic, folie, aluminiumfolie, of een combinatie van deze materialen [9]. Deze flexibele verpakkingen missen echter wel de kracht van metalen blikken en glazen potten en hebben meer controle nodig over de externe druk tijdens hittebehandelingen [10]. Daarnaast heeft kunststof echter een waaier aan positieve eigenschappen die voordelig zijn om dienst te doen als verpakkingsmateriaal (voor bijvoorbeeld levensmiddelen). Allereerst heeft plastic een laag gewicht, dit biedt zowel financiële als ecologische voordelen. Rekening houdende met laadvermogen van transportmiddelen en het gewicht van verpakkingen, kan meer vervoerd worden als licht wegende verpakkingen worden ingezet [11]. Een ander belangrijk voordeel is dat plastic bedrukbaar is, waardoor er geen apart etiket voorzien zal moeten worden [12]. Door de transparante eigenschap van sommige plastic kan de consument eveneens makkelijk de inhoud van de verpakking zien. Vervolgens hebben enkele kunststoffen de mogelijkheid om een fysieke barrière voor bijvoorbeeld zuurstof ( $O_2$ ), waterdamp ( $H_2O$ ) of koolstofdioxide ( $CO_2$ ) te voorzien. Deze barrière maakt het mogelijk om voedingsmiddelen te verpakken onder een gemodificeerde atmosfeer. Een modificeerde atmosfeer betekent dat er een gasmengsel in de verpakking gebracht wordt, wat zorgt voor een optimale houdbaarheid van het voedingsmiddel over een langere periode [13].



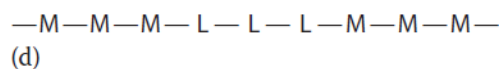
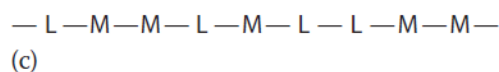
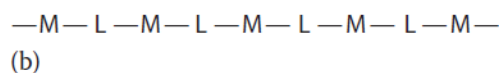
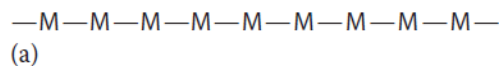
*Figuur 1: Tray bestaande uit een topfilm in combinatie met een bottomweb [14]*

## 2.1 Polymeren

Onder een polymeer wordt een organische verbinding verstaan met een zeer hoge molecuulmassa ( $10^3$  tot  $10^6$ ) waarbij deze moleculen bestaan uit een sequentie van kleine eenheden (monomeren). Deze monomeren zijn onderling chemisch met elkaar verbonden [15]. Polymeren behoren tot de groep van macromoleculen, dit zijn verbindingen van een groot aantal atomen verbonden via covalente bindingen [7]. Polymeren zijn op verschillende manieren onder te verdelen namelijk op basis van chemische samenstelling, op basis van polymerisatiereacties, op basis van de dichtheid van het materiaal, op basis van herkomst, etc. Enkele onderverdelingen worden hieronder nader besproken.

Polymeren kunnen onderverdeeld worden op basis van hun chemische samenstelling. Hierbij worden er twee grote groepen onderscheiden, namelijk homopolymeren en heteropolymeren. **Homopolymeren** zijn samengesteld uit hetzelfde monomeer, terwijl **heteropolymeren** uit twee of meer verschillende monomeren bestaan [15]. Wanneer een heteropolymeer uit twee verschillende monomeren bestaat, wordt het een copolymeer genoemd. Terpolymeren bestaan uit drie verschillende monomeren. De groep polymeren kan nog eens onderverdeeld worden op basis van ketenstructuur:

- een **lineair** copolymeer kan ofwel een alternerend, random of block copolymeer zijn [15]. Deze structuren worden schematisch weergegeven in Figuur 2;
- een **vertakt** polymeer kan onderverdeeld worden volgens tacticiteit. Al naar gelang de positie van de restgroep kan een polymeer atactisch, isotactisch of syndiotactisch zijn, dit wordt nader toegelicht in Polypropyleen (PP) (p.23);
- een polymeer dat **chemisch verknoopt** is, bevat crosslinks tussen meerdere ketens.



Figuur 2: Een lineair homopolymeer (a), een alternerend copolymeer (b), een random copolymeer (c) en een blokcopolymeer (d) [7]

Lineaire polymeren zijn **thermoplasten**, een thermoplast heeft lange moleculaire ketens die onderling verbonden zijn door intermoleculaire krachten of vanderwaalsbindingen, deze krachten verzwakken bij verhitting van het polymeer, waardoor ze eerst zacht zullen worden om vervolgens te smelten omdat de ketens onafhankelijk van elkaar kunnen bewegen. Het polymeer kan nu in de gewenste vorm worden gebracht en wanneer het afkoelt, worden er weer vanderwaalskrachten gevormd [16]. Daarnaast bestaan er ook de **thermoharders**, deze bevatten onderling crosslinks, dit zijn chemische covalente bindingen die sterker zijn dan vanderwaalskrachten. Om deze reden is het moeilijker om deze te verbreken. Wanneer een thermoharder wordt blootgesteld aan een stijgende temperatuur, zullen de crosslinks worden verbroken en uiteindelijk zullen de gunstige eigenschappen van het polymeer teniet worden gedaan. In tegenstelling van thermoplasten zullen deze bindingen bij afkoeling niet opnieuw worden gevormd, zodat ze niet hervormd kunnen worden. Een thermoharder

is dan ook moeilijker te recyclen, omdat hij niet kan worden omgesmolten [7]. Vervolgens kan een polymeer ofwel kristallijn ofwel niet-kristallijn zijn. Kristallijn betekent dat polymeren een regelmatige moleculaire rangschikking in drie dimensies vertonen. Dit is niet het geval bij niet-kristallijne, deze polymeren hebben een ongeordende schikking. **Niet-kristallijne polymeren**, ook wel amorf genoemd, hebben enkel een glastransitietemperatuur ( $T_g$ ). De glastemperatuur is, evenals de smelttemperatuur, een belangrijke factor bij het bepalen van de gebruikstemperatuur van het polymeer. Het is de temperatuur waarbij een amorf polymeer bros wordt bij afkoeling of zacht bij verhitting [17]. **Kristallijne polymeren** hebben, naast een  $T_g$ , een smeltemperatuur ( $T_s$ ), dat is de temperatuur waarbij een stof van vast naar vloeibaar verandert bij verhitting of van vloeibaar naar vast bij afkoeling [18]. Op deze temperatuur lossen de kristallen op en komen de ketens vrij om deel te nemen aan het sealproces. In werkelijkheid vertonen polymeren een fenomeen waarbij ze slechts in beperkte mate kristalliseren en gedeeltelijk amorf blijven, namelijk **semi-kristallijne polymeren** [19]. Voor verpakkingstoepassingen worden vaak niet-kristallijne en kristallijne polymeren gecombineerd in een meerlaags materiaal om goede verpakkingseigenschappen te combineren (vb. sealbaarheid, treksterkte, doorscheurweerstand, etc.) [7, 20].

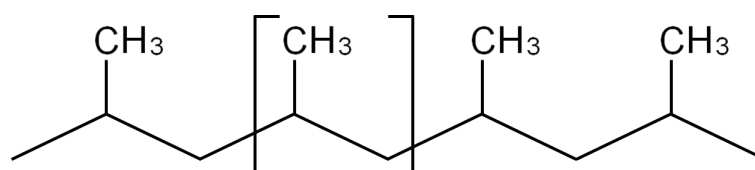
Vervolgens worden de 2 verschillende polymerisatiereacties (stapsgewijze polymerisatie en ketenpolymerisatie) besproken:

- Stapsgewijze polymeren worden gevormd door de reactie van twee monomeren, deze worden aan elkaar gekoppeld tot een dimeer. Vervolgens loopt het moleculairgewicht van het polymeer stapsgewijze op [21].
- Ketenpolymerisatie is een proces waarbij een actief centrum (vrije radicalen of ionen) wordt gevormd, waardoor het polymeer met een hoogmoleculair gewicht vroeg in het polymerisatieproces wordt gevormd [22].

Tot slot kan een polymeer van natuurlijke oorsprong zijn of kunstmatig worden ontwikkeld. Voorbeelden van natuurlijke polymeren zijn eiwitten en zetmeel. Synthetische polymeren zijn thermoplasten, thermoharders en elastomeren. Deze worden verkregen tijdens de destillatie van aardolie. Kunststoffen zijn producten van de petrochemische industrie die nagenoeg 5 % van het totaal aardolieverbruik voor haar rekening neemt [23].

### 2.1.1 Polypropyleen (PP)

Polypropyleen is een polymeer bestaande uit het monomeer propyleen. Het is een van de meest gebruikte thermoplasten omwille van de goede fysische, mechanische en thermische eigenschappen. Bovendien is polypropyleen milieuvriendelijk, omdat het kan worden gerecycled [24]. Polypropyleen is semi-kristallijn en bevat dus zowel kristallijne als amorf fase, de hoeveelheid van elke fase is afhankelijk van de structurele en stereochemische eigenschappen van de polymeerketens [18]. De moleculaire opbouw van polypropyleen is weergegeven in Figuur 3.

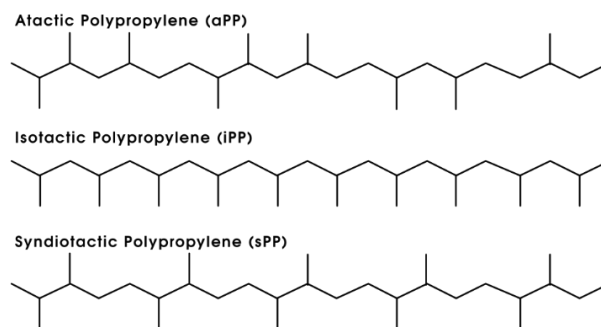


Figuur 3: Moleculaire opbouw van polypropyleen

Polypropyleen wordt gesynthetiseerd door middel van de ketenpolymerisatie met behulp van Ziegler-Natta-katalysatoren [15]. Karl Ziegler en Giulio Natta waren wetenschappers die onafhankelijk van elkaar katalysatoren ontwikkelden die polymerisatie bij kamertemperatuur en normale atmosferische druk mogelijk maakten en de positie van elke monomeereenheid aan de polymeerketens nauwkeurig controleerden [25]. Naast de traditionele Ziegler-Natta-katalysatoren worden ook metallocen-katalysatoren gebruikt voor de productie van polypropyleen [26]. Afhankelijk van de gebruikte katalysator ontstaat een andere stereochemie van het polymeer polypropyleen, namelijk:

- **atactisch PP (aPP)** wordt gevormd bij afwezigheid van een stereospecifieke katalysator. Het is een amorf materiaal met een zeer kleine hoeveelheid kristalliniteit (5-10%) met een dichtheid van  $850 \text{ kgm}^{-3}$ , het is zacht, kleverig en oplosbaar in vele oplosmiddelen. Het wordt voornamelijk gebruikt in smeltlijmen en bij het lamineren van papier [27];
- bij gebruik van de Ziegler-Natta katalysator wordt voornamelijk **isotactisch (iPP)** gevormd, dit is een kristallijn polymeer omdat de methylgroepen zich hier aan één kant van de koolstofketen vestigen. Het is stijf en heeft een hoog smeltpunt. Commerciële materialen zijn voornamelijk gemaakt van isotactisch PP en bevatten een hoeveelheid van 10 % atactisch PP, deze hoeveelheid aPP zal een verstoring van de kristalliniteit, een lager smeltpunt en een lagere gebruikstemperatuur veroorzaken [18];
- **syndiotactisch (sPP)** met een hoge kristalliniteit en smelttemperatuur zal worden gevormd door de metallocen-katalysatoren, de methylgroep is hier afwisselend [26].

De structuren worden grafisch voorgesteld in Figuur 4.



Figuur 4: Grafische voorstelling van atactisch, isotactisch en syndiotactische PP [28]

Polypropyleen kan ook worden onderverdeeld in PP homopolymeer (HPP) en PP copolymeer (CPP). Het copolymeer van het polypropyleen wordt onderverdeeld in random copolymeren en blokcopolymeren.

**Homopolymeer** bevat alleen propyleenmonomeren en is typisch 60 - 70 % kristallijn en 30 - 40 % amorf. Het is een combinatie van atactisch en isotactisch PP [18]. Het is een materiaal voor diverse toepassingen, dat een laag gewicht combineert met een hoge stijfheid. Het heeft namelijk een elasticiteitsmodulus (E- modulus) van 1,37 - 1,58 GPa [29]. De elasticiteitsmodulus is een maat voor de stijfheid van het materiaal. Een nadeel van homopolypropyleen is dat het materiaal bros is en een lage transparantie heeft. Het materiaal heeft een hoge weerstand tegen een grote verscheidenheid aan chemicaliën, waaronder zuren, alcoholen, warm water en de meeste reinigingsmiddelen. Het is bestand tegen mechanische slijtage en *environmental stress cracking* [7, 17]. Bovendien heeft het een smelttraject tussen 161 – 170 °C, wat het geschikt maakt voor hittebehandelingen. Homopolymeer is daarentegen niet geschikt voor diepvriestoe toepassingen, dit is te concluderen aan de glasovergangstemperatuur tussen -14 - -6 °C, zo zal het materiaal onder 0 °C glasachtig worden,

waardoor het broser reageert en een lagere doorscheurweerstand heeft. Dit brengt zowel de voedselveiligheid als de voedselkwaliteit in gevaar [29, 30].

**Polypropyleen random copolymeer** wordt geproduceerd door het polymeriseren van ethyleen of butyleen samen met propyleen. De eigenschappen voor de combinatie met ethyleen worden hieronder toegelicht. De hoeveelheid ethyleen ligt tussen 1,5 - 7 % (meestal 2 - 4 %), waarvan de structuur vergelijkbaar is met die van isotactisch PP [17]. Het aandeel van ethyleen maakt het materiaal meer amorf in vergelijking met het homopolymeer. Deze random copolymeren zijn flexibel en transparant, waardoor ze geschikt zijn voor toepassingen die transparantie vereisen. Een copolymeer met 7 % ethyleen kan worden gebruikt als heat-seallaag voor verpakkingen. De elasticiteitsmodulus is 0,82 - 1,02 GPa, waaruit geconcludeerd kan worden dat het minder stijf is dan het homopolymeer. Verder is het ook geschikt voor hittebehandeling door zijn smelttraject tussen 140 - 150 °C. PP random copolymeer is vervolgens wel geschikt in diepvriestoeepassingen, aangezien het pas bros zal reageren bij een temperatuur van -16 °C ( $T_g = -24 - -16$  °C) [29, 30]. PP-homopolymeer en random copolymeer vinden hun toepassing in de voedingsindustrie als bijvoorbeeld een verpakking die geschikt is voor de magnetron, of doppen voor flessen.

**Polypropyleen blokcopolymeer** bevat een hoger ethyleengehalte (tussen 5 en 25 %). Het beschikt over monomeren (ethyleen en propyleen) in een regelmatig patroon. Dit regelmatige patroon maakt het kunststof stijver (E-modulus = 1,03 - 1,23 GPa) en minder bros dan het random copolymeer [7, 29]. Deze polymeren zijn geschikt voor toepassingen die een hoge sterkte vereisen, zoals bijvoorbeeld in de automobiellindustrie. Blokcopolymeer is meer ondoorzichtig dan het homopolymeer. Het is bestand tegen temperaturen tussen -40 °C en 121 °C, waardoor het geschikt is voor zowel hittebehandeling ( $T_s = 158 - 167$  °C) als diepvriestoeepassingen ( $T_g = -25 - -17$  °C). Het vormt net als de andere polypropyleenvarianten een uitstekende barrière tegen waterdamp [29]. Tabel 1 geeft een vergelijking van de eigenschappen van de 3 verschillende polypropyleen typen (homopolymeer, random copolymeer en blokcopolymeer).

In deze thesis wordt gewerkt met topfolies die een laag polypropyleen random copolymeer bevatten en een bottomweb eveneens samengesteld uit een laag polypropyleen.

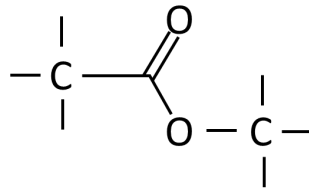
Tabel 1: Vergelijking eigenschappen polypropyleen homopolymeer, random copolymeer en blokcopolymeer [29]

	Homopolymeer	Random copolymeer	blokcopolymeer
Smelttemperatuur (°C)	161 – 170	140 – 150	158 – 167
Glastransitietemperatuur (°C)	-14 – -6	-24 – -16	-25 – -17
Elasticiteitsmodulus (GPa)	1,37 – 1,58	0,82 – 1,02	1,03 – 1,23
Geschikt voor diepvriestoeepassing	Nee	Ja	Ja
Geschikt voor hittebehandeling	Ja	Ja	Ja
Sealbaar	Ja	Ja	Ja

## 2.1.2 Polyethyleentereftalaat (PET)

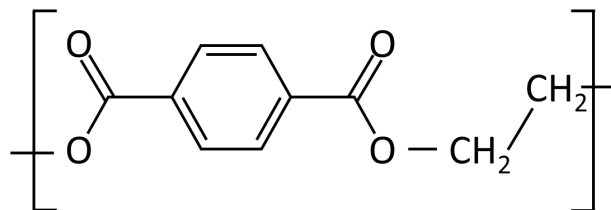
Polyethyleentereftalaat (PET) is een thermoplastisch polyester. Een polyester is een polymeer dat bestaat uit een keten van esterbindingen (Figuur 5). Deze worden gevormd volgens een stapsgewijze polymerisatie. PET heeft het vermogen om onder bepaalde controleerbare omstandigheden te kristalliseren en komt voor in semi-kristallijne of amorse toestand [31]. PET wordt voornamelijk gebruikt in de voedingsmiddelenindustrie voor flessen en voedseltrays, ze zijn grotendeels amorf met kleine kristallijne zones en worden gekenmerkt door hun transparantie [7]. Amorf PET heeft een glasovergangstemperatuur tussen 60 - 84 °C en een elasticiteitsmodulus van 2800 - 3000 MPa. Semi-kristallijn PET heeft een gelijkende glasovergangstemperatuur van 68 - 80°C en E-modulus van

2760 - 3100 MPa. Het heeft een smeltbereik tussen 255 - 265 °C, bijgevolg is semi-kristallijn PET geschikt voor zowel pasteurisatie als sterilisatie zonder dat het begint te ontbinden [29].



Figuur 5: Schematische weergave van een esterverbinding

Het polymeer heeft uitstekende eigenschappen die als verpakkingsmateriaal voor levensmiddelen gunstig zijn, het heeft immers een goede vet- en oliebarrière en een goede barrière voor aroma's en smaak. Het verpakkingsmateriaal heeft ook een hoge chemische en microbiologische resistentie. Vervolgens is het ook een sterk, stijf en taai materiaal in de glasachtige toestand. De glasachtige toestand is de toestand onder de glastransitietemperatuur. Het polymeer heeft ook een zeer lage vochtopname en een goede weerstand tegen vervorming. Daarnaast wordt PET ook vaak gebruikt in voedseltoepassingen vanwege de gasbarrière-eigenschappen, aangezien het slechts beperkte hoeveelheid zuurstof doorlaat [7]. De moleculaire opbouw van polyethyleentereftalaat wordt weer gegeven in Figuur 6.



Figuur 6: Moleculaire opbouw van polyethyleentereftalaat

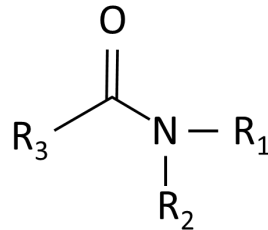
Beide topfolies bevatten zowel een laag PP als een laag PET. De PET-laag is aanwezig om de topfolies stevigheid te bieden, echter vanwege het feit dat de topfolie ook flexibel moet zijn om gemakkelijk te kunnen peelen, zal PET slechts in een zeer dunne laag worden toegevoegd.

Tabel 2: Eigenschappen van polyethyleentereftalaat [29, 30]

	Semi-kristallijn polyethyleentereftalaat	Amorf polyethyleentereftalaat
Smelttemperatuur (°C)	255 – 265	/
Glastransitietemperatuur (°C)	68 – 80	60 – 84
Elasticiteitsmodulus (GPa)	2,76 – 3,10	2,80 – 3,00
Geschikt voor diepvriestoepassing	Ja	Ja
Geschikt voor hittebehandeling	Ja	Nee

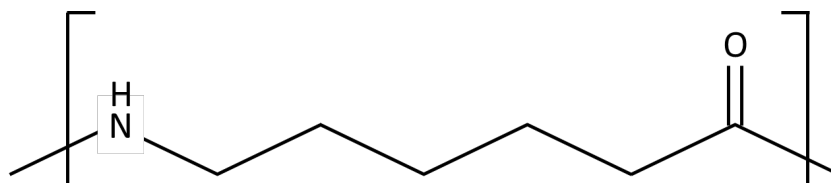
### 2.1.3 Polyamide (PA)

Polyamides (PA) zijn thermoplastische, semi-kristallijne polymeren, in het bezit van een amidegroep (Figuur 7). Er zijn verschillende soorten polyamide (PA 6, PA 12, PA 66, etc.), waarbij het nummer het aantal koolstofatomen in het molecuul aangeeft. Ze worden gemaakt door stapsgewijze polymerisatie, het type polyamide wordt bepaald door het aantal koolstofatomen in de monomeren die tijdens deze reactie worden gebruikt. PA 66 wordt dus gemaakt van 2 monomeren (hexamethyleendiamine en adipinezuur) die beide in het bezit zijn van 6 koolstofatomen [32, 33]. Het aantal koolstofatomen tussen de amidebindingen beïnvloedt ook de eigenschappen van het polyamide, net als de aanwezige polaire amidegroep [17].



Figuur 7: Schematische weergave van een amidegroep

Deze amidegroep maakt het mogelijk om waterstofbruggen te vormen tussen ketens, wat de aantrekkingskracht tussen de ketens zal vergroten. Dit heeft als gevolg betere mechanische eigenschappen, PA is een sterk en taai polymeer over een breed temperatuurbereik, het is resistent tegen zuren en basen. Het polymeer is een goede barrière voor gassen, olie en aroma's. Door de polaire groep, is het materiaal wel vochtgevoelig en hygroscopisch, PA 6 kan namelijk 5,2 – 6,8 % van zijn eigen gewicht aan water opnemen. Wanneer het materiaal water opneemt zal de slagsterkte stijgen, maar de stijfheid van het materiaal zal hierdoor dalen. Mogelijk kan dit een negatief effect hebben op verpakkingen die een hittebehandeling ondergaan, het aanwezige water in het voedsel zal verdampen bij temperaturen boven 100 °C, waardoor de mechanische eigenschappen van PA afnemen. In deze thesis is PA aanwezig als de buitenste laag, het komt dus niet in contact met het levensmiddel, waardoor het effect slechts in beperkte mate aanwezig zal zijn. Echter wordt de mate van vochttopname sterk beïnvloed door het aantal polaire groepen. Polyamides met minder koolstofatomen tussen de amidebindingen zullen meer vocht absorberen (PA 6 zal meer vocht absorberen dan PA 12). Daarnaast beïnvloedt het aantal C-atomen ook de sterkte en stijfheid, deze zullen toenemen naarmate het aantal koolstofatomen tussen de amidebindingen afneemt, omdat er meer polaire groepen per lengte-eenheid langs het polymeer zijn [32, 17]. De structuur van PA 6 is weergegeven in Figuur 8.



Figuur 8: Structuur van PA 6



Polyamide 6 heeft een glastransitietemperatuur van 44 - 56 °C en een smeltpunt bij 227 - 238 °C. Tabel 3 geeft een overzicht van de E-modulus, de smeltemperatuur en de glastransitietemperatuur van enkele polyamide types [29]. Polyamide wordt in verpakkingstoepassingen gebruikt als enkelvoudige film en als onderdeel van een meerlaagse folie in voedselverpakkingen.

Tabel 3: De E-modulus, smeltemperatuur en de glastransitietemperatuur voor PA 6, PA 12 en PA 66 [29]

	PA 6	PA 12	PA 66
Smeltemperatuur (°C)	227 – 238	171 – 174	255 – 265
Glastransitietemperatuur (°C)	44 – 56	40 – 43	54 – 66
Elasticiteitsmodulus (GPa)	1,56 – 1,97	0,35 – 0,42	1,33 – 1,65
Geschikt voor diepvriestoepping	Nee	Nee	Nee
Geschikt voor hittebehandeling	Ja	Ja	Ja

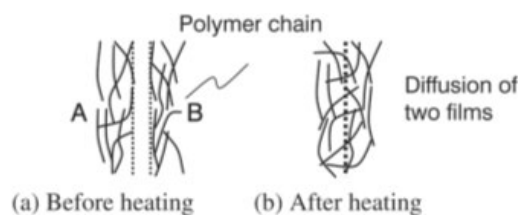
Zoals in de sectie Materialen zal blijken, bevat de gebruikte bottomweb een laag PA. Deze laag is aanwezig om de sterkte van de bottomweb te garanderen, maar ook omdat PA een hoog smeltraject heeft. Het voordeel van dit hoog smeltraject is dat tijdens het sealen het materiaal niet zal smelten en dat het materiaal geschikt is voor pasteurisatie en sterilisatie.

## 2.2 Heat sealen

Er bestaan meerdere manieren om objecten aan elkaar te verbinden, namelijk:

1. een eerste methode bestaat uit het aanbrengen van lijm op het oppervlak;
2. een andere methode is door middel van *cold* sealen, hierbij wordt een seal gevormd bij een bepaalde druk en tijd. Dit is interessant voor hittegevoelige materialen zoals bijvoorbeeld chocolade [34];
3. daarnaast bestaat er ook heat sealen, dit is het proces waarbij twee thermoplasten met elkaar worden verbonden door gedurende een bepaalde tijd de juiste warmte en druk toe te passen en vervolgens direct af te koelen.

Vervolgens wordt een seal gevormd door dit thermoplastische polymeer te smelten en te verbinden met een ander gesmolten thermoplast. Wanneer deze polymeren afkoelen, worden ze op bepaalde plaatsen met elkaar verstrengeld en vormen zo een sterke verbinding. Kazou Hishinuma (2009) noemt sealen door warmte bijgevolg ook wel intermoleculaire verlijming, dit is schematisch weergegeven in Figuur 9, waarbij de polymeerketens van de verschillende folies met elkaar verbonden zijn door intermoleculaire bindingen [20].



Figuur 9: Schematische weergave polymeerketens na sealen met warmte [20]

Zoals eerder vermeld zijn drie elementen van belang: temperatuur, tijd en druk. Druk is nodig om de folies zo dicht mogelijk bij elkaar te brengen om een intermoleculaire verbinding te verkrijgen. De

sealtemperatuur verwijst naar de temperatuur van de verwarmingselementen in plaats van de werkelijke temperatuur van het smeltoppervlak van de folie [35, 36]. Volgens Theller (1989) zou slechts enkel de temperatuur en tijd een invloed hebben op de sealsterkte [37]. Om het *heat* sealproces te realiseren is het noodzakelijk om thermoplasten tot de smeltemperatuur te verhitten. Deze verhitting kan door veel verschillende processen gerealiseerd worden. Enkele voorbeelden zijn ultrasone sealen, impuls warmte sealen, sealen met warme lasbalken, etc. De meest gebruikte sealmethode is het gebruik van warme lasbalken [20]. In deze thesis wordt het sealproces uitgevoerd door middel van warme lasbalken, om deze reden wordt alleen dit mechanisme nader besproken.

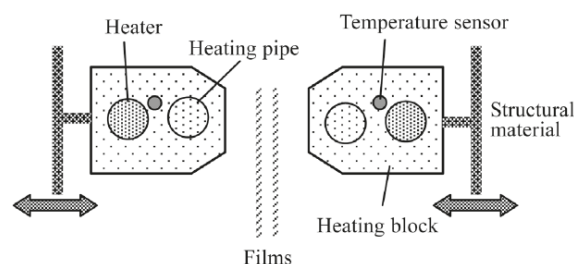
## 2.2.1 Sealen met warme lasbalken

Heat sealen met warme lasbalken (Figuur 10) is het meest gebruikt sealproces. Sealen met warme lasbalken is gebaseerd op zoals de naam het zegt, een balk die verwarmd wordt. Deze balk heeft een interne warmtebron, een temperatuursensor en een verwarmingsbuis tussen de warmtebron en het oppervlak van de warme lasbalk [20].



Figuur 10: Labthink HST-H3

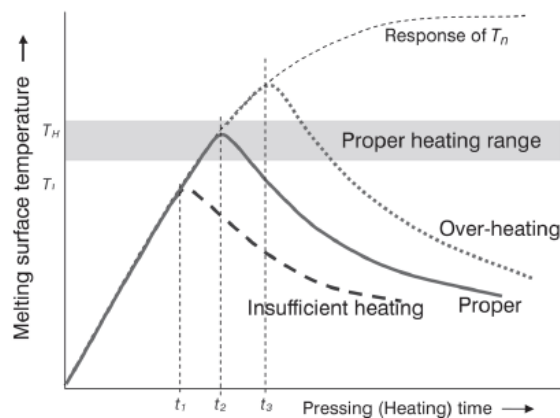
Deze verwarmingsbuis (weergegeven in Figuur 11) is noodzakelijk om de temperatuurverspreiding van de warme lasbalk zo laag mogelijk te houden. De verdeling van de oppervlaktetemperatuur kan tot ongeveer 0,2 °C worden onderdrukt door het inbrengen van de verwarmingsbuis. In de praktijk is deze verdeling echter hoger, waardoor er een temperatuurverschil kan optreden van maar liefst 5 - 10 °C tussen het midden en het einde van de lasbalk. De temperatuursensor geeft de werkelijke temperatuur van de lasbalken aan, deze wordt naast de verwarmingsbron geplaatst om snel een eventuele oververhitting te kunnen detecteren en zo de verwarmingsbron direct te kunnen bijsturen [20].



Figuur 11: Schematische weergave van de opbouw van het sealproces met warme lasbalken [20, p. 31]

## 2.2.2 Seal- en grensvlaktemperatuur

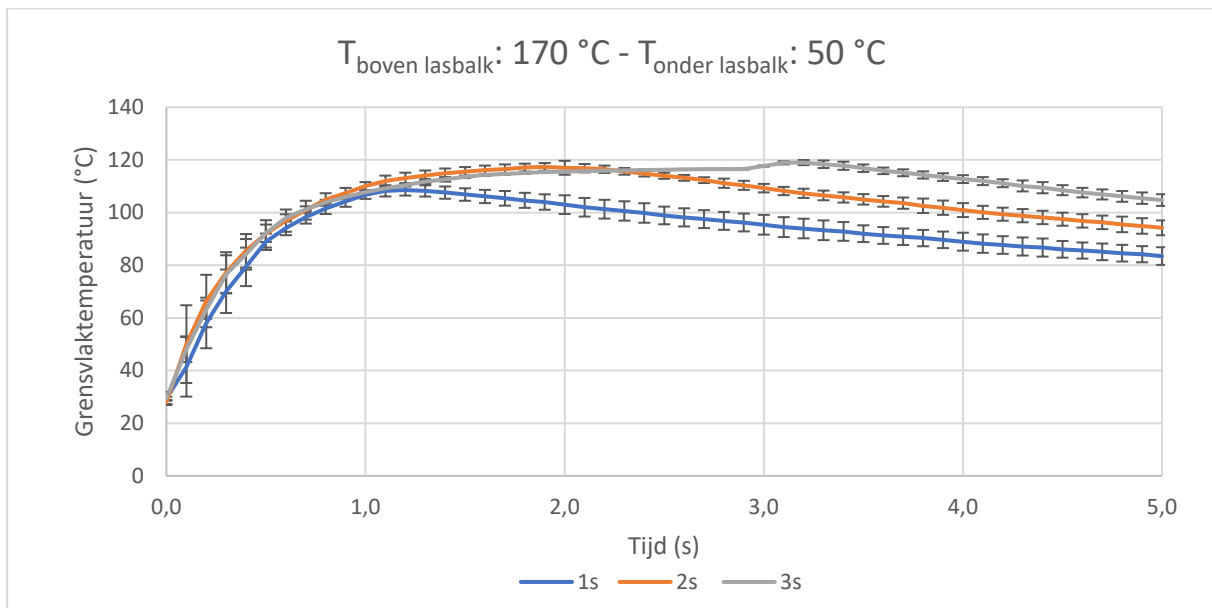
De topfilms die in deze thesis worden onderzocht beschikken over een PET-laag aan de buitenzijde en een PP-laag als seallaag, wat betekent dat wanneer de stalen geseald worden, de warmte eerst door PET zal moeten stromen om vervolgens polypropyleen te laten smelten. De gebruikte bottomweb heeft een PA-laag aan de buitenkant en ook een PP-seallaag. Tevens betekent dit dat de warmte eerst door PA moet gaan. De onderste lasbalk wordt echter op 50 °C gehouden, ter simulatie van het industrieel proces waarbij enkel de bovenbalk actief verhit wordt en de onderbalk matig opwarmt als gevolg van de frequente aanraking met de bovenbalk als gevolg van het sealen van verpakkingen. Het is belangrijk om rekening te houden met een verschil tussen de sealtemperatuur, ingesteld voor de lasbalken, en de temperatuur die daadwerkelijk zal plaatsvinden tussen de 2 folies, namelijk de grensvlaktemperatuur. De grensvlaktemperatuur zal logischerwijs lager zijn vanwege de warmteoverdracht van de warme lasbalk naar de folie bij kamertemperatuur en vanwege het temperatuurverschil tussen de bovenste lasbalk en de onderste lasbalk. Dit verschilt per materiaal en is afhankelijk van de dikte en de warmtegeleiding van het materiaal. Logischerwijze zal de grensvlaktemperatuur stijgen naarmate de sealtijd toeneemt, dit wordt weergegeven in Figuur 12. [20]. In de figuur wordt duidelijk dat de grensvlaktetemperatuur in eerste instantie zeer snel toeneemt, maar uiteindelijk gaat stabiliseren naarmate de sealtijd verder stijgt.



Figuur 12: Theoretische stijging van de grensvlaktemperatuur in functie van de sealtijd [20, p. 7]

Eerder onderzoek binnen Thermo peel maakte duidelijk dat de grensvlaktemperatuur, van de gebruikte materialen binnen deze thesis, al gestabiliseerd is bij een sealtijd van 3 s. In Figuur 13 wordt de gemiddelde grensvlaktemperatuur met standaardafwijking voor PET/PP *Cohesive*<sup>1</sup> uitgezet als functie van de tijd. De sealtijd is gevarieerd, namelijk 1, 2 en 3 s, en per sealtijd is de test 3 keer uitgevoerd. De grensvlaktemperatuur werd gemeten door een thermokoppel tussen de twee folies te plaatsen en deze folies vervolgens te sealen bij een sealtemperatuur van 170 °C. Het thermokoppel registreert 10 metingen per seconde. Uit deze curve kan worden geconcludeerd dat als slechts 1 s wordt geseald, de grensvlaktemperatuur slechts 110 °C wordt. Vervolgens wordt ook duidelijk dat onafhankelijk van de ingestelde sealtijd van 2 of 3 s, de grensvlaktemperatuur niet hoger zal worden dan 120 °C. Hierdoor zal een seal die langer geseald is dan 3 s geen waarde toevoegen aan de sealsterkte [38].

<sup>1</sup> Materiaalcombinatie: topfilm PET/PP en bottomweb PA/PP met cohesieve peeling. Dit wordt verduidelijkt in de sectie Materialen (p. 37).



Figuur 13: Thermokoppelmeting voor PET/PP Cohesive sealtijd 1, 2 en 3 s en sealdruk  $1\text{ Nmm}^{-2}$  [38]

### 2.2.3 Vereisten voor sealfolie

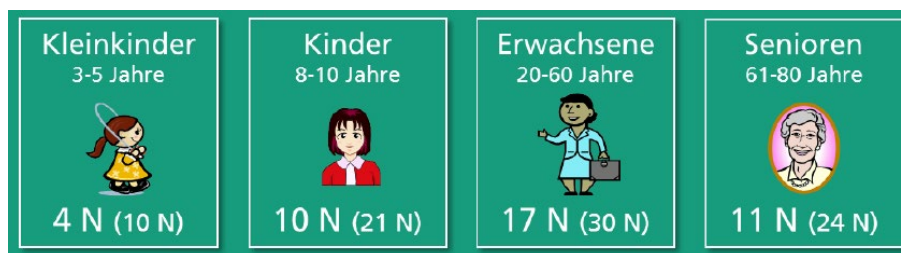
Niet elke folie is geschikt voor *heat sealing*, zoals reeds vermeld vereist het proces twee thermoplasten. De polymeerketens worden mobiel bij opwarming waardoor ketenverstrengeling mogelijk wordt. De ketenmobiliteit daalt bij afkoeling, eventueel gevolgd door kristallisatie. Kristallisatie zal plaatsvinden wanneer tijdens het koelproces de kristallisatietemperatuur nadert. Een sterke hechting kan verkregen worden na afkoeling. Deze processen zijn niet mogelijk bij thermoharders, deze verbinden met een 3-dimensionale netwerkstructuur, waardoor deze bij verhitten hard blijven. Wanneer de temperatuur wordt opgevoerd, zullen deze ontbinden, waardoor ze niet meer kunnen worden gesmolten en er dus geen hechting mogelijk is [19]. Om deze reden worden thermoplasten gebruikt binnen de heatsealtechniek. [34].

Vervolgens zijn de kristallijne eigenschappen van een folie belangrijk voor het sealen, omdat de meeste sealpolymeren semi-kristallijn zijn. De smeltemperatuur is de temperatuur waar de polymeerketens van een stof vrijkomen uit de kristalstructuur waardoor ze kunnen deelnemen aan het sealproces [20]. Het smeltpunt of in sommige gevallen de glasovergangstemperatuur van de seallaag is gerelateerd aan een temperatuurbereik dat voldoende is om de ketenverstrengeling en bijgevolg de hechtingsterkte te verhogen. Stehling *et al.* (1994) vonden dat bij polyolefinen de temperatuur waarbij een optimale sealsterkte werd bereikt, overeenkwam met het smeltpunt van de polymeerfilm. Een optimale verpakkingsfolie heeft daarom een seallaag met een lage smeltemperatuur om hoge verpakkingslijnsnelheden te verkrijgen, hetgeen ook een energetisch voordeel oplevert voor het bedrijf [39]. Het is ook belangrijk om rekening te houden met de smeltemperatuur van de andere lagen in de meerlaagse folie, die bij voorkeur zo hoog mogelijk moeten zijn. Op deze manier zal deze laag tijdens het proces niet smelten en bijgevolg zijn eigenschappen behouden. Polyethyleentereftalaat zal bijvoorbeeld smelten bij een temperatuur boven  $255\text{ °C}$  en PA 6 bij een temperatuur vanaf  $227\text{ °C}$ . PET kan ook worden gebruikt in de materiaalcombinatie tray met topfilm als seallaag [40]. Bij amorf PET zal de glasovergangstemperatuur moeten worden overschreden om de ketens voldoende mobiel te maken zodat ketenverstrengeling en bijgevolg een goede hechting mogelijk wordt. Bij dit sealpolymeer is het opletten bij een overschrijding van de kristallisatietemperatuur. Bij het overschrijden van de kristallisatietemperatuur kan PET herkristalliseren, waardoor het een bros en ondoorzichtig materiaal wordt. Bijgevolg worden kristalremmers gebruikt om sealbaar PET zo amorf mogelijk te maken en te houden [41].

## 2.2.4 Peelbare seals

In de verpakkingindustrie zijn er verschillende soorten seals en een van de belangrijkste is een 'peelseal', een gemakkelijk te openen of peelbare seal. In de onderstaande tekst wordt in deze betekenis gebruik gemaakt van een peelseal [42]. Het is wenselijk dat een verpakking gemakkelijk te openen is, waardoor een peelseal gewenst is. Deze dient een sealsterkte te hebben van gemiddeld 250 - 700 g/15 mm, wat overeenkomt met 0,16 - 0,46 Nmm<sup>-1</sup> [43]. Een lagere sealsterkte zou kunnen betekenen dat de sluiting het begeeft bij transportbelastingen [34]. Volgens Morris (2016) zouden seals met een sealsterkte boven 0,46 Nmm<sup>-1</sup> niet meer onder de term 'easy open' vallen [43]. Daarnaast is het ook belangrijk om rekening te houden met de kracht die consumenten kunnen uitoefenen op een 'tear tab' van een peelbare verpakking. Onderzoek uitgevoerd door Fraunhofer, geeft aan dat 95 % van de vrouwelijke volwassenen, met een leeftijd tussen 20 - 60 jaar, een kracht van 17 N kan uitoefenen op een tear tab met een lengte van 14 mm, dit komt overeen met een kracht van 1,21 Nmm<sup>-1</sup>. Bij kinderen van 3 tot 5 jaar en ouderen boven 60 jaar was deze opmerkelijk kleiner, respectievelijk 0,29 Nmm<sup>-1</sup> en 0,79 Nmm<sup>-1</sup>. Kinderen met een leeftijd tussen 8 en 10 jaar konden dan weer een kracht uitoefenen van 0,71 Nmm<sup>-1</sup> [44]. Deze richtlijnwaardes worden weergegeven in Figuur 14.

Figuur 14: Overzicht van richtlijnwaarden van krachten die 95 % (50 %) vrouwelijke consumenten kunnen uitoefenen op een peelbare seal [44]

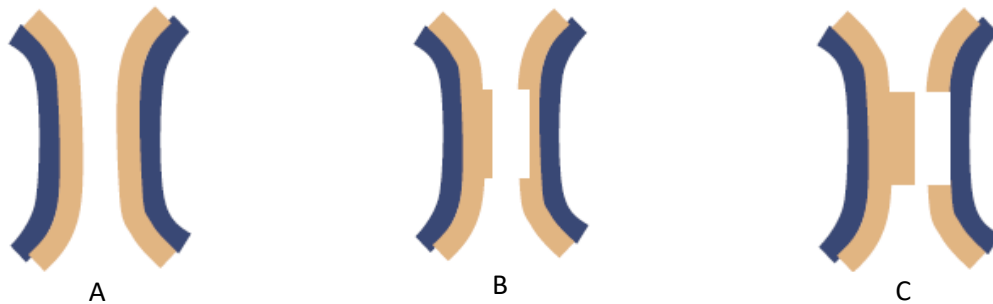


Hoofdzakelijk zijn er drie peelmechanismen:

1. ten eerste kan een seal **adhesief peelen**. Dat gebeurt over het algemeen door het gebruik van verschillende sealmaterialen in de top- en onderfilm. Bijgevolg zal er een interfaciaal falen optreden, dit houdt in dat de topfilm samen met de volledige seallaag van het substraat of onderfilm gescheiden wordt. In Figuur 15A wordt dit schematisch weergegeven. De seal is gebaseerd op polaire en dispersieve interacties tussen de verschillende polymeren van de bovenfolie en het substraat, die leiden tot een peelproces waarbij geen sealmaterialen zichtbaar uitgewisseld worden tussen het substraat en de bovenfolie [43, 45]. Het is dus een peelproces waarbij een beperkte ketenverstregeling en/of andere zwakke bindingen plaatsvinden tussen de materialen van de toplaag en het substraat. De belangrijkste factor met invloed op de sealsterkte, is de combinatie van de folies. Wanneer twee geheel verschillende polymeren gebruikt worden als seallaag zullen deze niet bij dezelfde temperatuur gaan smelten, waardoor een lage sealsterkte zal ontstaan. Daarnaast wordt bij gebruik van twee compatibele lagen, die bij een te lage temperatuur geseald zijn, een adhesieve peeling verkregen. In de praktijk zal dit echter niet worden toegepast, aangezien er slechts een beperkt temperatuurbereik is voor het afdichten. De moeilijkheid om industriële lasbalken nauwkeurig in te stellen leidt tot een te hoog risico op het begeven van deze afdichting [46];
2. seals kunnen ook **cohesief peelen** (Figuur 15B). Een cohesieve peel is het meest voorkomend peelmechanisme, hierbij is de keuze van de sealmaterialen van bovenfolie en substraat van belang. Beiden kunnen bestaan uit hetzelfde polymeer. Meestal wordt een incompatibele component aan de bovenfolie toegevoegd, waardoor ketenverstregeling gehinderd wordt.

Aangezien beide folies van hetzelfde polymeer zijn gemaakt, zullen ze een goede hechting willen vormen. Het incompatibele materiaal zal dit gedeeltelijk voorkomen. In dit proces zullen echter diffusieprocessen plaatsvinden tussen de gelijkaardige componenten van de films, wat resulteert in ketenverstrengeling en bijgevolg een goede hechting. Wanneer het peelproces wordt gestart, zullen de folies worden gescheiden door de aangebrachte spanning. Dit gebeurt op de plaats waar het incompatibel component zich bevindt, aangezien dit de zwakste plaats van de afdichting is. De plaats en de grootte van het niet-compatibele onderdeel heeft invloed op de sterkte van de afdichting [43] - [46];

- ten slotte de **delaminatie peel of burst peel**, dit sealfalen kan optreden bij een meerlaagse film. Deze peel wordt veroorzaakt doordat de hechting tussen de seallagen groter is dan de hechting tussen de verschillende lagen van de meerlaagse film, er zal hier dus een delaminatie van de lagen plaatsvinden [43] - [46]. Dit wordt schematisch weergegeven in Figuur 15C.



Figuur 15: Schematische weergave van een adhesieve peel (A), een cohesieve peel (B) en een delamination peel (C) [43]

## 2.3 Temperatuurbehandeling

Levensmiddelen zijn gevoelig voor microbiële groei, enzymatische werking en chemische veranderingen. Dit beïnvloedt de smaak van het voedsel, maar kan ook schadelijk zijn voor de gezondheid. Het is daarom belangrijk om goede conserverings- en verwerkingstechnieken toe te passen op het voedsel. Dit kan door middel van verschillende processen, waarvan de temperatuurbehandeling een voorbeeld is [47].

Onder temperatuurbehandeling wordt koeling en hittebehandeling verstaan, hierbij wordt er een temperatuur op het levensmiddel uitgeoefend die ofwel zorgt voor het afsterven van micro-organismen ofwel de groei belemmert. **Koelen** gebeurt bij een temperatuur boven het vriespunt van verse voeding, namelijk tussen -1 tot 7°C. Een lage temperatuur zorgt voor een verlenging van de houdbaarheid door vertraging van chemische, biochemische en fysiologische processen. Hierbij remt het koelproces de microbiële groei, de rijping van het voedingsmiddel, maar zorgt het ook voor een remming van oxidatieprocessen, bruinkleuring, etc. Bevriezingsconservering gebeurt bij temperaturen lager dan -18°C. hierbij wordt de microbiële groei stabiel gehouden. Bij temperaturen lager dan -21°C ligt de enzymatische activiteit stil [7, 47, 48]. De meest gebruikte **hittebehandelingen** zijn sterilisatie en pasteurisatie. In deze thesis wordt het effect van hittebehandeling gesimuleerd, alleen deze processen worden daarom nader besproken.

### 2.3.1 Pasteurisatie

Pasteurisatie is een verhittingsproces dat wordt gebruikt om de meest pathogene micro-organismen te vernietigen of hun groei te remmen. Hierdoor zullen de micro-organismen minime de kans krijgen om nog ziektes te veroorzaken, terwijl de gewenste eigenschappen (o.a. smaak, textuur en vitaminegehalte) van het levensmiddel behouden worden. De houdbaarheid van het product wordt dus bijgevolg verlengd, met pasteurisatie wordt het voedingsmiddel verhit tot een temperatuur van 100 °C. Het kan uitgevoerd worden bij verschillende temperaturen, die kunnen oplopen van 63 °C – 100 °C in combinatie met verschillende tijden die, variëren van 15 seconden tot 30 minuten [48]. Tot slot worden de producten snel weer afgekoeld, zodat de groei van de betreffende micro-organismen nu belemmerd wordt [49].

Afhankelijk van het doel van de pasteurisatie worden andere pasteurisatieparameters gehandhaafd, bijvoorbeeld een temperatuur van 70 °C gedurende 2 minuten zorgt ervoor dat de meest hittebestendige vegetatieve pathogenen afsterven, sporen zullen overleven. Wanneer 70 °C gedurende 40 minuten wordt aangehouden, worden alle vegetatieve cellen gedood en sterven de bederforanismen. Een temperatuur van 90 °C gedurende 10 minuten zorgt voor de inactivering van de meest hittebestendige vegetatieve ziekteverwekkers en sporen [49]. Pasta wordt bijvoorbeeld gepasteuriseerd bij een temperatuur tot 98 °C [50].

### 2.3.2 Sterilisatie

Sterilisatie is een verhittingsproces waarbij het levensmiddel verhit wordt tot temperaturen boven 100 °C. In tegenstelling tot pasteurisatie zal sterilisatie als doel hebben alle micro-organismen in voedsel volledig te doden. Sterilisatie heeft als nadeel dat deze de eigenschappen van voedsel door de hoge temperaturen zal veranderen, toch wordt het proces veelvuldig toegepast. De hoge temperaturen worden bereikt door stoom, droge warmte, filtratie, etc. Sterilisatie gebeurt typisch bij een temperatuur van 121 °C, met een duur van 20 – 40 minuten. Belangrijk is dat het proces ervoor zorgt dat de ontwikkeling van sporen niet mogelijk is [10, 49]. Melk kan zowel gepasteuriseerd als gesteriliseerd worden, indien het gesteriliseerd wordt zijn alle aanwezige micro-organismen inclusief de bacteriesporen afgestorven. Dit gebeurt meestal bij 130 °C voor 30 seconden, waardoor een langdurige houdbaarheid bij normale omgevingstemperatuur verkregen wordt [51].

### 2.3.3 Invloed op peelbare sealkwaliteit

In bovenstaande alinea's wordt duidelijk waarom de integriteit van de verpakking en de sluiting ervan tijdens de behandeling en distributie van cruciaal belang is, alsook is het belangrijk dat deze nog steeds peelbaar blijft. Toch is er slechts weinig onderzoek gedaan naar het effect van een hittebehandeling op de peelperformantie van voedselverpakkingen. Uit een onderzoek van Rabeh et al. (2015) blijkt dat een hittebehandeling bij 121 °C gedurende 60 minuten de maximale sealsterkte van de geteste folie met maximaal 50 % vermindert. De test is uitgevoerd op twee vergelijkbare peelbare PP-topfolies waarbij alleen de seallaag verschillend is. Deze topfolies zijn ontworpen voor sterilisatietoepassingen en worden geseald op een monolaagse polypropyleenbottomweb. De afname van de maximale sealsterkte is het gevolg van de moleculaire reorganisatie van de polymeren in het materiaal bij de hogere temperaturen [1].

De invloed van een nabehandeling op polyethyleen (PE) is vaker onderzocht. PE is ook een veel voorkomende seallaag. Onderzoek van Toshiharu *et al.* (2016) toont aan dat de sealsterkte van PE-folies na sterilisatie in water bij een temperatuur van 110 °C gedurende 30 minuten eveneens met 50

% is afgenomen. In dit onderzoek is een meerlaags materiaal getest, bestaande uit 3 lagen met als buitenlaag hogedichtheidpolyetheen (HDPE), vervolgens een mengsel van lineair lagedichtheidpolyetheen (LLDPE) en HDPE met verhouding 9/1 en als seallaag terug HDPE. De dikte was respectievelijk 10, 230 en 10  $\mu\text{m}$ . De folie is gemaakt door middel van HDPE hars met een smeltpunt bij 132 °C en LLDPE hars met smeltpunt 121 °C. Vervolgens werd het sealproces uitgevoerd met zowel gekartelde als vlakke lasbalken (breedte 10 mm) en vervolgens werden de seals gekoeld door vlakke balken (breedte 15 mm) [2].

Een gelijkaardige studie, waarbij de sterilisatie werd uitgevoerd in water bij 70, 90 en 110 °C, gaf ook aan dat er een afname van de sealsterkte plaatsvond. Hier werden verschillende soorten polyethyleen hars gebruikt waaronder HDPE geproduceerd door de Ziegler-Natta-katalysator met een hoog en laag moleculair gewicht (HDPE-H en HDPE-L), metallocen gekatalyseerd LLDPE ook met een lage en hoge moleculair gewicht (mLLDPE-1 en mLLDPE-2), en een hoge druk lagedichtheidpolyetheen (LDPE). Hieruit werd een meerlaagse folie ontworpen, die bestaat uit drie lagen, de buitenste laag was HDPE-H, voor zijn hittebestendigheid en lage kleverigheid. De middelste laag was een mLLDPE-2/HDPE-H mengsel met een mengverhouding van 9/1, voor zijn flexibiliteit, transparantie en slagvastheid. Voor de binnenste laag (seallaag), werden vier verschillende polymeren gebruikt, HDPE-H, HDPE-L, mLLDPE-1 en LDPE. De diktes van de lagen waren ook hier respectievelijk 10, 230 en 10  $\mu\text{m}$  [3].

### 2.3.4 Voorbereidende tests ThermoPeel

De invloed van de behandelingstijd van hittebehandeling is onderzocht geweest in eerdere testen voor het project ThermoPeel. Het effect is onderzocht voor 5, 15, 30, 60, 120 en 240 minuten en dit bij de behandelingstemperaturen 23, 95 en 121 °C op de materialen die ook in deze thesis zullen onderzocht worden (PET/PP Cohesive en Burst<sup>2</sup>). Per tijdsinterval en temperatuursinterval zijn er 3 stalen getest per folie, wat neer komt op 54 samples per folie. De stalen zijn geseald bij een sealtemperatuur van 200 °C voor 3 seconden, bij een sealdruk van 1 Nmm<sup>-2</sup>. De resultaten voor PET/PP Cohesive en Burst worden respectievelijk in Figuur 16 en Figuur 17 weergegeven. Waar in het blauw de stalen, getest bij 23 °C (geen hittebehandeling), worden voorgesteld.

Uit dit onderzoek kan worden geconcludeerd dat, aangezien er veel variatie is in de sealsterktes van zowel PET/PP Cohesive als Burst, de warmtebehandeling niet direct een significant verschil lijkt te maken in de sealsterkte. Bij PET/PP Burst is de variatie opmerkelijk groter dan bij PET/PP Cohesive. Verder kan geconcludeerd worden dat de behandelingstemperaturen 95 °C en 121 °C mogelijks wel een invloed hebben op de sealsterkte van **PET/PP Cohesive** wanneer deze een behandelingstijd van 240 minuten ondergaat. De sealsterkte na hittebehandeling is namelijk hoger dan de sealsterkte zonder hittebehandeling. Bij 121 °C neemt de sealsterkte tot 35 % toe bij een behandelingstijd van 240 minuten.

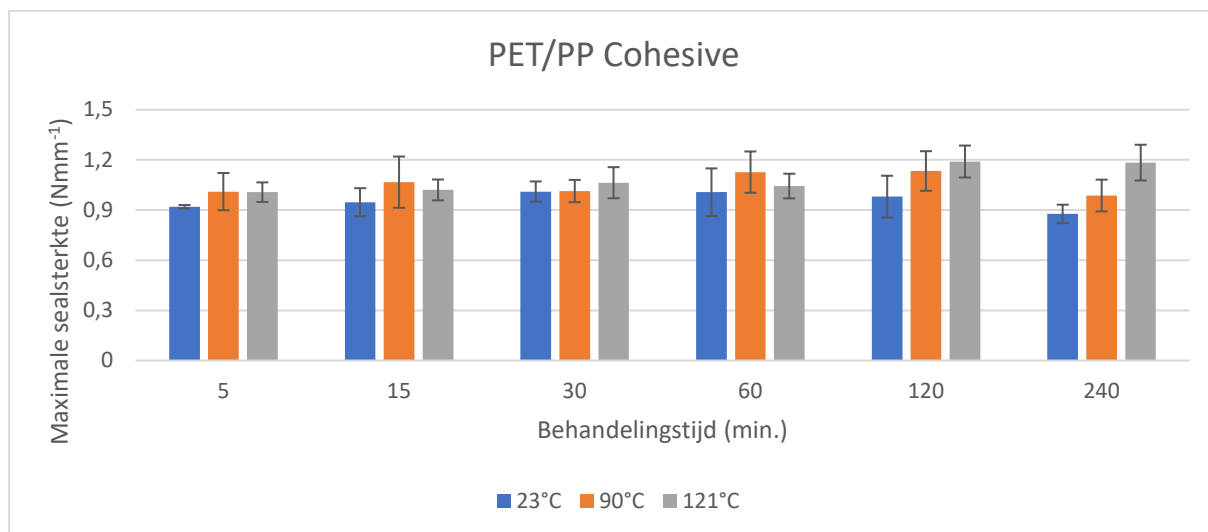
Bij **PET/PP Burst** is dit duidelijk een ander verhaal, wanneer geen rekening gehouden wordt met de standaardafwijking lijkt het erop dat de hittebehandeling een duidelijk negatief effect heeft op de sealsterkte. Bij een behandelingstijd van 5 en 15 minuten en behandelingstemperatuur van 95 °C is er een stijging van 20 % in de sealsterkte. Vanaf een behandelingstijd van 30 minuten en tot een behandelingstijd van 120 minuten vertoont de sealsterkte een daling van respectievelijk 40, 10 en 30 %. Bij een behandelingstijd van 240 minuten zal de sealsterkte terug gelijk zijn aan de sealsterkte zonder hittebehandeling. Eigenaardig is dat bij een behandelingstijd van 60 minuten de sealsterkte wel een stijging van 45 % vertoont. Maar zoals uit de figuur blijkt, is er een grote standaardafwijking

---

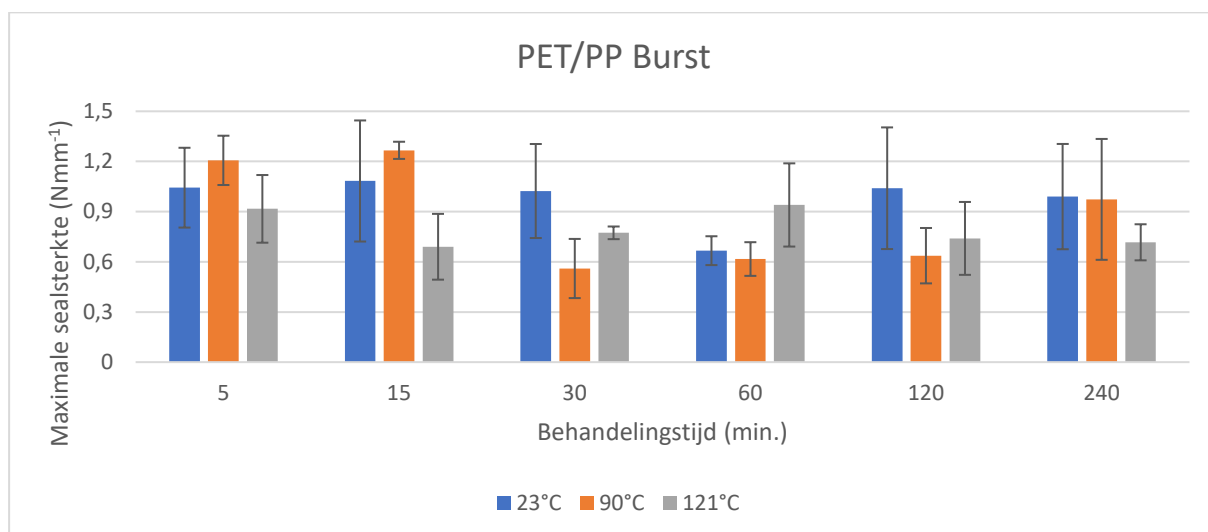
<sup>2</sup> Materiaalcombinatie: topfilm PET/PP en bottomweb PA/PP met respectievelijk een cohesieve peeling en een burst peeling. Dit wordt verduidelijkt in de sectie Materialen (p. 37).



aanwezig, waardoor de hittebehandeling vermoedelijk een effect heeft op de folie. Hierdoor zouden de grote afwijkingen kunnen verklaard worden.



*Figuur 16: Invloed van de behandelingstijd op de maximale sealsterkte voor PET/PP Cohesive*



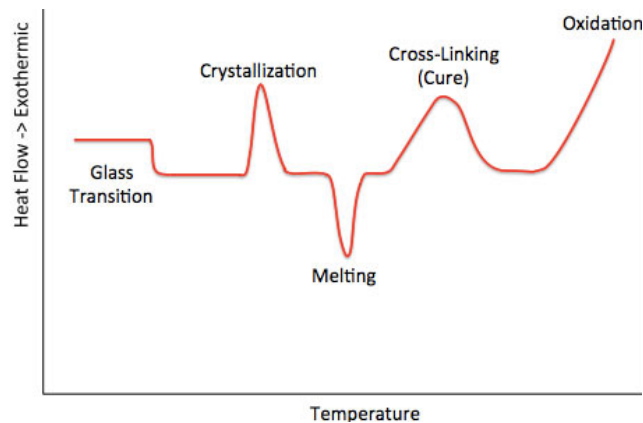
*Figuur 17: Invloed van de behandelingstijd op de maximale sealsterkte voor PET/PP Burst*

## 2.4 Differential scanning calorimetry (DSC)

Differential scanning calorimetry (DSC) is een techniek die meet hoe de fysische eigenschappen van een staal veranderen, samen met de temperatuur ten opzichte van de tijd [4]. Het is in staat om de warmtestroom te bepalen in functie van de temperatuur die gepaard gaan met faseovergangen als functie van tijd en temperatuur. Tijdens een temperatuursverandering meet DSC een hoeveelheid warmte die wordt uitgestraald of overmatig wordt geabsorbeerd door het staal op basis van een temperatuurverschil tussen het staal en het referentiemateriaal. Deze analyse wordt uitgevoerd in een gesloten systeem, dat van de omgeving is geïsoleerd door een grens waardoor alleen warmte en energie, geen massa, kan stromen [52]. Differential scanning calorimetry wordt vaak gebruikt in polymeeronderzoek om informatie te verkrijgen over eigenschappen en samenstellingen van

onbekende materialen. De analyse wordt ook gebruikt om de zuiverheid van het monster te onderzoeken of om de samenstelling te bevestigen [53, 54].

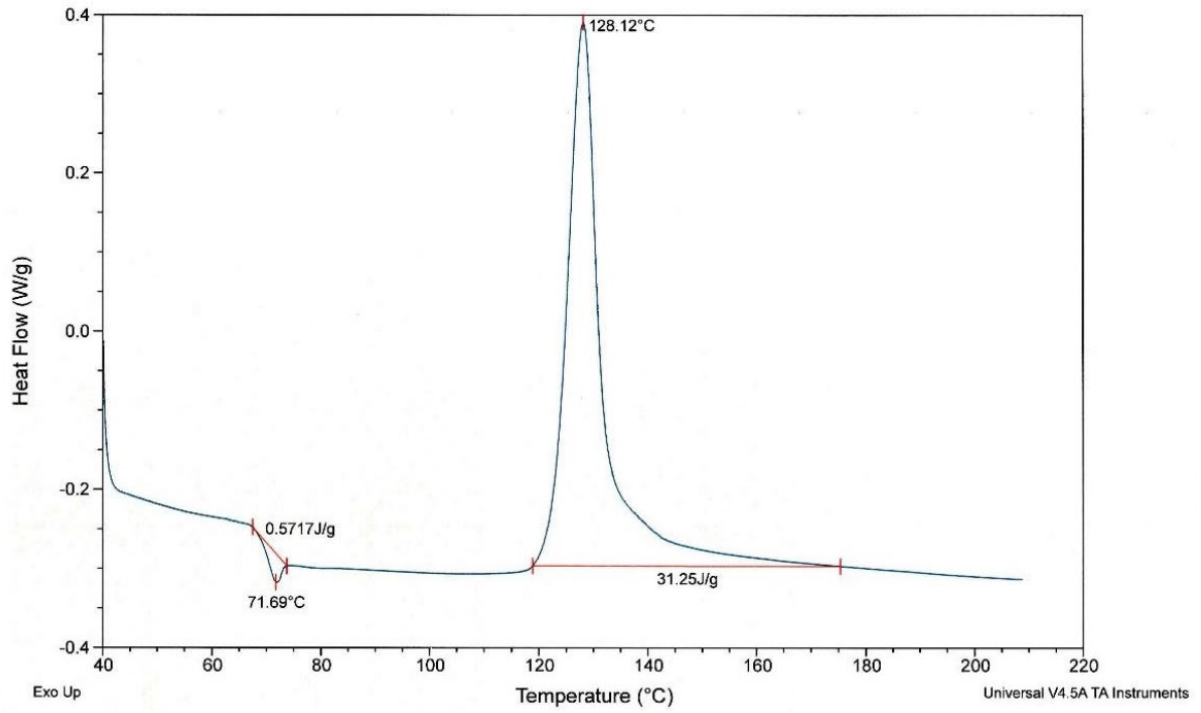
Uit een DSC-curve (Figuur 18) kunnen de thermische overgangen van een materiaal worden bepaald, belangrijke thermische overgangen zijn de glasovergangstemperatuur, de kristallisatietemperatuur ( $T_c$ ) en de smelttemperatuur. De waargenomen thermische overgangen van het staal kunnen worden gebruikt om te vergelijken met de thermische overgangen van standaardsamenstellingen, hoewel enkel de overgangen de samenstelling niet kunnen identificeren, kunnen aanvullende technieken zoals IR-spectroscopie hierbij bijdragen [4].



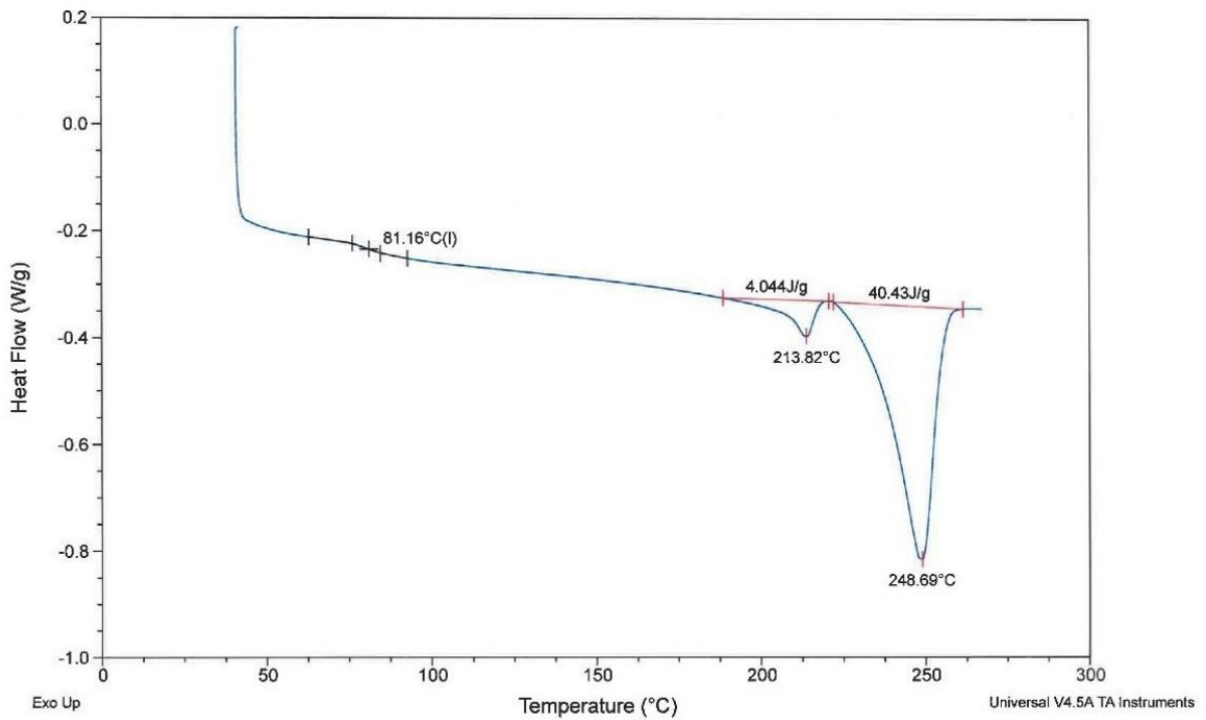
Figuur 18: Mogelijke transitie in DSC-curve [53]

Ter illustratie volgt hier een voorbeeld uit een onderzoek door Poets (2018). De DSC is uitgevoerd op een monolaags bottomweb, bestaande uit het polymeer amorfe PET (APET). De DSC wordt uitgevoerd in drie cycli, namelijk een eerste opwarmingscyclus waarbij de temperatuur wordt opgewarmd van 40 °C tot 210 °C met een constante opwarmsnelheid van 20 °C min<sup>-1</sup>. In de tweede cyclus wordt het materiaal terug afgekoeld tot 40 °C om tot slot opgewarmd te worden tot 265 °C met een lagere opwarmsnelheid van 5 °C min<sup>-1</sup>. De afkoelcyclus vindt plaats zodat de thermische voorgeschiedenis van het staal uitgewist kan worden. De trage opwarmsnelheid van de derde cyclus zorgt voor een nauwkeurige meting van de temperatuurafhankelijke transitie [40].

De eerste opwarmcyclus wordt weergegeven in Figuur 19, in deze curve kan een transitie waargenomen worden bij 71,69 °C en 128,12 °C. Waarbij de transitie bij 71,69 °C endotherm is en slechts een kleine enthalpie heeft. De enthalpie is de totaal opgenomen of afgestane hoeveelheid warmte door het staal. Volgens Poets (2018) is dit de glastransitietemperatuur van APET. De tweede piek bij 128,12 °C is exotherm en heeft een grotere enthalpie. In de tweede opwarmcyclus (Figuur 20) worden twee smeltpieken onderscheiden bij 213,82 en 248,69 °C en een glastransitiepiek bij 81,16 °C. De verschuiving van de glastransitiepiek zou volgens Poets (2018) te maken kunnen hebben met de kristallisatietoestand van APET in die fase van de DSC-meting [40].



Figuur 19: Eerste opwarmcyclus APET [40]



Figuur 20: Tweede opwarmcyclus APET [40]

## 3 Materialen

Binnen dit onderzoek wordt een materiaalconcept onderzocht, bestaande uit een topfilm en een bottomweb. Twee verschillende topfilms met gelijkende opbouw (PET/PP) worden geanalyseerd, in combinatie met een bottomweb (PA/PP). Deze bottomweb ondergaat in de industrie eerst een thermovorming alvorens te worden afgesloten door de topfilm, dit concept wordt voorgesteld in Figuur 1. Echter zal in dit onderzoek de bottomweb geen thermovorming ondergaan.

### 3.1 Bottomweb

Als bottomweb wordt er gebruik gemaakt van een meerlaagse folie met een dikte van 160  $\mu\text{m}$ . Deze folie bestaat uit 2 verschillende lagen, namelijk een eerste laag polyamide met een dikte van 60  $\mu\text{m}$  en een 2<sup>de</sup> laag polypropyleen met een dikte van 100  $\mu\text{m}$ .

### 3.2 Topfilmmateriaal

Als topfolies worden er 2 verschillende folies getest, namelijk een eerste folie die ontworpen is om cohesief te peelen en een tweede folie die ontworpen is om te peelen via delaminatie. Het peelen via delaminatie wordt burst peeling genoemd door het benodigde doorbreken van een laag. Beide folies zijn laminaten met dezelfde structuur, het zijn meerlaagse folies die uit 2 lagen bestaan:

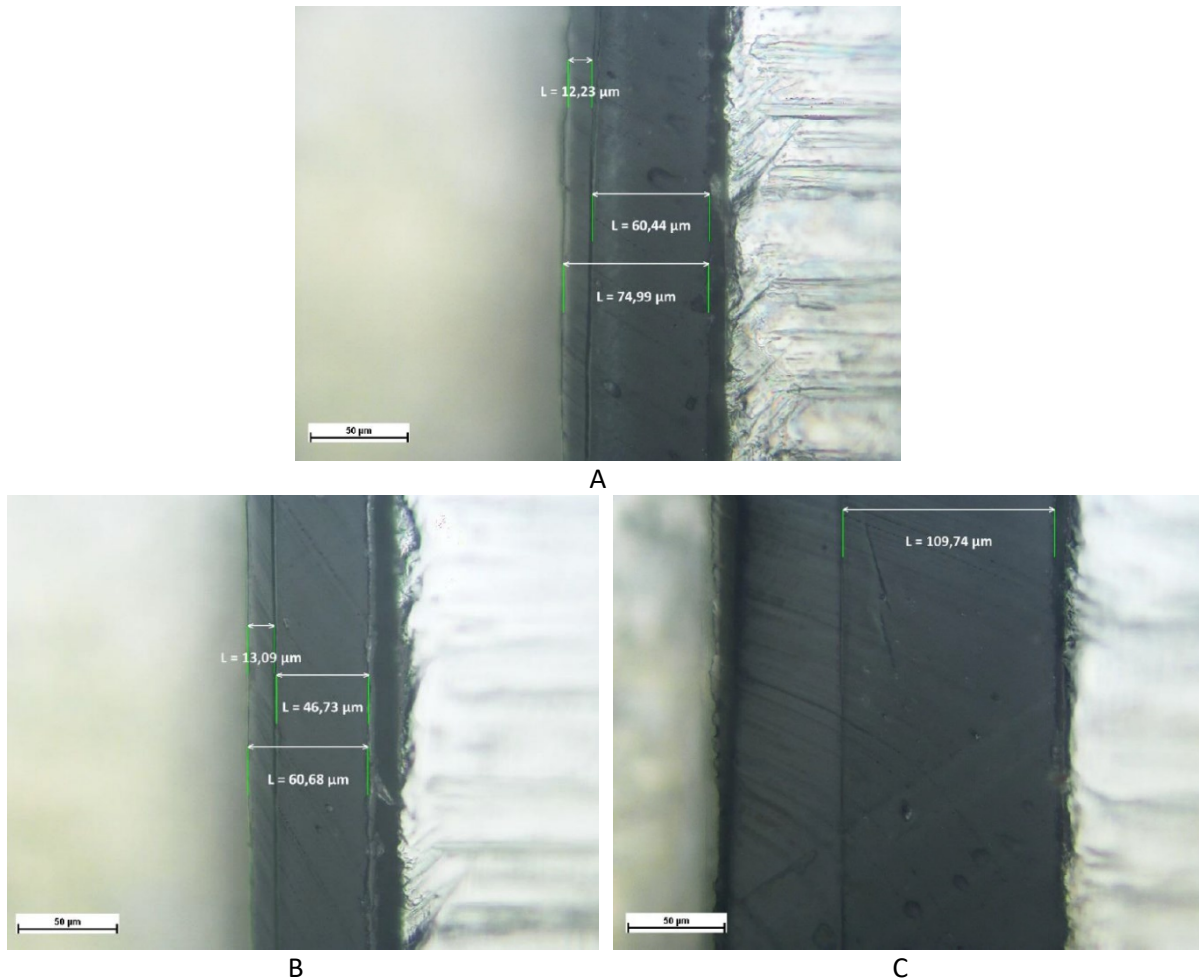
1. een eerste laag is gemaakt van georiënteerd polyethyleentereftalaat (PET) en heeft een dikte van ongeveer 12  $\mu\text{m}$ ;
2. de tweede laag, met een dikte van ongeveer 60  $\mu\text{m}$ , is polypropyleen.

De polypropyleen laag van 60  $\mu\text{m}$  is een 5-laags gecoëxtrudeerde polypropyleen-folie, grotendeels gemaakt op basis van random copolymeer polypropyleen met een ethyleengehalte geschikt voor pasteurisatie en sterilisatie. De verhouding van deze laag is vermoedelijke 12/6/24/6/12. De delaminatie folie daarentegen bestaat uit een subseallaag van slechts 9  $\mu\text{m}$  en een kernlaag met 27  $\mu\text{m}$ . Deze polypropyleenlaag is met behulp van een hoogwaardige polyurethaan (PU) lijm met een massadichtheid van 3,5  $\text{gm}^{-2}$  gelamineerd aan 12  $\mu\text{m}$  georiënteerd PET. De desbetreffende lijm is geschikt voor de hoge temperaturen die zullen plaatsvinden tijdens pasteurisatie en sterilisatie.

De topfolie die **cohesief peelt** is gemaakt van een copolymeer polypropyleen die aan het oppervlak zou moeten peelen. Een cohesieve peeling wordt verwacht omdat tussen de twee componenten een incompatibele component aangebracht is, deze verzwakt het mechanisme. Aangezien de seallagen van beide folies van hetzelfde polymeer (polypropyleen) zijn gemaakt, zullen ze een goede hechting willen vormen. Het incompatibele materiaal zal dit gedeeltelijk voorkomen, wat resulteert in cohesief peelgedrag. Wanneer het peelproces wordt gestart, zullen de folies worden gescheiden door de aangebrachte spanning. De plaatsen met het incompatibel component verzwakken de afdichting [43, 55]. De incompatibele componenten zitten dus aan de oppervlakte waardoor de seal cohesief peelt. Dit cohesief peelgedrag wordt bevestigd in Figuur 21A.

De topfolie die **burst peelt** is ook gemaakt met copolymeer polypropyleen, maar deze peelt net onder het oppervlak. Hier wordt dus eerst een laag doorgebroken, vervolgens peelt dit verder onder het oppervlak. De burst peel of ook delaminatie peel genoemd, is volgens hetzelfde principe gemaakt als de cohesieve-peel folie, alleen is hier het incompatibel component aangebracht tussen de subseallaag

en de kernlaag. Waardoor het evident is dat op Figuur 21C een extra gedeelte van  $9,74 \mu\text{m}$  te onderscheiden is op de normale PP-laag van  $100 \mu\text{m}$  van de bottomweb, terwijl bij de topfilm (Figuur 21B) de normale PP-laag ( $60 \mu\text{m}$ ) nu slechts  $46,73 \mu\text{m}$  is als gevolg van delaminatie [43, 55].



Figuur 21: Peelgedrag van PET/PP Cohesive (A) en PET/PP Burst met de topfilm (B) en de bottomweb (C) [38]

Beide topfilms worden aangeleverd door een van de deelnemende bedrijven in het TETRA-CORNET-project ThermoPeel, namelijk Dow Chemical Ibérica S.L. (Madrid, Spanje).

Verder zal naar de materiaalcombinatie bottomweb met cohesieve peeling topfilm verwezen worden als "PET/PP Cohesive". De materiaalcombinatie met de burst peeling zal "PET/PP Burst" genoemd worden.

## 4 Methoden

### 4.1 Conditionering

De stalen worden geconditioneerd alvorens ze worden getest en dit conform de norm ISO 291 [56]. Volgens deze norm moeten kunststofstalen minimaal 88 uur worden geconditioneerd vooraleer ze worden getest. De conditionering en de testen vinden plaats in een geconditioneerde ruimte met een temperatuur van  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$  en een relatieve luchtvochtigheid van  $(50 \pm 2) \%$ .

### 4.2 Mechanische en chemische materiaalkarakterisatie

#### 4.2.1 Diktemeting

De dikte van de bovenvermelde stalen wordt gemeten met een micrometer MTS MI20, zoals weergegeven in Figuur 22. Deze micrometer bepaalt de dikte met een cirkelvormige stamper en toont het verschil in afstand met en zonder monster, welke overeenkomt met de dikte van het staal. De dikte wordt gemeten volgens de norm ISO 4593 [57]. De staalafname van de teststukken gebeurt als volgt, er wordt een staal gemaakt met een breedte van 100 mm. De lengte wordt voldoende groot gekozen, op dit monster worden 10 punten gekozen, die gelijkmatig over het monster verdeeld zijn. Uit deze 10 punten wordt de gemiddelde dikte en standaarddeviatie (st. dev.) bepaald.

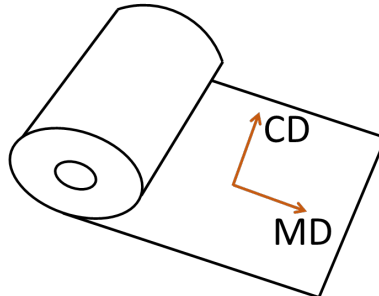


*Figuur 22: Micrometer MTS MI20*

Vervolgens worden de folies ook microscopisch geanalyseerd om de structuur van de films op een nauwkeurig niveau te onderzoeken. Zo kan naast de mechanische dikte ook worden nagegaan uit hoeveel lagen de film bestaat en welke dikte deze lagen bezitten. Microscopie wordt uitgevoerd met een Nikon Eclipse ME600 microscoop (vergroting 10x50), via de software NIS-Elements D4.10.00. De stalen worden microscopisch geanalyseerd door een stukje film uit te snijden en tussen een klemstuk te plaatsen. De folie welke uit het klemstuk steekt wordt gesneden met een snijmechanisme, dit zorgt ervoor dat de folie nu gelijk met de klem komt. Vervolgens wordt de klem onder de microscoop geplaatst. De volgende stap is het verkrijgen van een scherp en duidelijk beeld met de gewenste vergroting. De vergroting die in deze thesis wordt gebruikt is 500x. De verschillende folies worden afzonderlijk geanalyseerd, maar ook de gesealde en gepeelde stalen worden onderzocht. Voor elk van deze stalen wordt hetzelfde mechanisme toegepast.

## 4.2.2 Trekproef

Om de mechanische eigenschappen van de vlakke foliematerialen te evalueren, wordt een trekproef uitgevoerd, voor zowel de dwarsrichting (CD) als de machinerichting (MD). Deze richtingen worden geïllustreerd in Figuur 23. De trekproef wordt uitgevoerd met de trekbank, Tinius Olsen 5ST (Figuur 24).



*Figuur 23: Machinerichting (MD) en de dwarsrichting (CD) verduidelijkt bij een rol filmmateriaal*



*Figuur 24: Trekbank: Tinius Olsen 5ST*

Materiaaldimensies en testparameters van de trekproef zijn identiek aan de sealsterktebepaling volgens de industriële teststandaard ASTM F88 om de relatie met de sealresultaten zo goed mogelijk te kunnen leggen [58]. Voor elk materiaal en elke richting worden 10 stalen uitgesneden met een breedte van 15 mm en een lengte van minstens 60 mm. De klemmen van de trekbank worden op een afstand van 20 mm gekozen, eenmaal als het staal ingeklemd is zal de bovenste klem zich naar boven bewegen met een tragere snelheid, wanneer de trekbank een voorbelasting van 0,20 N detecteert zal de klem verder bewegen met een constante snelheid van  $300 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ . De test komt op een einde wanneer het materiaal breekt. De software van de trekbank berekent nu zelf de elasticiteitsmodulus van het materiaal aan de hand van de kracht in functie van de verlenging die het materiaal heeft ondervonden. Dit is alleen voor het lineair deel van de curve, namelijk tussen 0,05 en 0,25 % rek, zoals beschreven in de industriële teststandaard ISO 527 [59]. Naast de elasticiteitsmodulus worden tijdens de trekproef ook andere parameters bepaald zoals de spanning (MPa) en de verlenging bij breuk (%).

Deze resultaten zijn niet bekomen met de door ISO 527 voorgestelde testparameters, maar met de door ASTM F88 voorgestelde testparameters om verklarend te zijn voor de sealsterkteresultaten.

De elasticiteitsmodulus is een maat voor de stijfheid van het materiaal, het is de verhouding tussen de grootte van de spanning veroorzaakt door de externe belasting op het materiaal en de elastische vervorming veroorzaakt door deze spanning in het lineair gedeelte van de curve (0,05-0,25% rek).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (4 - 1)$$

E = elasticiteitsmodulus [Nmm<sup>-2</sup>]

$\sigma$  = spanning [Nmm<sup>-2</sup>]

$\varepsilon$  = specifieke vervorming [-]

De spanning kan gedefinieerd worden als de verhouding van de kracht die uitgeoefend wordt op het materiaal en de oppervlakte van dit materiaal.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (4 - 2)$$

F = kracht [N]

A = oppervlakte materiaal [mm<sup>2</sup>]

De specifieke vervorming is de verhouding van de verandering in lengte en de oorspronkelijke lengte.

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (4 - 3)$$

$\Delta l$  = verandering in lengte [mm]

$l_0$  = specifieke vervorming [mm]

### 4.3 Differential scanning calorimetry (DSC)

Een *differential scanning calorimetry* is een methode die het mogelijk maakt om de chemische materiaaleigenschappen te bepalen van een folie, namelijk specifieke warmtecapaciteit. De specifieke warmtecapaciteit neemt toe als de temperatuur van het materiaal toeneemt en verandert snel als het materiaal een faseovergang doormaakt, zo kan de smeltemperatuur en de glastransitietemperatuur bepaald worden. Voor het uitvoeren van een DSC wordt een staal afgewogen van de desbetreffende folie. Voor dit onderzoek is besloten een DSC-meting uit te voeren op de vlakke stalen PET/PP Cohesive, Burst en de bottomweb, op de seallaag van PET/PP Burst en tot slot de combinatie van de bottomweb met de seallaag van PET/PP Burst. De DSC wordt uitgevoerd met het een 2920 MDSC V.2.6A (TA instrumenten, USA). Het staal wordt samen met een leeg referentie staal in het apparaat geplaatst. Het materiaal zal drie cyclussen ondergaan, met name een eerste opwarming waarbij het materiaal tot een bepaalde temperatuur opgewarmd wordt met een bepaalde opwarmingsnelheid. Vervolgens zal het staal terug afgekoeld worden en tot slot zal het staal nog eens verwarmd worden. Het apparaat meet het verschil in warmtestromen tussen het staal en het referentie staal. Na de meting zullen drie curves bekomen worden per staal, twee opwarmcyclussen en een afkoelcyclus. De derde curve, die voortkomt uit de 2<sup>de</sup> opwarm cyclus zal meer informatie verschaffen over de exacte transitietemperaturen, namelijk de smelt-, kristallisatie- en glastransitietemperatuur, etc. [40, 60].



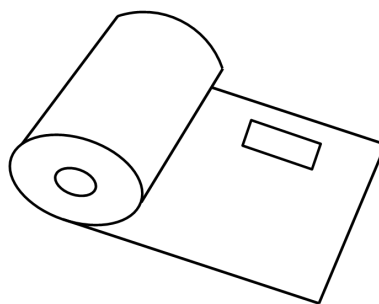
## 4.4 Het sealproces (voor, tijdens en na hittebehandeling)

Binnen dit thesisonderzoek zijn de parameters waar rekening mee gehouden worden de sealtemperatuur, -tijd, -druk en tot slot de nabehandelingstemperaturen. Om een betrouwbaar onderzoeksresultaat te verkrijgen, is een groot aantal experimenten nodig, maar tegelijkertijd mogen de benodigde middelen niet groter zijn dan strikt noodzakelijk. Door gebruik te maken van een experimenteel ontwerp of DoE (*Design of Experiments*) wordt de relatie tussen onafhankelijke variabelen (sealtemperatuur, sealdruk, sealtijd en behandelingstemperatuur) en afhankelijke variabelen (sealsterkte, sealenergie) met zo min mogelijk experimenten en met een zo groot mogelijke betrouwbaarheid bepaald. Het DoE is opgesteld met behulp van het softwarepakket JMP®.

Alvorens met de eigenlijke sealtesten te kunnen beginnen, moeten er voorafgaande testen worden uitgevoerd om de grenswaarden te bepalen van de sealparameters en om de faalmechanismen te bestuderen. De methode hiervan zal besproken worden in 4.4.2 en de resultaten zullen worden besproken in 5.2. Vervolgens wordt het verkregen inzicht in de sealparameters verder gebruikt in de testen voor, tijdens en na de hittebehandeling. Deze resultaten zullen besproken worden in 5.3. Tot slot zal op basis van deze gegevens de optimale parameters worden bepaald om een gewenste sealsterkte te bekomen. Tot slot wordt het optimum gevalideerd. Deze resultaten zullen besproken worden in 5.4.

### 4.4.1 Bepaling sealsterkte

Vooraleer de stalen geseald kunnen worden, zal eerst de staalvoorbereiding plaatsvinden, per folie worden stroken van 30 mm op 100 mm geknipt. Deze stalen worden in de machinerichting gesneden, zoals in Figuur 25 wordt weergegeven. Het sealen vindt plaats bij een breedte van 30 mm, aangezien de verdeling van de sealdruk over een groot oppervlak een betere simulatie van het proces in werkelijkheid geeft. Als het sealen zou plaatsvinden bij een groter oppervlak, zouden oneffenheden, zoals rimpels, optreden. Daarom wordt een compromis gesloten om te sealen met een staal van 30 mm breedte.

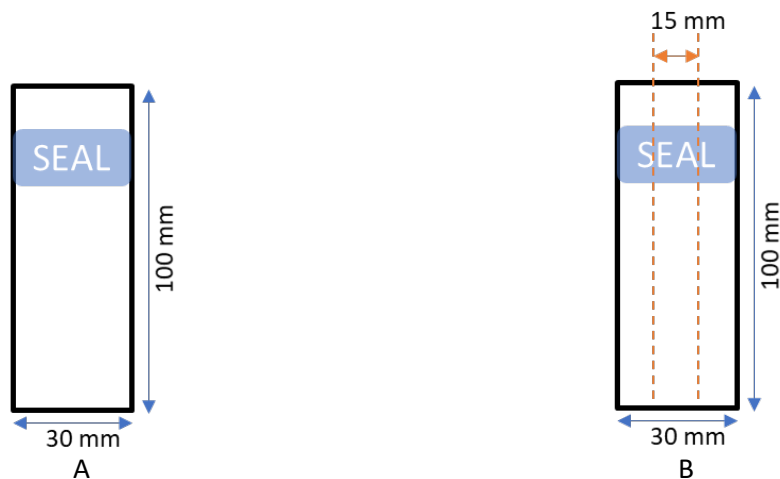


*Figuur 25: Staalafname bij een rol filmmateriaal*

Het sealen wordt uitgevoerd door middel van een sealmachine met warme balken, Labthink HST-H3 (Figuur 10). Tijdens het sealen wordt de combinatie van een topfolie (2) met de bottomweb gemaakt, op deze manier worden twee soorten gesealde folies verkregen. De binnenzijde van de folierol is een PP-laag voor zowel de topfolie als de bottomweb en is bijgevolg ook de zijde waarop de folie wordt geseald. Figuur 26A illustreert de folies na het sealen. Tijdens het sealen van de stalen wordt de onderste verwarmingsbalk gestabiliseerd op 50 °C, om het sealproces in de praktijk te simuleren. In de praktijk zal echter de onderste balk voor het sealen de omgevingstemperatuur hebben, maar doordat

met een hoge snelheid geseald wordt, zal deze balk tijdens het sealen een licht verhoogde temperatuur hebben. De stalen worden geseald volgens het bepaalde model, bepaald in het softwarepakket JMP®. Alvorens de sealsterkte bepaald wordt, zal het staal versneden worden tot het een breedte heeft van 15 mm (Figuur 26B), het middelste deel wordt gebruikt voor de analyse van de sealsterkte. Het is belangrijk dat dit na het sealen gebeurt, indien dit voor het sealen zou gebeuren zou de breedte kleiner of groter kunnen zijn geworden als gevolg van het sealen.

De volgende stap is het bepalen van de sealsterkte van de gesealde stalen volgens de standaard ASTM F88/F88M-15. De maximale sealsterkte geeft kwantitatief weer hoeveel kracht een gebruiker moet uitoefenen op een verpakking om deze te kunnen openen. In sommige gevallen kan de gemiddelde sealsterkte ( $\text{Nmm}^{-1}$ ) ook interessant zijn [58]. Tot slot wordt ook de sealenergie (J) bepaald. De stalen worden uit elkaar getrokken in een hoek van  $180^\circ$  met behulp van de eerder beschreven trekbank (Tinius Olsen 5ST), de trekbank meet de kracht die nodig is tijdens het peelproces. Het staal wordt eerst tussen de klemmen van de trekbank ingeklemd, de bovenste klem bevat de topfilm en de onderste klem bevat de bottomweb. De klemmen staan op een afstand van 20 mm van elkaar. Hierna zal de bovenste klem met een snelheid van  $300 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$  naar boven bewegen en zo het peelproces starten. De meting is voltooid wanneer het staal volledig uit elkaar is. De wijze waarop het staal uit elkaar gegaan is, wordt beschreven als het faalmechanisme. Hier wordt ook rekening mee gehouden, aangezien enkel een peelseal gewenst is voor deze concepten.



Figuur 26: Visuele voorstelling van de staalafname (A) en versnijden van het gesealde staal (B)

#### 4.4.2 Voorbereidende testen: bepalen peelperformantie zonder hittebehandeling

Alvorens er gestart kan worden met het eigenlijke sealonderzoek, wordt een sealcurve opgesteld om inzicht te verkrijgen in het peelgedrag van de verschillende topfolies. Sealtemperatuur wordt gevarieerd tussen 100 en 200 °C, sealtijd en sealdruk worden constant gehouden op respectievelijk 2.0 s en  $1.0 \text{ Nmm}^{-2}$ .

Vervolgens wordt een experimenteel ontwerp opgesteld met het softwarepakket JMP®. De parameters die mogelijk een effect hebben op de sealsterkte zoals sealtemperatuur, sealtijd en sealdruk worden meegenomen in dat ontwerp binnen relevante grenswaarden. Deze grenswaarden zijn verschillend voor het soort folie. Sealtemperatuur wordt bepaald op basis van de sealcurve, sealtijd wordt bepaald op basis van hetgeen relevant is voor de industrie. Dit is 1,0 tot 3,0 seconden voor de materiaalcombinatie topfilm met tray, dit is bepaald binnen het EVOCOSEAL project [40]. De sealdruk

wordt bepaald volgens het werkgebied van de labsealer (Labthink HST-H3) [61]. Wanneer de grenswaarden gekozen zijn, wordt er een eerste Box Behnken design opgesteld met de drie sealparameters om te kunnen evalueren of deze test geschikt is voor een complexer experimenteel ontwerp waarbij behandeltemperatuur wordt toegevoegd. Experimenten worden vaak uitgevoerd op verschillende parameterwaarden, de zogenaamde niveaus. Elke run van een experiment bestaat uit een combinatie van de niveaus van de verschillende factoren (sealtijd, sealtempeartuur en sealdruk) die worden onderzocht. Het Box Behnken design is een *response-surface* methodiek (RSM) waarbij slechts drie niveaus (-1, 0 en 1) nodig zijn om een experiment uit te voeren. Het is een interessant ontwerp omdat het de extreme combinaties automatisch elimineert [5]. Het is bijgevolg dus een ontwerp met hoge efficiëntie, waarbij slechts 15 combinaties nodig zijn voor drie input parameters om een representatieve uitkomst te bekomen. Een volledig ontwerp, met de extreme, zou 27 combinaties nodig hebben. Er wordt gekozen om de combinaties te sealen in een random volgorde, om fouten te voorkomen [62].

Eenmaal de resultaten zijn verkregen, worden deze binnen JMP® verwerkt volgens het *least square fitting* principe. De least squares-methode is een statistische procedure om de beste pasvorm te vinden voor een reeks datapunten door de som van de kwadraten van de residuen in de resultaten van elke individuele vergelijking tot een minimum te beperken [63]. Het wordt gebruikt om het gedrag van afhankelijke variabelen te voorspellen, door middel van een vergelijking die de relatie tussen de datapunten weergeeft. Zodra het meest geschikte regressiemodel is verkregen, worden de niet-significante parameters handmatig uit het model geëlimineerd. Onderstaande formule (4 – 4) geeft een overzicht van alle mogelijke interacties die de sealsterkte kunnen verklaren. Alle parameters in de eerste orde, alle combinaties in de eerste orde en alle parameters in de tweede orde zijn in aanmerking genomen [40, 64].

Volgende criteria helpen bij de juiste keuze om de parameters te elimineren:

- **root Mean Square Error (RMSE):** dit is de standaardafwijking van de residuen (voorspellingsfouten). Residuen zijn een maat voor de afstand tot de datapunten van de regressielijn; RMSE is een maat voor de spreiding van deze residuen. Met andere woorden, het vertelt hoe geconcentreerd de data is rond de best passende lijn [65]. RMSE is het best zo hoog mogelijk, maar er moet rekening worden gehouden met het feit dat er geen sprake is van overfitting [66]. Het softwareprogramma JMP® stelt per set aan parameters een model voor met de laagste afwijking;
- **significantie van de parameters:** alle eerste en tweede orde parameters alsook de interacties met een p-waarde < 0,05 worden als significant beschouwd en worden bijgevolg meegenomen in het model. Eerste orde parameters die niet significant zijn worden ook meegenomen als de tweede orde parameter of minstens 1 interactie een p-waarde heeft < 0,05.

Vervolgens wordt het model opgesteld, het model geeft weer welke parameters wel invloed hebben op de sealsterkte en geeft ook een schatting van wat hun bijhorende coëfficiënt ( $\beta_x$ ) is [67].

$$Sealsterkte = \beta + \beta_T T + \beta_t t + \beta_P P + \beta_{Tt} T t + \beta_{TP} T P + \beta_{tP} t P + \beta_{T^2} T^2 + \beta_{t^2} t^2 + \beta_{P^2} P^2$$

(4 – 4)

$T$  = sealtemperatuur [°C]

$t$  = sealtijd [s]

$P$  = sealdruk [Nmm<sup>-2</sup>]

Op basis van de verkregen resultaten van deze eerste sealtesten worden de grenswaarden voor het complexere model (met behandeltemperatuur) bepaald.

### 4.4.3 Bepalen sealsterkte voor, tijdens en na hittebehandeling

Nadat de grenswaarden van de verschillende folies zijn bepaald, zal een nieuw design worden opgesteld binnen het gespecificeerde temperatuur-, tijd- en drukbereik met een nieuwe variabele, namelijk behandelingstemperatuur. De behandelingstemperaturen waar het effect van onderzocht wordt, zijn 23, 95 en 121 °C. De tussenliggende temperaturen zijn in dit onderzoek niet belangrijk, waardoor deze variabele geïnclassificeerd wordt als een categorische variabele. Bijgevolg zal een model worden opgesteld per folie combinatie met een combinatie van categorische en continue variabelen, aangezien dit geen standaard instelling is, zal er een zelfgemaakt model opgesteld moeten worden. Dit model is reeds ontworpen voor het Cornet-project Thermopeel. Het model is ontstaan door eerst een volledig responsoppervlak voor de drie continue variabelen te definiëren. De uitkomst is uiteindelijk gecombineerd met de categorische variabelen om zo de mogelijkheid te hebben het effect van de behandelingstemperatuur in te schatten, waardoor het effect van de behandelingstemperatuur verschillend is voor de verschillende continue variabelen. Dit komt neer op 24 verschillende combinaties (runs) van de 4 verschillende parameters.

Elk run wordt 5 maal geseald per folie om er vervolgens 2 te testen tijdens hittebehandeling en 2 na hittebehandeling, de overige seal is als reserve. Elke run heeft ook een bepaalde behandelingstemperatuur, namelijk 23 °C, 95 °C en 121 °C. De testen bij 23°C laten toe om de peelformantie **voor** hittebehandeling te evalueren. Het proces **tijdens** hittebehandeling verloopt als volgt, de temperatuurkast van de trekbank wordt opgewarmd tot de opgegeven temperatuur (95 °C of 121 °C) zodra deze temperatuur is bereikt, wordt een staal gedurende 15 minuten in de temperatuurkamer bewaard. Tot slot wordt dit staal getest, waarbij de maximale sealsterkte, de gemiddelde sealsterkte en de sealenergie worden bepaald. Het proces **na** hittebehandeling is nagenoeg identiek, waarbij het staal gedurende 15 minuten in de temperatuurkast wordt bewaard en vervolgens wordt verwijderd en na afkoeling wordt getest bij 23 °C.

### 4.4.4 Optimalisatieprocessen

Wanneer de resultaten verkregen zijn zal ook hier op basis van de uitleg in 4.4.2 een model verkregen worden, het bekomen model maakt het mogelijk om de respons te voorspellen (bijvoorbeeld de gemiddelde sealsterkte) voor elke mogelijke combinatie van de invoerparameters (sealtemperatuur, sealtijd, sealdruk, behandelingstemperatuur). Aan de hand van het model kan vervolgens de combinatie van de invoerinstellingen worden bepaald resulterend in de gewenste sealsterkte door middel van een *desirability* functie. Deze gewenste waarde kan een maximum, een minimum of een specifieke streefwaarde zijn. Aangezien het onderzoek van Fraunhofer (2011) aangeeft dat 95 % van de vrouwelijke consumenten een kracht kan uitoefenen van  $1,21 \text{ Nmm}^{-1}$  op een tear tab [44], is gekozen voor een gewenste sealsterkte (zowel gemiddelde als maximum) van  $1 \text{ Nmm}^{-1}$  bij 23 °C gekozen. De sealenergie is hierbij gemaximaliseerd. Vervolgens voorspelt JMP® de sealsterkte tijdens en na hittebehandeling.

### 4.4.5 Validatie experimenten

In de laatste stap van de optimalisatieprocedure wordt het optimum gevalideerd, er worden in totaal 25 seals gemaakt, per materiaal combinatie, met de gedefinieerde invoerinstelling van de sealtemperatuur, sealtijd en sealdruk. Vervolgens worden 5 stalen getest bij 23 °C, 5 stalen tijdens hittebehandeling zowel voor 95 °C als 121 °C en tot slot nog 5 stalen na hittebehandeling (95 °C en 121 °C). De bekomen waardes worden geanalyseerd ten opzichte van de voorspelde waardes binnen

JMP®. Om na te gaan of het experiment succesvol is, wordt een betrouwbaarheidsinterval berekend, met behulp van de volgende formule:

$$[\bar{y}_c - t_{1-\frac{\alpha}{2}, c-1} \frac{Sc}{\sqrt{c}} ; \bar{y}_c + t_{1-\frac{\alpha}{2}, c-1} \frac{Sc}{\sqrt{c}}] \quad (4-5)$$

$\bar{y}_c$  = gemiddelde van de bekomen waarde [Nmm<sup>-1</sup>]

$Sc$  = standaarddeviatie

$c$  = aantal runs = 5

$t_{1-\frac{\alpha}{2}, c-1} = t_{0,975,4} = 2,776 \quad (\alpha = 0,05)$

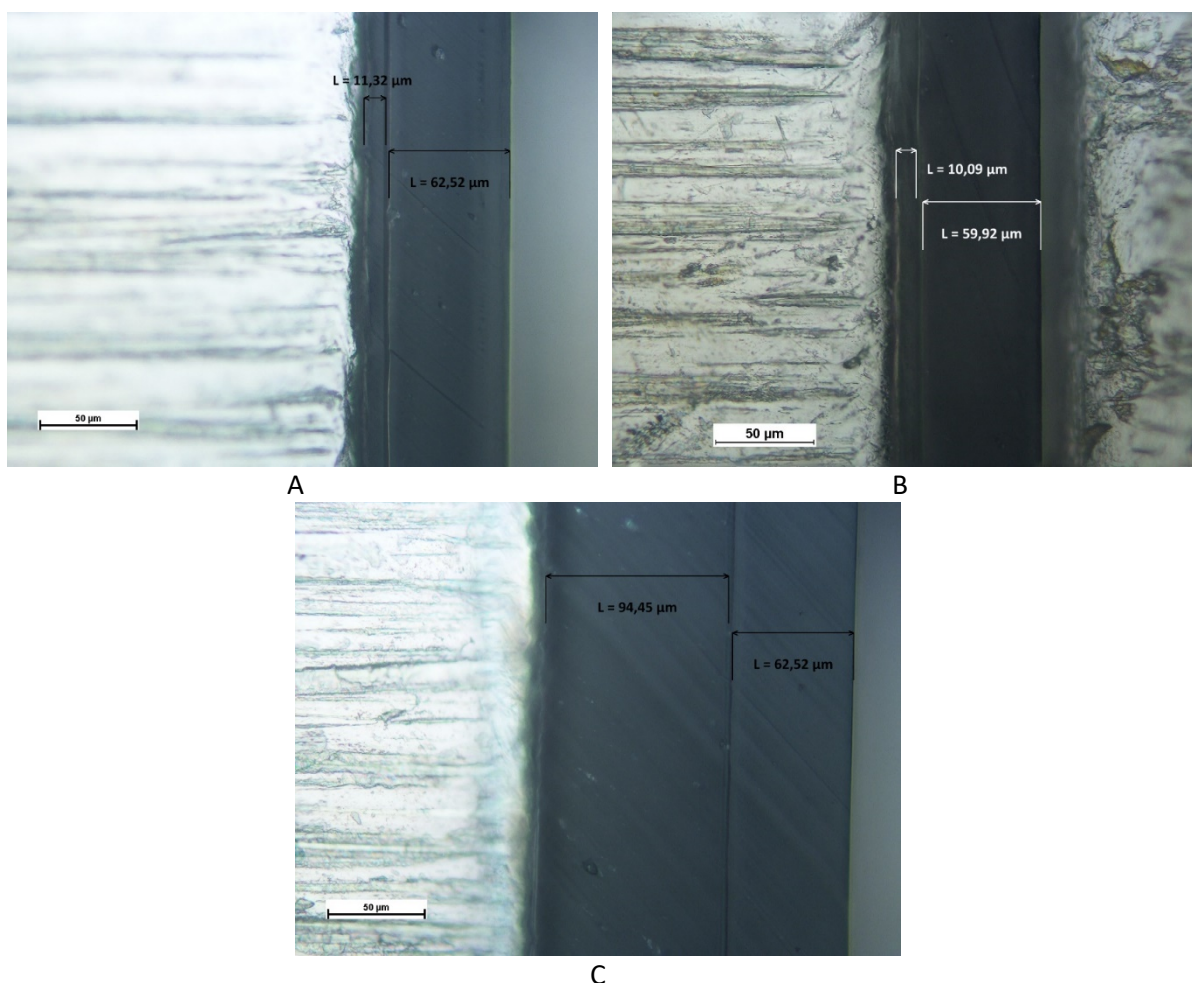
## 5 Resultaten en discussie

### 5.1 Mechanische en chemische materiaalkarakterisatie

#### 5.1.1 Diktemeting

De topfilms PET/PP Cohesive en Burst zouden volgens de ontvangen technische fiches een dikte moeten hebben van  $72 \mu\text{m}$ . De bottomweb PA/PP zou een dikte moeten hebben van  $160 \mu\text{m}$ . De topfilm PET/PP Cohesive heeft een dikte van  $(77,2 \pm 1,0) \mu\text{m}$ , PET/PP Burst heeft een dikte van  $(76,2 \pm 1,7) \mu\text{m}$ . De bottomweb heeft een dikte van  $(165,5 \pm 2,3) \mu\text{m}$ .

Figuur 27 is een microscopische weergave van de structuur van de beide topfolie, PET/PP Cohesive en Burst, en de bottomweb PA/PP. Zoals reeds verwacht vertoont Figuur 27A (PET/PP Cohesive) een meerlaagse folie van 2 lagen. Namelijk een laag van ongeveer  $12 \mu\text{m}$  PET en een tweede laag van ongeveer  $60 \mu\text{m}$  PP. De tweede topfolie, PET/PP Burst, heeft dezelfde structuur als PET/PP Cohesive. Deze wordt afgebeeld op Figuur 27B, ook hier zijn 2 lagen met vergelijkbare diktes te onderscheiden. Vervolgens is ook de bottomweb PA/PP microscopisch geanalyseerd (Figuur 27C) Ook hier kan een meerlaagse structuur met 2 lagen onderscheiden worden. De eerste laag heeft een dikte van  $95 \mu\text{m}$  PP, de andere laag is de PA-laag van ongeveer  $60 \mu\text{m}$ .



Figuur 27: Microscopische foto van PET/PP Cohesive (A), Burst (B) en PA/PP (C) niet gepeeld (vergroting: 500x)

## 5.1.2 Trekproef

In Tabel 4 is het gemiddelde (gem.) van de elasticiteitsmodulus, de spanning bij breuk (MPa) en de verlenging bij breuk (%) weergegeven samen met de bijhorende standaarddeviatie van de twee topfolies. PET/PP Burst en Cohesive hebben gelijke resultaten voor de E-modulus in machinerichting, respectievelijk  $283 \pm 116$  en  $259 \pm 128$  MPa. Ook de spanning (MPa) bij breuk en de verlenging (%) bij breuk zijn gelijk voor PET/PP Cohesive en Burst. Ook in de dwarsrichting hebben PET/PP Cohesive en Burst gelijke resultaten voor de modulus, spanning en verlenging. Kortom beide materialen hebben, op basis van deze resultaten, dezelfde mechanische eigenschappen.

Tabel 4: Gemiddelde waarden en St. Dev. voor de topfilms in machinerichting en dwarsrichting

		E-modulus (MPa)		Spanning bij breuk (MPa)		Verlenging bij breuk (%)	
		Gem.	St. Dev	Gem.	St. Dev	Gem.	St. Dev
MD	PET/PP Cohesive	283	116	45,9	1,56	106	14,6
	PET/PP Burst	259	128	46,0	1,92	94,0	15,3
CD	PET/PP Cohesive	245	151	44,2	3,45	101	31,9
	PET/PP Burst	255	127	45,7	1,53	108	12,6

## 5.1.3 Differential scanning calorimetry (DSC)

Een DSC in combinatie met ATR/FTIR, zou interessante gegevens hebben opgeleverd om een beter inzicht te krijgen in het verschil in peelgedrag van de folies. Het uitvoeren van deze gecombineerde testen zou meer wetenschappelijke informatie hebben opgeleverd over de overgangstemperaturen zoals de smelt-, kristallisatie- en glasovergangstemperatuur van de verschillende folies evenals hun samenstelling. Door de coronacrisis en de daarmee gepaard gaande strenge *lockdown* maatregelen konden deze tests echter niet worden uitgevoerd.

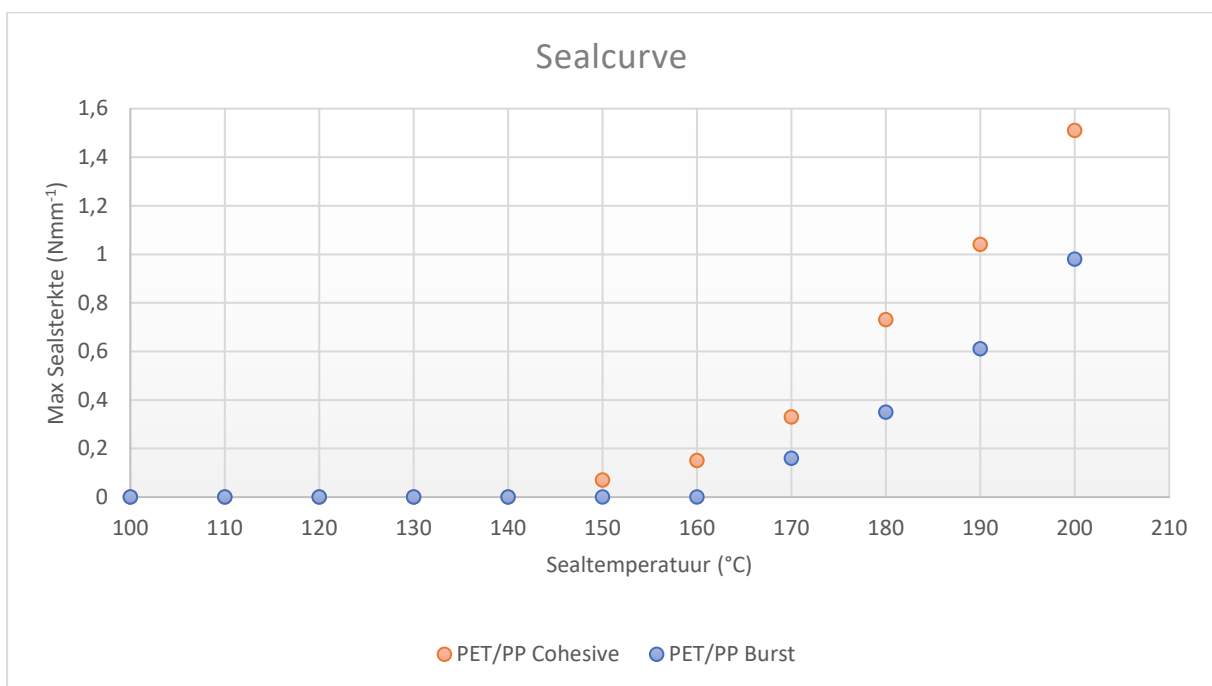
## 5.2 Voorbereidende testen: Bepalen peelperformantie zonder hittebehandeling

Zoals reeds vermeld zijn er eerst voorbereidende sealtesten uitgevoerd om inzicht te verkrijgen in het sealgedrag van de verschillende folies. Deze worden hieronder beschreven. Eerst is er een sealcurve opgesteld. Voor beide combinaties (PET/PP Cohesive en Burst) is een sealcurve opgesteld om een eerste inzicht te krijgen in de invloed van de sealtemperatuur als functie van de sealsterkte. De sealcurves worden weergegeven in Figuur 28, waarbij de oranje punten de sealsterkte van PET/PP Cohesive aangeven en de blauwe punten die van PET/PP Burst weergeven. De curve is vergelijkbaar voor de meeste materialen. Eerst wordt namelijk een zone verkregen waarin geen seal wordt gevormd, vervolgens wordt een zone gecreëerd waarin de sealsterkte sterk begint toe te nemen. Naarmate de sealtemperatuur blijft stijgen, zal de seal op een gegeven moment in een zone terechtkomen waarin de sealsterkte niet meer toeneemt, een zogenaamde plateauwaarde. Het plateau ligt tussen de temperatuur waarbij de maximale sealsterkte wordt verkregen en de temperatuur waarbij ongewenste effecten zoals het faalmechanisme 'breuk' optreden [68].

De sealinitiatietemperatuur van **PET/PP Cohesive** ligt bij ca. 150 °C, deze waarde komt overeen met de smelttemperatuur van random copolymeer polypropyleen (140 - 150 °C). Ook wordt duidelijk dat de plateauwaarde nog niet of net niet is verkregen bij 200 °C. De sealsterktes lopen op bij toenemende sealtemperatuur, de gewenste 0,16 - 0,46 Nmm<sup>-1</sup>, waarbij een easy opening gekregen zou worden

volgens Morris (2016), zou plaatsvinden bij een sealtemperatuur tussen 150 - 170 °C [43]. Echter volgens het onderzoek van Fraunhofer kan een vrouwelijke consument een kracht van  $1,21 \text{ Nmm}^{-1}$  uitoefenen op een tear tab, waarbij een maximale sealtemperatuur tot 200 °C kan gekozen worden. Tot deze sealtemperatuur kan PET/PP Cohesive dus gemakkelijk worden geopend door zowel vrouwelijke als mannelijke consumenten in de leeftijdscategorie 20 - 60 jaar [44].

Bij **PET/PP Burst** ligt de sealinitiatietemperatuur rond 170 °C. Aangezien dit 20 °C hoger ligt dan PET/PP Cohesive, zou het natuurlijk interessant zijn om een DSC uit te kunnen voeren op de volledige of gelamineerde delen van de films om hier het mogelijk verschil tussen beide topfilms uit te kunnen afleiden. Ook kan uit een DSC-analyse de exacte overgangen bepaald worden, waardoor een nauwkeuriger inzicht verkregen wordt in het peelgedrag van beide folies. Als rekening wordt gehouden met de maximale sealsterkte van  $1,21 \text{ Nmm}^{-1}$  om gemakkelijk te openen voor alle consumenten tussen 20 en 60 jaar oud, kan worden vastgesteld dat deze nog niet is verkregen bij een sealtemperatuur van 200 °C. Het is bijgevolg interessant om een hogere sealtemperatuur voor deze folie te analyseren.



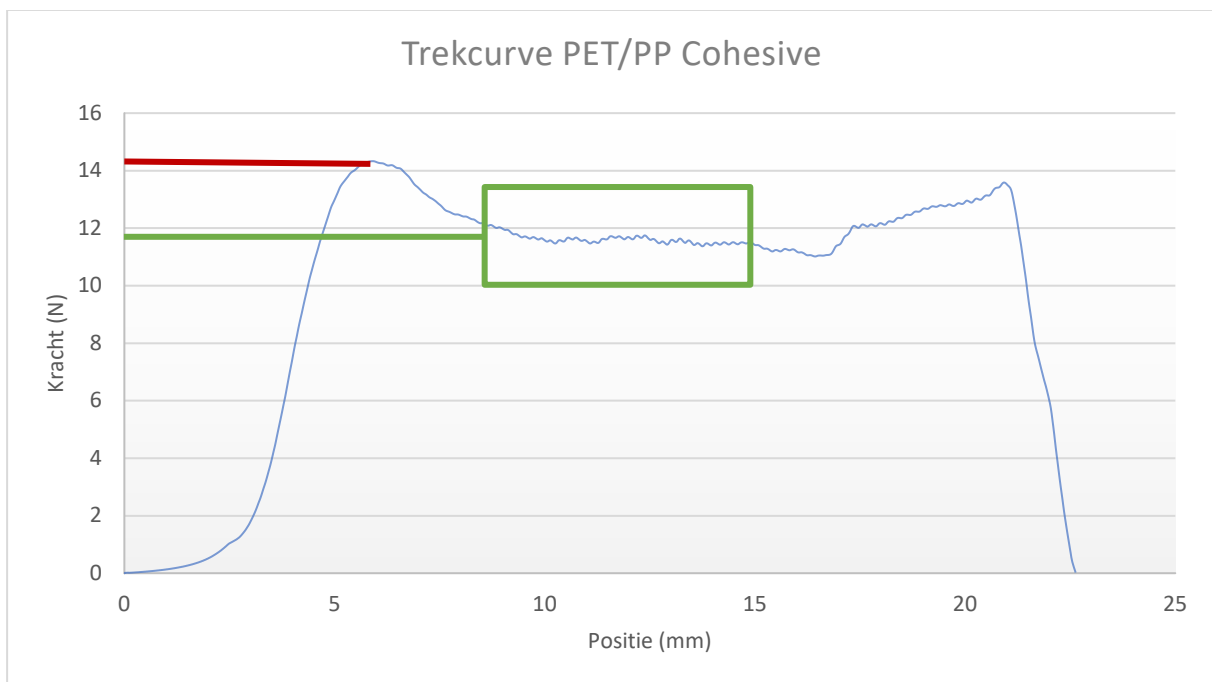
*Figuur 28: Scalcurve voor PET/PP Cohesive en Burst bij sealtijd 2 s en sealdruk  $1 \text{ Nmm}^{-2}$*

In eerste instantie worden beide folies gelijk behandeld, wat betekent dat de sealtemperaturen voor beide folies in de eerste testen gelijk worden gekozen. Vervolgens kan worden bepaald hoe verschillend de folies zich gedragen en op basis van deze resultaten worden de parameters verder bepaald. Bij beide folies is er geen plateau zichtbaar, de waarden blijven stijgen naarmate de temperatuur stijgt. Bijgevolg kan, indien een bepaalde sealsterkte gewenst is, deze slechts binnen een gelimiteerd parametervenster worden bereikt. Om te bepalen of zowel PET/PP Cohesive als Burst een plateauwaarde hebben, zou het interessant zijn om een hogere sealtemperatuur te testen. Wat de films ook interessant maakt voor pasteurisatie en sterilisatie is de hoge smelttemperatuur van het random copolymeer polypropyleen, de smelttemperatuur ligt rond de 140 – 150 °C, wat ervoor zorgt dat de hoge sterilisatietemperatuur van 121 °C minder invloed zal hebben. Bij polyethyleen (PE) zou dit meer invloed hebben, vanwege de lage smelttemperatuur rond 130 °C [69]. Een verpakking speciaal ontwikkeld voor sterilisatie toepassingen moet hittebestendig zijn, het moet beschermen tegen degeneratie van verpakkingsmateriaal van polymeer bij 130 – 140 °C, dit is de temperatuur waarbij het polymeermateriaal wordt verhit voor verpakkingen met een hittebestendige sluiting [20].



Aan de hand van bovenstaande figuur is daarom gekozen om twee testreeksen uit te voeren bij verschillende temperatuurbereiken, namelijk de eerst testen worden uitgevoerd binnen de limieten: temperatuurbereik (180 – 220 °C), sealtijd (1 – 3 s) en sealdruk (1 – 4 Nmm<sup>-2</sup>). De 2<sup>de</sup> reeks testen worden uitgevoerd volgens de limieten: temperatuurbereik (160 – 180 °C), sealtijd (3 – 10 s) en sealdruk (1 – 4 Nmm<sup>-2</sup>).

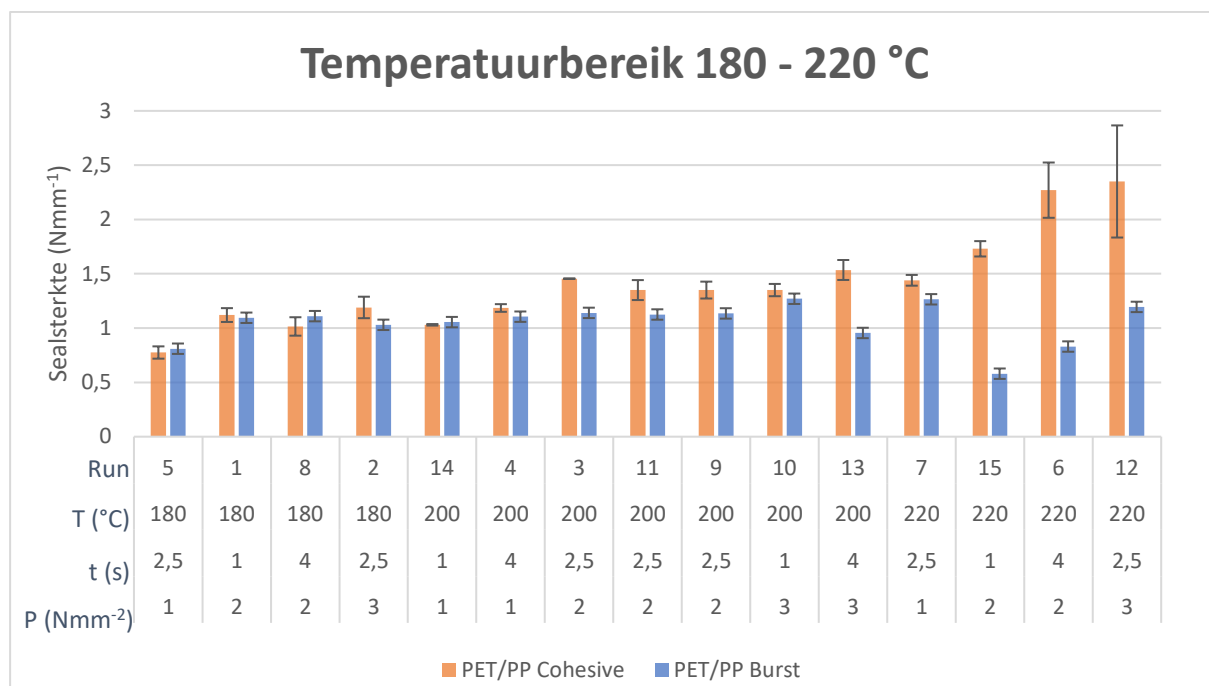
Figuur 29 toont een trekcurve, waaruit de sealsterkte softwarematig bepaald wordt. Het softwareprogramma Horizon is in staat om de gemiddelde, maximale sealsterkte en de sealenergie van het gepeeld staal te bepalen. Volgende werkwijze bespreekt hoe de sealsterktes en sealenergie bepaald worden volgens het softwareprogramma Horizon. In het rood wordt de maximale kracht weergegeven die op de seal wordt uitgeoefend. Hieruit wordt de maximale sealsterkte berekend door de kracht te delen door de breedte van het staal, 15 mm. De gemiddelde kracht die op het staal wordt uitgeoefend, is in het groen weergegeven, dit is het gebied tussen 35 % en 65 %. Om de gemiddelde sealsterkte te bepalen, wordt deze ook gedeeld door de breedte van het staal. Het is de verwachting dat het verschil tussen maximale en gemiddelde sterkte groter is bij de delaminatie peelfolie dan bij de cohesieve peelfolie omwille van het wel of niet doorbreken van een laag om de verpakking te openen. De sealenergie wordt berekend door de som van de belastingen vermenigvuldigd met de bijhorende positie, te nemen [38].



*Figuur 29: Algemene trekcurve van een seal met rood de maximale kracht en groen de gemiddelde kracht uitgeoefend op het staal*

## 5.2.1 Temperatuurbereik 180 – 220 °C

In Bijlage A (Tabel 11) worden de gemiddelde sealsterkten, de maximale sealsterkte, de peelenergie en het faalmechanisme weergegeven voor de verschillende runs voor PET/PP Cohesive en Burst. Figuur 30 toont de vergelijking van de gemiddelde sealsterkte met standaarddeviatie voor PET/PP Cohesive en Burst bij het temperatuurbereik 180 - 220 °C. De resultaten zijn eerst gerangschikt volgens stijgende sealtemperatuur daarna volgens stijgende sealtijd en vervolgens sealdruk.



Figuur 30: Vergelijking van de gemiddelde sealsterkte ( $\text{Nmm}^{-1}$ ) voor PET/PP Cohesive en Burst bij het temperatuurbereik 180- 220 °C

Uit deze test kan geconcludeerd worden dat **PET/PP Cohesive** voornamelijk cohesief faalt bij de desbetreffende sealtemperaturen, maar niet als *easy-to-open* kunnen worden beschouwd volgens Morris (2016) [43]. Twee seals zijn gebroken en twee andere hebben een combinatie van breuk en cohesief vertoond, dit is niet het sealfalen waarvoor de folie is ontworpen.

Ook voor **PET/PP Burst** kan worden geconcludeerd dat deze seals niet vallen onder de categorie *easy-to-open*. Het merendeel van de seals heeft echter zonder problemen gepeeld, waarbij één seal een combinatie van faalmechanisme, cohesief peelen en delaminatie vertoonde. Eén andere seal vertoonde de combinatie breuk en cohesieve peeling en 4 seals ondervonden een breuk.

Wanneer de sealsterkte van beide folies wordt vergeleken, kan er geconcludeerd worden dat het verschil over het algemeen niet heel groot is, slechts voor enkele runs waarbij de sealtemperatuur oploopt tot 220 °C is het verschil duidelijk zichtbaar. Dit is als gevolg van het niet meer cohesief peelen van PET/PP Cohesive en Burst door de hoge sealtemperatuur. De hoge sealtemperatuur bij PET/PP Burst zorgt voor oververhitting van de seal met als gevolg een lagere sealsterkte. Doordat deze seals niet meer peelen, maar breuk vertonen, wordt er niet verder gewerkt bij deze hoge sealtemperatuur.

Vervolgens worden de resultaten binnen JMP® verwerkt en wordt een geschikt model gekozen. Bijlage A (Tabel 12) toont de significante parameters die door JMP® zijn bepaald voor de gemiddelde sealsterkte, de maximale sealsterkte en de sealenergie voor beide topfilms. Niet-significante termen zijn niet in de tabel opgenomen aangezien ze niet in het model zijn opgenomen. Door de significante waarden in te voeren in de formule is het mogelijk om een schatting te maken van de gemiddelde, maximale sealsterkte en sealenergie voor beide topfolies. Als voorbeeld wordt hieronder de formule

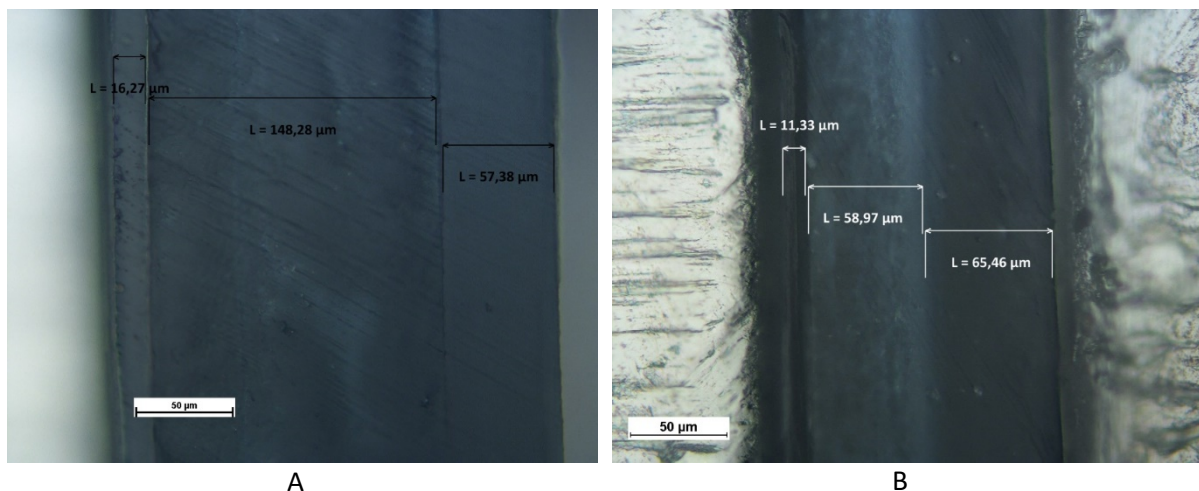
voor het bepalen van de gemiddelde sealsterkte van PET/PP Cohesive weergegeven. De gemiddelde sealsterkte van PET/PP Cohesive is afhankelijk van de sealtemperatuur, sealtijd, sealdruk, sealtemperatuur vermenigvuldigd met sealtijd en met de sealdruk en tot slot de sealtemperatuur in het kwadraat.

$$SS = 1,3429 + 0,5775 T + 0,2975 t + 0,1300 P + 0,1900 Tt + 0,3000 TP + 0,2446 T^2 \quad (5 - 1)$$

Bij PET/PP Burst zijn er minder sealparameters significant, zo is voor de gemiddelde sealsterkte enkel de sealtijd, de sealdruk, de sealtijd en sealdruk in kwadraat significant. Dit wordt ook duidelijk in de grafiek, de sealsterkte stijgt namelijk weinig bij toenemende sealtemperatuur. Enkel de sealtemperatuur 220 °C heeft een negatieve invloed op de sealsterkte. De formule voor de gemiddelde sealsterkte is als volgt:

$$SS = 1,0777 + 0,0888 t - 0,0038 P + 0,1440 t^2 - 0,1660 P^2 \quad (5 - 2)$$

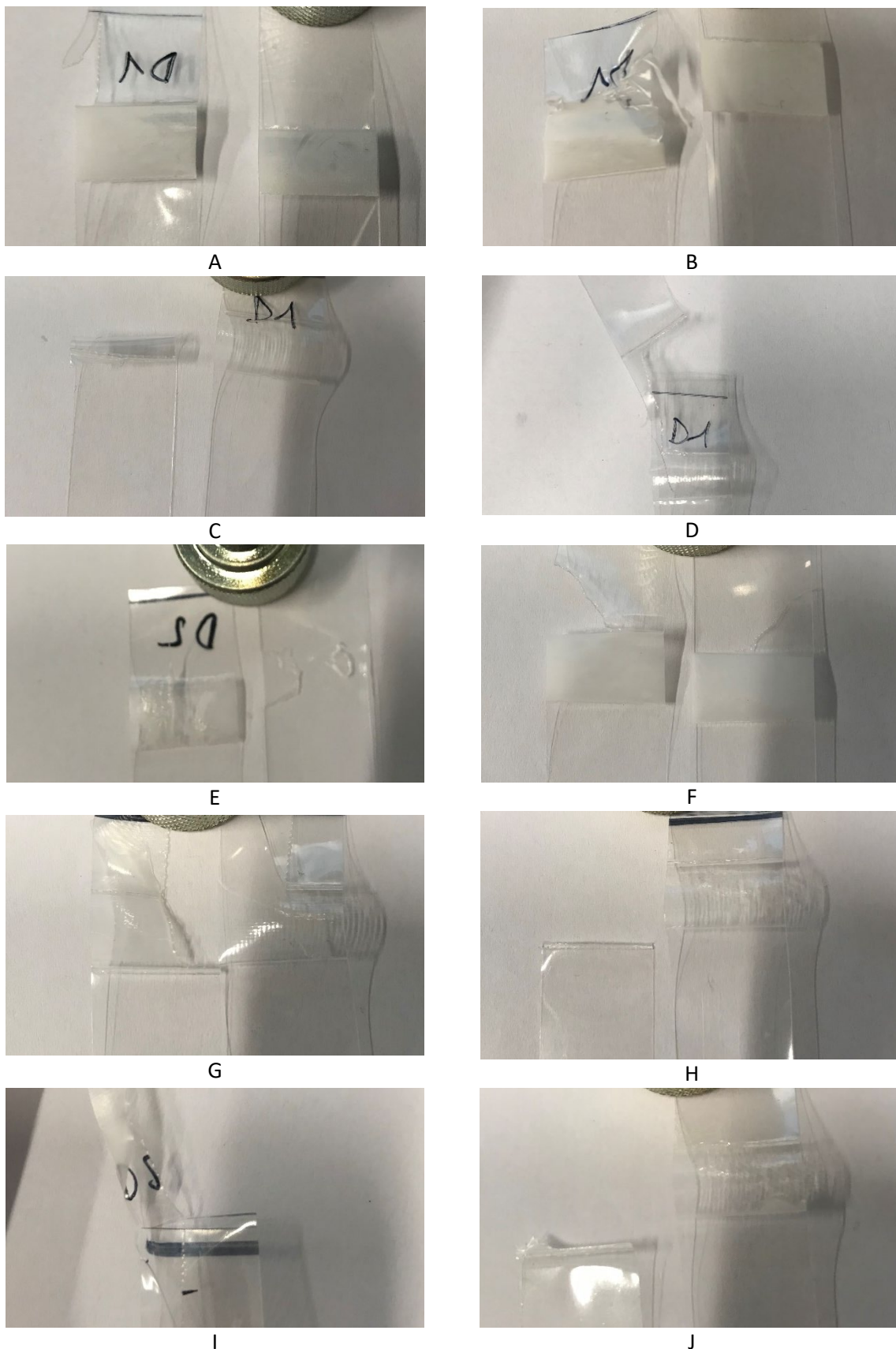
Figuur 31A is de microscopische weergave van PET/PP Cohesive afgedicht bij een sealtemperatuur van 220 °C gedurende 2 s en bij een sealdruk van 1 Nmm<sup>-2</sup>. Drie lagen kunnen worden onderscheiden, namelijk de PET-laag (16,27 µm), de seallaag (PP) met dikte 148,28 µm en ten slotte de PA-laag met dikte 57,38 µm. Figuur 31B is de microscopische weergave van PET/PP Burst bij dezelfde sealparameters, deze geeft een indicatie dat 220 °C een te hoge sealtemperatuur is. De seallaag die normaal gesproken 160 µm dik moet zijn, heeft hier slechts een dikte van 60 µm. Vermoedelijk vindt er oververhitting plaats bij deze hoge sealtemperatuur, waardoor de seallaag wordt weggeduwd [20]. Meerdere doorsneden zouden een completer beeld geven van de manier waarop de seallaag wordt weggeduwd. Bij beide materiaalcombinaties was het faalmechanisme breuk. De overige microscopische weergaves van alle runs worden weergegeven in de bijlagen in Figuur 40 en Figuur 41.



Figuur 31: Microscopische weergave van het gesealde staal (run 6) van PT/PP Cohesive (A) en PET/PP Burst (B)

De ongewenste faalmechanismen voor PET/PP Cohesive en Burst worden gedemonstreerd op de foto's in Figuur 32. Figuur 32A toont de combinatie van cohesief en breuk (geseald bij 200 °C, 2,5 s en 2,5 Nmm<sup>2</sup>). Figuur 32B is geseald bij temperatuur 220°C voor 2 s en 1 Nmm<sup>2</sup> en vertoonde ook de combinatie cohesief peelen en breuk. Breuk kwam voor bij run 5 (Figuur 32C) en run 12 (Figuur 32D). Breuk is zeker geen gewenst peel gedrag. PET/PP Burst vertoonde ook ongewenste faalmechanismes, namelijk breuk en combinatie. De combinatie cohesief peelen en delaminatie wordt weergegeven in

Figuur 32E en is geseald bij 200 °C voor 2,5 s en bij een druk van 2,5 Nmm<sup>2</sup>. Run 9 waar een combinatie van cohesief peelen en breuk plaatsvond, wordt getoond in Figuur 32F. Breuk wordt getoond in Figuur 32G-J.

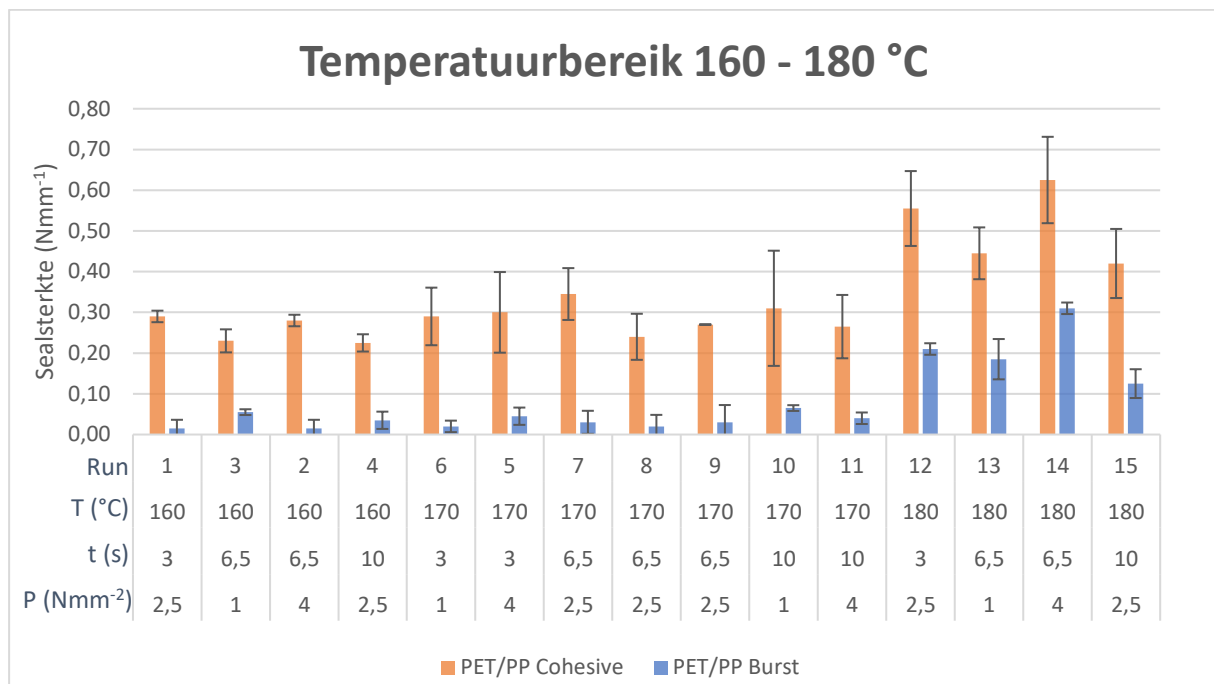


Figuur 32: PET/PP Cohesive combinatie run 3 (A) en run 15 (B), breuk run 6 (C) en run 12 (D) PET/PP Burst combinatie run 5 (E) en run 9 (F), breuk run 6 (G), run 12 (H), 13 (I) en 15 (J)

## 5.2.2 Temperatuurbereik 160 – 180 °C

Vervolgens is besloten een 2<sup>de</sup> test uit te voeren bij lagere temperaturen en hogere sealtijden, aangezien zowel PET/PP Cohesive als Burst beiden ongewenste faalmechanismen (breuk) vertoonden bij 220 °C en er in dit lager temperatuurgebied vermoedelijk sprake is van *easy-to-open* volgens de definitie van Barry Morris (2016) [43]. Daarnaast wordt gekozen voor langere sealtijden omdat PET/PP Burst pas bij een sealtemperatuur van 170 °C in de sealcurve een seal begint te vormen, een langere sealtijd zou vermoedelijk een hogere grensvlaktemperatuur betekenen, waardoor de sealsterkte zou toenemen. Na het uitvoeren van de test werd echter duidelijk dat dit niet klopte. Een eerdere test bij Thermopeel bevestigde dit, deze test wordt uitgelegd in 2.2.2 (p. 30). De grensvlaktetemperatuur is gestabiliseerd bij 3 s, langer verwarmen geeft geen bijdrage aan de sealsterkte. Voor bedrijven is een hogere sealtijd echter ook niet meer relevant, desondanks worden de grenswaarden voor de sealtijd verschoven naar 3 tot 10 seconden en voor de sealdruk worden de grenswaarden gehandhaafd. Voor de sealtemperatuur is gekozen voor 160 °C als ondergrens en 180 °C als bovengrens. Op deze manier kan er een goed beeld verkregen worden binnen welke temperaturen de beste peelperformantie wordt bekomen.

In Bijlage D (Tabel 13) worden alle gegevens van de gemiddelde sealsterkte, de maximale sealsterkte, de peelenergie en het faalmechanisme weergegeven voor de verschillende runs. De gemiddelde resultaten voor de gemiddelde sealsterkte en de standaarddeviatie van zowel PET/PP Cohesive als Burst, zijn voorgesteld in Figuur 33. De resultaten zijn gesorteerd volgens toenemende sealtemperatuur, sealtijd en sealdruk. Uit deze test bij lagere sealtemperatuur en langere sealtijd, kan geconcludeerd worden dat de bekomen sealsterktes erg laag zijn. Waardoor sommige runs bij zowel PET/PP Cohesive als Burst slechts adhesief peelen (A) wat niet de bedoeling is van deze concepten.



Figuur 33: Vergelijking van de gemiddelde sealsterkte (Nmm<sup>-1</sup>) voor PET/PP Cohesive en Burst bij het temperatuurbereik 160- 180 °C

Voor PET/PP Cohesive is dit geen gewenst peelgedrag aangezien een cohesieve peeling verwacht wordt. Hoewel deze waardes binnen het gebied 0,16 – 0,46 Nmm<sup>-1</sup> vallen, waardoor het volgens Morris (2016) onder de term *easy opening* valt [43]. De sealsterktes liggen ook onder de maximale sealsterkte van 1,21 Nmm<sup>-1</sup>, waardoor ze gemakkelijk te openen zijn voor volwassen consumenten. De

sealsterktes zijn echter zo laag dat zelfs kinderen vanaf 3 jaar de verpakking zouden kunnen openen, omdat ze een maximale kracht van  $0,29 \text{ Nmm}^{-1}$  zouden kunnen uitoefenen. PET/PP Cohesive vormt al bij  $160 \text{ }^\circ\text{C}$  een goede sluiting, wat overeenkomt met het smelttraject van het random copolymeer polypropyleen, namelijk tussen  $140 \text{ }^\circ\text{C}$  en  $150 \text{ }^\circ\text{C}$ . Maar de sealtemperatuur komt niet overeen met de grensvlaktetemperatuur, vermoedelijk ligt de grensvlaktetemperatuur rond  $140 \text{ }^\circ\text{C}$  bij een sealtemperatuur van  $180 \text{ }^\circ\text{C}$ , aangezien hier grote stijging in sealsterkte waar te nemen is bij een sealtemperatuur van  $180 \text{ }^\circ\text{C}$ .

PET/PP Burst daarentegen heeft beduidend lagere sealsterktes, waardoor sommige runs zelfs geen seal vertoonden. Opmerkelijk is dat PET/PP Burst slechts vanaf  $180 \text{ }^\circ\text{C}$  een seal begint te vertonen, wat ook overeenkomt met de vooraf bepaalde sealcurve. In deze curve begon PET/PP Burst pas bij  $170 \text{ }^\circ\text{C}$  een seal te vormen. Uit de eerder uitgevoerde testen voor het project Thermopeel (beschreven in alinea (2.2.2)) werd duidelijk dat bij een sealtemperatuur van  $170 \text{ }^\circ\text{C}$  de grensvlaktetemperatuur  $120 \text{ }^\circ\text{C}$  is. Uiteraard stijgt de grensvlaktetemperatuur met toenemende sealtemperatuur, wanneer de resultaten van de sealsterktes voor zowel het temperatuurbereik  $180 - 220 \text{ }^\circ\text{C}$  en  $160 - 180 \text{ }^\circ\text{C}$  van beide materiaalcombinaties wordt geanalyseerd kan worden geconcludeerd dat rond een sealtemperatuur van  $180 \text{ }^\circ\text{C} - 200 \text{ }^\circ\text{C}$  de grensvlaktetemperatuur ongeveer  $140 - 150 \text{ }^\circ\text{C}$  zal zijn, wat overeenkomt met de smelttemperatuur van het random copolymeer polypropyleen.

Uit deze figuur blijkt ook dat de sealtijd geen invloed heeft op de sealsterkte. Zo daalt de sealsterkte zelfs met toenemende sealtijd. Dit fenomeen is ook bij PET/PP Cohesive waar te nemen, bij sealtemperatuur  $160 \text{ }^\circ\text{C}$  is de sealsterkte namelijk lager bij 10 s dan bij 3 s. Dit wordt dan ook bevestigd wanneer binnen JMP® de significante parameters bepaald worden, voor de gemiddelde sealsterkte van PET/PP Cohesive is slechts enkel de sealtemperatuur en de sealtemperatuur in het kwadraat bepalend voor de sealsterkte.

Bijlage D (Tabel 14) geeft de significante parameters die door JMP® zijn bepaald voor de gemiddelde sealsterkte, de maximale sealsterkte en de sealenergie voor beide topfilms. Deze waarden kunnen ook ingevuld worden in de formule (4 – 4), waardoor het mogelijk wordt om een schatting te maken van de gemiddelde, maximale sealsterkte en sealenergie voor beide topfolies. Als voorbeeld wordt hieronder de formule voor het bepalen van de gemiddelde sealsterkte van PET/PP Cohesive weergegeven.

$$SS = 0,2886 + 0,1275 T + 0,0952 T^2 \quad (5 - 3)$$

Voor PET/PP Burst zijn er meerde significante parameters, waaronder ook de sealtemperatuur, de sealdruk, de sealtemperatuur vermenigvuldigd met de sealdruk, de sealtemperatuur in het kwadraat en tot slot de sealdruk in het kwadraat.

$$SS = 0,0192 + 0,0913 T + 0,0131 P + 0,0363 P \cdot T + 0,0826 T^2 + 0,0288 P^2 \quad (5 - 4)$$

Uit bovenstaande testen kan worden geconcludeerd dat  $220 \text{ }^\circ\text{C}$  een te hoge sealtemperatuur is voor zowel PET/PP Cohesive als Burst. Dit omdat er het ongewenst faalmechanisme, breuk optreedt. Uit de lagere temperatuurtest kan dan weer geconcludeerd worden dat  $160 \text{ }^\circ\text{C}$  een te lage sealtemperatuur is, aangezien PET/PP Cohesive hier adhesief peelt en PET/PP Burst nog geen seal vertoond. Testen bij hoge sealtijden worden ook vermeden omdat dit niet relevant is voor het industriële sealproces en omdat dit geen verbetering met zich meebrengt. Bijgevolg is besloten om met een verschillend temperatuurbereik verder te werken voor beide topfilms, deze worden weergegeven in Tabel 5.



Aangezien beide materialen gelijkende mechanische eigenschappen hebben, is het verschil in sealresultaten naar alle waarschijnlijkheid te wijten aan het verschillend peelgedrag.

Tabel 5: Grenswaarden voor PET/PP Cohesive en PET/PP Burst

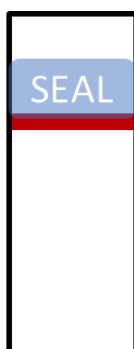
	PET/PP Cohesive	PET/PP Burst
Sealtemperatuur (°C)	175 - 210	185 - 210
Sealtijd (s)	1 - 3	1 - 3
Sealdruk (Nmm <sup>-2</sup> )	1,0 - 4,0	1,0 - 4,0

## 5.3 Evaluatie sealproces voor, tijdens en na hittebehandeling

### 5.3.1 PET/PP Cohesive

Tabel 6 toont de gemiddelde, maximale sealsterkte en sealenergie van PET/PP Cohesive voor, tijdens en na de hittebehandeling bij behandelingstemperaturen van 23, 95 en 121 °C.

Bij run 10 en run 11 is er telkens een hoge sealsterkte en standaardafwijking, deze hoge sealsterktes zijn een gevolg van de hoge behandelingstemperatuur (121 °C). De seal van de folie werd verstevigd doordat de warmte van de behandelingstemperatuur 121 °C ervoor zorgde dat de seal net onder de seal bijkomend werd geseald (in het rood weergegeven in Figuur 34). Bij run 11 zorgde de behandelingstemperatuur van 121 °C ervoor dat de seal tijdens de hittebehandeling loskwam. Verder valt op dat de sealsterkte toeneemt bij toenemende sealtemperatuur. Er kan worden geconcludeerd dat de stalen na de hittebehandeling een hogere sealsterkte vertonen dan de stalen tijdens de hittebehandeling. In het algemeen heeft de behandelingstemperatuur van 121 °C een negatieve invloed op de sealsterkte zowel tijdens als na de hittebehandeling. De gemiddelde sealsterkte van de stalen tijdens hittebehandeling bij 121 °C dalen tot 70 % ten opzichte van de stalen die geen hittebehandeling ondergaan. Na hittebehandeling (121 °C) is de sealsterkte niet gestegen. Bij een behandelingstemperatuur van 95 °C is dit in vergelijking met voor hittebehandeling een daling van 40 % tijdens hittebehandeling en een stijging van 30 % na hittebehandeling. De grootste afname van de sealsterkte is echter te zien tijdens de hittebehandeling. De afname van de sealsterkte tijdens de hittebehandeling is een logisch gevolg van het opwarmen van de seal, waardoor deze begint te smelten en makkelijker te peelen is. De stalen na hittebehandeling vertonen dezelfde sealsterkte of een lichte stijging hiervan. Dit is een positieve vaststelling, de folies zijn namelijk speciaal ontwikkeld voor sterilisatietoepassingen waardoor ze hittebestendig zijn.



Figuur 34: Voorstelling van de plaats waar het staal extra geseald werd door de behandelingstemperatuur

Tabel 6: Experimenteel ontwerp met parameters (sealtemperatuur, sealtijd, sealdruk en behandelingstemperatuur) en de resultaten (gemiddelde sealsterkte, maximale sealsterkte en sealenergie) voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Cohesive  
(C = cohesieve peel, A = adhesieve peel, T = breuk, Co = combinatie, GS = geen seal, GA = geseald door warmte)

	T (°C)	t (s)	P (Nmm <sup>-2</sup> )	T <sub>beh</sub> (°C)	Tijdens hittebehandeling				Na hittebehandeling			
					Gem (Nmm <sup>-1</sup> )	Max (Nmm <sup>-1</sup> )	Energie (J)	Faal	Gem (Nmm <sup>-1</sup> )	Max (Nmm <sup>-1</sup> )	Energie (J)	Faal
1	192,5	2,0	2,5	23	0,95	1,00	0,2408	C	0,95	1,00	0,2408	C
					0,84	0,92	0,2148	C	0,84	0,92	0,2148	C
2	210,0	1,0	4,0	95	0,68	0,82	0,2296	C	1,02	1,32	0,2771	C
					0,40	0,70	0,3479	Co	1,01	1,06	0,2674	C
3	192,5	1,0	1,0	95	0,28	0,36	0,0559	C	0,56	0,79	0,1463	Co
					0,24	0,30	0,0495	C	0,48	0,69	0,1320	C
4	210,0	3,0	1,0	121	0,27	0,51	0,2611	Co	1,24	1,42	0,4342	C
					0,46	0,61	0,4797	Co	1,29	1,38	0,3698	C
5	192,5	2,0	2,5	121	0,16	0,22	0,0453	C	0,89	0,93	0,2531	C
					0,15	0,20	0,0400	Co	0,78	0,95	0,2351	C
6	175,0	3,0	4,0	23	0,45	0,48	0,1103	C	0,45	0,48	0,1103	C
					0,22	0,32	0,0595	C	0,22	0,32	0,0595	C
7	210,0	2,0	1,0	95	1,06	1,14	0,5174	Co	1,16	1,47	0,3461	C
					1,01	1,24	0,5306	Co	1,32	1,54	0,3461	C
8	210,0	3,0	2,5	95	0,69	1,08	0,7986	Co	1,61	1,70	0,4148	Co
					0,88	1,00	0,5466	Co	1,52	1,69	0,4874	Co
9	192,5	3,0	4,0	121	0,17	0,21	0,0451	C	0,98	1,01	0,2749	C
					0,10	0,18	0,0266	C	1,01	1,09	0,2826	C
10	175,0	1,0	4,0	121	0,25	0,28	0,0660	C	0,60	0,65	0,1733	C
					0,32	0,42	0,1222	Co	1,97	2,02	1,1738	GA
11	175,0	3,0	2,5	121	0,01	0,02	0,0009	GS	0,85	1,11	0,3552	GA
					0,05	0,06	0,0110	A	2,12	2,44	0,2516	T + GA
12	175,0	3,0	1,0	95	0,12	0,17	0,0309	C	0,28	0,37	0,0647	C
					0,05	0,09	0,0128	C	0,40	0,59	0,0928	C
13	175,0	1,0	1,0	23	0,33	0,38	0,0752	C	0,33	0,38	0,0752	C
					0,28	0,33	0,0671	C	0,28	0,33	0,0671	C
14	210,0	1,0	1,0	23	1,03	1,12	0,2686	C	1,03	1,12	0,2686	C
					1,07	1,26	0,2766	C	1,07	1,26	0,2766	C
15	175,0	1,0	2,5	95	0,04	0,09	0,0097	C	0,40	0,45	0,0908	C
					0,07	0,14	0,0259	C	0,40	0,44	0,0786	Co
16	192,5	3,0	1,0	23	0,83	0,90	0,2201	C	0,83	0,90	0,2201	C
					0,86	1,01	0,2262	C	0,86	1,01	0,2262	C
17	192,5	1,0	4,0	23	0,61	0,74	0,1447	C	0,61	0,74	0,1447	C
					0,76	0,79	0,1885	C	0,76	0,79	0,1885	C
18	210,0	1,0	2,5	121	0,41	0,49	0,2797	Co	1,15	1,31	0,3134	C
					0,36	0,47	0,3667	Co	1,16	1,31	0,3234	C
19	181,3	1,3	1,0	121	0,13	0,17	0,0308	C	0,45	0,51	0,1268	C
					0,08	0,09	0,0197	C	0,55	0,64	0,1398	C
20	192,5	2,0	2,5	23	0,88	0,93	0,2198	C	0,88	0,93	0,2198	C
					0,92	0,97	0,2360	C	0,92	0,97	0,2360	C
21	210,0	2,0	4,0	121	0,35	0,58	0,4297	Co	1,41	1,77	0,4499	Co
					0,51	0,64	0,3992	Co	1,37	1,70	0,4533	Co
22	210,0	3,0	4,0	23	1,36	1,60	0,4296	Co	1,36	1,60	0,4296	Co
					1,08	1,73	0,4265	Co	1,08	1,73	0,4265	Co
23	192,5	3,0	4,0	95	0,42	0,51	0,1132	Co	0,94	1,00	0,2478	C
					0,43	0,52	0,1149	C	0,37	0,45	0,0962	C
24	175,0	2,0	4,0	95	0,05	0,07	0,0106	C	0,36	0,46	0,0913	C
					0,05	0,08	0,0114	C	0,21	0,38	0,0592	Co

Tabel 7 bevat de significante parameters voor PET/PP Cohesive voor, tijdens en na hittebehandeling. Bij het bepalen van de significante parameters binnen JMP® kan, naar verwachting, worden geconcludeerd dat de sealtijd zelf, binnen de beschouwde grenzen, niet significant is in het proces tijdens hittebehandeling. In combinatie met de sealtemperatuur is de sealtijd echter wel significant.



Waardoor binnen het model wel rekening wordt gehouden met de sealtijd, dit geldt ook voor de sealdruk. De behandelingstemperaturen 23 en 95 °C zijn zeer significant, terwijl dat bij 121 °C niet het geval is. Dit wil echter niet zeggen dat de behandelingstemperatuur van 121 °C geen effect heeft op de sealsterkte, dit is duidelijk wel het geval. De mate waarin de behandelingstemperatuur 121 °C een effect heeft zal niet significant zijn maar eerder een trend.

Tenslotte wordt op basis van dit model de gemiddelde en maximale sealsterkte geoptimaliseerd naar 1 Nmm<sup>-1</sup>, terwijl de sealenergie wordt gemaximaliseerd. Een optimale sealsterkte van 1 Nmm<sup>-1</sup> werd gekozen, aangezien het onderzoek van Fraunhofer (2011) aangeeft dat 95 % van de vrouwelijke consumenten een kracht kan uitoefenen van 1,21 Nmm<sup>-1</sup> op een tear tab [44]. De optimale sealparameters om de streefwaarde bij 23 °C te bekomen zijn voor PET/PP Cohesive is een sealtemperatuur van 197 °C voor 1 s, bij een druk van 1 Nmm<sup>-2</sup>.

Tabel 7: Significante parameters met hun waarden (V) en p-waarden (p-V) van de gemiddelde sealsterkte, de maximale sealsterkte en de sealenergie voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Cohesive

	Tijdens hittebehandeling						Na hittebehandeling					
	Gem (Nmm <sup>-1</sup> )		Max (Nmm <sup>-1</sup> )		Energie (J)		Gem (Nmm <sup>-1</sup> )		Max (Nmm <sup>-1</sup> )		Energie (J)	
	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V
Intercept	-2,8129	<0,0001	-3,8562	<0,0001	-1,9123	<0,0001	-2,8815	<0,0001	-3,5427	<0,0001	-0,9436	0,0033
T	0,0171	<0,0001	0,0223	<0,0001	0,0105	<0,0001	0,0179	<0,0001	0,0215	<0,0001	0,0054	0,0008
t	0,0969	0,1202	0,1753	0,0004	0,1133	0,0026*	0,3528	0,0372	0,4301	0,0196	0,0566	0,4891
P	-0,0083	0,5085	0,0045	0,6232	-0,0032	0,6583	0,0256	0,4461	0,0297	0,4115	0,0249	0,1428
T <sub>behl</sub> [23]	0,3265	<0,0001	0,3543	<0,0001	0,0438	0,0017	-0,0384	0,5259	-0,0411	0,5287	-0,0175	0,5617
T <sub>behl</sub> [95]	-0,0691	0,0034	-0,0688	0,0001	0,0095	0,4486	-0,1375	0,0247	-0,1410	0,0319	-0,0593	0,0496
T <sub>behl</sub> [121]	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
(T - 192,763) <sup>2</sup>	0,0001	0,2512	0,0003	0,0003	0,0004	<,0001	0,0007	0,0371	0,0009	0,0068	0,0003	0,1026
c	0,0092	0,0314	0,0170	<0,0001	0,0106	<,0001	0,0101	0,3573	0,0083	0,4846	0,0120	0,0343
(t - 0,7043) <sup>2</sup>	-1,1935	0,0070	-0,9138	0,0048	-0,3937	0,1041	0,2321	0,8348	-0,2567	0,8306	0,1149	0,8361
(t - 0,7043).(P - 2,563)	-0,0712	0,1327	-0,0666	0,0561	-0,0585	0,0332	-0,2052	0,1060	-0,1675	0,2169	-0,1029	0,1042
(P - 2,563) <sup>2</sup>	-0,0057	0,7159	0,0005	0,9614	-0,0207	0,0249	-0,0946	0,0285	-0,0819	0,0748	-0,0056	0,7867
(T - 192,763).T <sub>behl</sub> [23]	0,0063	0,0006	0,0079	<,0001	-0,0025	0,0126	0,0057	0,2015	0,0090	0,0668	0,0025	0,2577
(T - 192,763).T <sub>behl</sub> [95]	0,0036	0,0202	0,0034	0,0039	0,0034	0,0003	0,0091	0,0294	0,0080	0,0711	0,0027	0,1891
(T - 192,763).T <sub>behl</sub> [121]	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
(t - 0,7043).T <sub>behl</sub> [23]	0,1076	0,2236	0,1923	0,0046	0,0001	0,9980	-0,1444	0,5374	-0,0656	0,7944	0,0587	0,6148
(t - 0,7043).T <sub>behl</sub> [95]	0,1353	0,1178	0,0839	0,1801	0,1321	0,0097	-0,0138	0,9515	-0,1489	0,5435	0,0554	0,6250
(t - 0,7043).T <sub>behl</sub> [121]	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
(P - 2,563).T <sub>behl</sub> [23]	-0,0027	0,8774	0,0070	0,5867	0,0050	0,6189	-0,0483	0,3090	-0,0290	0,5682	-0,0213	0,3668
(P - 2,563).T <sub>behl</sub> [95]	-0,0333	0,0590	-0,0380	0,0043	-0,0202	0,0447	-0,0544	0,2396	-0,0840	0,0957	-0,0309	0,1813
(P - 2,563).T <sub>behl</sub> [121]	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

### 5.3.2 PET/PP Burst

Tabel 8 bevat de gemiddelde, maximale sealsterkte en sealenergie van PET/PP Burst voor, tijdens en na de hittebehandeling bij behandelingstemperaturen van 23, 95 en 121 °C. Dezelfde trend is ook hier zichtbaar: bij stijgende sealtemperatuur neemt de sterkte van de seal toe. De staalsoorten na de hittebehandeling vertonen ook een hogere sealsterkte dan de staalsoorten tijdens de hittebehandeling en de gemiddelde sealsterkte neemt toe tot 1,23 Nmm<sup>-1</sup>. Zowel bij de behandelingstemperaturen 95 als 121 °C wordt er een stijging van 10 % opgemerkt bij de gemiddelde sealsterkte ten opzichte van de sealsterkte van de stalen bij 23 °C. Ook bij PET/PP Burst is de sealsterkte tijdens de hittebehandeling lager dan na de hittebehandeling, de behandelingstemperatuur 121 °C zorgt namelijk voor een daling van 55 % in de sealsterkte, terwijl 95 °C voor een daling van 70 % zorgt. De afname van de sealsterkte tijdens de hittebehandeling is ook hier een gevolg van het opwarmen van de seal, waardoor deze begint te smelten en makkelijker te peelen is. Wanneer de sealsterktes na hittebehandeling vergeleken worden met de sealsterkte voor hittebehandeling, liggen deze over het algemeen gelijk. Ook PET/PP Burst is dus hittebestendig, waardoor de folie geschikt is voor hittebehandeling. De sealsterkte tijdens een hittebehandeling van 121 °C ligt 60 % lager dan de sealsterkte na een hittebehandeling van 121 °C, dit verschil is groter bij een hittebehandeling van 95 °C, namelijk 75 %.

Tabel 8: Experimenteel ontwerp met parameters (sealtemperatuur, sealtijd, sealdruk en behandelingstemperatuur) en de resultaten (gemiddelde sealsterkte, maximale sealsterkte en sealenergie) voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Burst  
(C = cohesieve peel, A = adhesieve peel, T = breuk, Co = combinatie, GS = geen seal)

	T (°C)	t (s)	P (Nmm <sup>-2</sup> )	T <sub>beh</sub> (°C)	Tijdens hittebehandeling				Na hittebehandeling			
					Gem (Nmm <sup>-1</sup> )	Max (Nmm <sup>-1</sup> )	Energie (J)	Faal	Gem (Nmm <sup>-1</sup> )	Max (Nmm <sup>-1</sup> )	Energie (J)	Faal
1	197,5	2	2,5	23	0,52	0,68	0,1338	C	0,52	0,68	0,1338	C
					0,45	0,58	0,1135	C	0,45	0,58	0,1135	C
2	210	1	4	95	0,64	0,77	0,2999	Co	1,04	1,14	0,2969	C
					0,72	0,84	0,3590	Co	0,99	1,09	0,2891	C
3	197,5	1	1	95	0,04	0,06	0,0069	C	0,42	0,58	0,1041	C
					0,05	0,29	0,0429	C	0,22	0,29	0,0525	C
4	210	3	1	121	0,49	0,97	0,7726	Co	1,18	1,40	0,3381	C
					0,49	0,97	0,7726	Co	1,23	1,39	0,3347	C
5	197,5	2	2,5	121	0,48	0,57	0,1366	Co	0,63	0,77	0,1590	C
					0,21	0,24	0,0574	C	0,64	0,74	0,1658	C
6	185	3	4	23	0,16	0,19	0,0358	C	0,16	0,19	0,0358	C
					0,28	0,31	0,0665	C	0,28	0,31	0,0665	C
7	210	2	1	95	0,80	0,86	0,3919	Co	1,18	1,30	0,3471	C
					0,86	0,94	0,3665	Co	1,13	1,47	0,3091	C
8	210	3	2,5	95	0,13	1,15	0,0887	T	1,21	1,40	0,3390	C
					0,48	0,87	0,1693	Co	1,23	1,50	0,3568	C
9	197,5	3	4	121	0,36	0,49	0,1064	C	0,78	1,03	0,1853	C
					0,13	0,31	0,0487	C	0,64	0,79	0,1739	C
10	185	1	4	121	0,02	0,04	0,0074	GS	0,32	0,39	0,0757	C
					0,02	0,03	0,0071	A	0,24	0,32	0,0469	C
11	185	3	2,5	121	0,05	0,07	0,0161	A	0,31	0,41	0,0693	C
					0,05	0,06	0,0104	A	0,34	0,39	0,0837	C
12	185	3	1	95	0,04	0,08	0,0095	C	0,30	0,42	0,0705	C
					0,03	0,05	0,0050	C	0,24	0,33	0,0588	C
13	185	1	1	23	0,04	0,06	0,0090	C	0,04	0,06	0,0090	C
					0,04	0,06	0,0096	C	0,04	0,06	0,0096	C
14	210	1	1	23	0,86	1,00	0,1989	C	0,86	1,00	0,1989	C
					0,98	1,28	0,2730	C	0,98	1,28	0,2730	C
15	185	1	2,5	95	0,01	0,04	0,0037	GS	0,20	0,38	0,0471	C
					0,03	0,05	0,0083	A	0,27	0,32	0,0548	C
16	197,5	3	1	23	0,40	0,46	0,0869	C	0,40	0,46	0,0869	C
					0,47	0,53	0,1191	C	0,47	0,53	0,1191	C
17	197,5	1	4	23	0,64	0,76	0,1549	C	0,64	0,76	0,1549	C
					0,82	0,96	0,2099	C	0,82	0,96	0,2099	C
18	210	1	2,5	121	0,55	0,78	0,3522	Co	1,04	1,43	0,2930	C
					0,44	0,62	0,3252	Co	1,05	1,32	0,2888	C
19	189,5	1,34	1	121	0,06	0,09	0,0153	A	0,34	0,40	0,0757	C
					0,05	0,07	0,0114	A	0,15	0,31	0,0408	C
20	197,5	2	2,5	23	0,42	0,74	0,1375	C	0,42	0,74	0,1375	C
					0,42	0,68	0,1206	C	0,42	0,68	0,1206	C
21	210	2	4	121	0,49	1,00	0,2381	Co	1,05	1,38	0,3146	C
					0,58	1,17	0,5785	Co	1,04	1,41	0,3183	Co
22	210	3	4	23	1,13	1,43	0,3573	Co	1,13	1,43	0,3573	Co
					1,02	1,46	0,3878	Co	1,02	1,46	0,3878	Co
23	197,5	3	4	95	0,57	0,76	0,1948	Co	0,94	1,10	0,2621	C
					0,50	0,68	0,1542	C	0,68	0,99	0,1908	C
24	185	2	4	95	0,03	0,06	0,0075	C	0,27	0,35	0,0731	C
					0,06	0,10	0,0136	C	0,32	0,37	0,0787	C

Bij het bepalen van de significante parameters is ook hier de behandelingstemperatuur van 121 °C niet significant. De significante parameters, samen met hun waarde worden weergegeven in Tabel 9. Tenslotte wordt ook hier de gemiddelde en maximale sealsterkte geoptimaliseerd naar 1 Nmm<sup>-1</sup> en de sealenergie gemaximaliseerd. De optimale sealparameters om de streefwaarde bij 23 °C te bekomen zijn voor PET/PP Burst is een sealtemperatuur van 210 °C voor 3 s, bij een druk van 1 Nmm<sup>-2</sup>.

Tabel 9: Significante parameters met hun waarden (V) en p-waarden (p-V) van de gemiddelde sealsterkte, de maximale sealsterkte en de sealenergie voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Burst

	Tijdens hittebehandeling						Na hittebehandeling					
	Gem (Nmm <sup>-1</sup> )		Max (Nmm <sup>-1</sup> )		Energie (J)		Gem (Nmm <sup>-1</sup> )		Max (Nmm <sup>-1</sup> )		Energie (J)	
	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V
Intercept	-4,8345	<0,0001	-7,3826	<0,0001	-2,7077	<0,0001	-6,4171	<0,0001	-7,8554	<0,0001	-2,0231	<0,0001
T	0,0255	<0,0001	0,0385	<0,0001	0,0139	<0,0001	0,0343	<0,0001	0,0422	<0,0001	0,0106	<0,0001
t	-0,0022	0,9275	0,0564	0,0062	0,0192	0,1774	0,0552	0,0012	0,0638	0,0011	0,0200	<0,0001
P	0,0445	0,0120	0,0626	<0,0001	-0,0005	0,9571	0,0449	0,0002	0,0582	<0,0001	0,0161	<0,0001
T <sub>behl</sub> [23]	0,1714	<0,0001	0,1748	<0,0001	0,0029	0,8669	-0,0636	0,0021	-0,0676	0,0040	-0,0131	0,0153
T <sub>behl</sub> [95]	-0,0683	0,0263	-0,0701	0,0046	-0,0459	0,0096	0,0331	0,0839	0,0247	0,2533	0,0089	0,0844
T <sub>behl</sub> [121]	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
(T - 197,688) <sup>2</sup>	0,0001	0,7585	0,0004	0,0755	0,0005	0,0088	0,0005	0,0080	0,0005	0,0157	0,0002	<0,0001
(T - 197,688).(t - 2,0142)	-0,0031	0,1799	0,0037	0,0507	0,0020	0,1413	0,0016	0,2736	0,0026	0,1246	0,0011	0,0092
(t - 2,0142) <sup>2</sup>	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
(t - 2,0142).(P - 2,5625)	-0,0094	0,6188	-0,0045	0,7580	-0,0302	0,0075	-0,0196	0,1070	0,0013	0,9223	-0,0020	0,5381
(P - 2,5625) <sup>2</sup>	0,0357	0,0876	0,0054	0,7390	0,0311	0,0110	-0,0005	0,9705	-0,0177	0,2374	-0,0001	0,9788
(T - 197,688).T <sub>behl</sub> [23]	0,0092	0,0056	0,0072	0,0055	-0,0027	0,1308	0,0007	0,7407	0,0035	0,1267	0,0005	0,3721
(T - 197,688).T <sub>behl</sub> [95]	-0,0026	0,3504	-0,0046	0,0438	-0,0028	0,0836	0,0005	0,7847	-0,0038	0,0716	-0,0001	0,8088
(T - 197,688).T <sub>behl</sub> [121]	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
(t - 2,0142).T <sub>behl</sub> [23]	-0,0308	0,3842	-0,0854	0,0039	-0,0182	0,3646	-0,0880	0,0004	-0,0926	0,0009	-0,0175	0,0062
(t - 2,0142).T <sub>behl</sub> [95]	0,0227	0,5073	0,0724	0,0106	-0,0290	0,1426	0,0655	0,0046	0,0984	0,0004	0,0162	0,0086
(t - 2,0142).T <sub>behl</sub> [121]	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
(P - 2,5625).T <sub>behl</sub> [23]	0,0370	0,1254	0,0401	0,0372	0,0321	0,0222	0,0319	0,0399	0,0416	0,0203	0,0120	0,0054
(P - 2,5625).T <sub>behl</sub> [95]	-0,0012	0,9573	-0,0103	0,5703	0,0154	0,2429	-0,0036	0,8076	-0,0243	0,1519	-0,0023	0,5544
(P - 2,5625).T <sub>behl</sub> [121]	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

## 5.4 Optimum

Vervolgens zijn er 25 stalen gemaakt voor zowel PET/PP Cohesive als Burst ter validatie van het voorspelde optimum bij de desbetreffende optimale setting. Telkens vijf seals zijn getest bij 95°C en 121°C voor en na behandeling. Tot slot zijn ook 5 seals getest bij 23 °C.

Figuur 35 toont de gemeten en voorspelde gemiddelde en maximale sealsterkte voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Cohesive en PET/PP Burst, waarbij de foutbalken een betrouwbaarheidsinterval van 95 % voorstellen. In blauw worden de gemeten waarde tijdens de sealtest voorgesteld en in grijs de voorspelde waarde binnen JMP®.

Bij **PET/PP Cohesive** is de gemiddelde sealsterkte gelijk aan de voorspelde waarde bij 23 °C de optimale sealsterkte van 1 Nmm<sup>-1</sup>. Wanneer deze de peelttest ondergaat is de verkregen gemiddelde sealsterkte 0,9 Nmm<sup>-1</sup>. Wanneer de stalen een hittebehandeling van 95 °C ondergaan daalt de sealsterkte tijdens het proces met 50 % t.o.v. de stalen zonder hittebehandeling, terwijl voorspeld was dat dit maar met 35 % zou dalen. Tijdens het hitteproces met een behandelingstemperatuur van 121 °C wordt een daling van 85 % in sealsterkte verwacht t.o.v. wanneer het staal geen hittebehandeling ondergaat. Uit eindelijk wordt er slechts een daling van 70 % gemeten ten opzichte van geen hittebehandeling. Wanneer de sealsterkte vergeleken wordt met het proces na hittebehandeling wordt direct duidelijk dat de sealsterktes hier niet enkel hoger verwacht worden, maar ook hoger zijn. De gemeten waarde komen hier goed overeen met de voorspelde waarde en zijn nagenoeg gelijk aan de sealsterkte bij 23 °C. Bij de maximale sealsterkte wordt een sealsterkte verwacht van 1,15 Nmm<sup>-1</sup> en er wordt een lagere sealsterkte bekomen van 1 Nmm<sup>-1</sup>. Terwijl de waardes na hittebehandeling weer nagenoeg wel gelijk zijn aan de voorspelde waardes, ook deze waardes komen overeen met de sealsterkte bij 23 °C.

Het proces is ook gevalideerd, dit door middel van een betrouwbaarheidsinterval van 95 % te berekenen op het gemiddelde van de gemeten sealsterktes. Het betrouwbaarheidsinterval wordt ook weergegeven op de figuur. Zowel de gemiddelde als de maximale voorspelde sealsterkte van PET/PP Cohesive voor hittebehandeling valt buiten dit betrouwbaarheidsinterval. De sealsterktes tijdens hittebehandeling is lager dan de sealsterkte voor en na hittebehandeling. Bij de behandelingstemperatuur 95 °C liggen zowel de gemiddelde als de maximale voorspelde sealsterktes buiten het betrouwbaarheidsinterval, bij de behandelingstemperatuur 121 °C liggen de sealsterktes wel binnen het bereik. Vermoedelijk zijn deze afwijking het gevolg van efficiënt testen, door het uitvoeren van meerdere testen of het testen van een andere DOE zou dit proces in grotere mate kunnen worden geoptimaliseerd. Deze methode laat echter, met een beperkt aantal testen, een snelle evaluatie van het peelgedrag toe en toont een representatieve trend in de sealsterkte bij verschillende behandelingstemperaturen.

Voor **PET/PP Burst** is ook de optimale sealsterkte bij 23 °C ingesteld op 1 Nmm<sup>-1</sup>, echter de gemiddelde sealsterkte voor PET/PP Burst ligt hier onder en de maximale sealsterkte ligt boven deze waarde. Dit heeft te maken met het peelgedrag, doordat eerst een laag wordt doorbroken, wordt de maximale sealsterkte hoger, vervolgens wordt onder het oppervlak gepeeld en is de noodzakelijke kracht lager en bijgevolg de sealsterkte dus ook. De gemeten sealsterkte voor de hittebehandeling is echter gemiddeld 30 % hoger dan de voorspelde waarde. De behandelingstemperatuur 95 °C tot 121 °C resulteert in een ongeveer halvering van de sealsterkte tijdens het proces, terwijl na het proces de sealsterkte met 20 % toeneemt na de invloed van de behandelingstemperatuur 121 °C. De behandelingstemperatuur 95 °C had geen invloed op de sterkte van de afdichting. Bij de maximale sealsterkte wordt een sealsterkte van 1,18 Nmm<sup>-1</sup> verwacht en een sealsterkte van 1,54 Nmm<sup>-1</sup> bekomen, m.a.w. een toename van 30 %. De voorspelde waarde tijdens de hittebehandeling (95°C) komt overeen met de waarde die wordt verkregen bij een behandelingstemperatuur van 95 °C. De maximale sealsterktes die na de hittebehandeling wordt verkregen, komen overeen met de sealsterkte die vóór de hittebehandeling wordt verkregen. Toch bestaat er een klein verschil tussen de voorspelde en de gemeten waarde.

Ook voor PET/PP Burst is het proces gevalideerd, hier liggen de gemiddelde en maximale sealsterktes voor hittebehandeling wel binnen het betrouwbaarheidsinterval. De gemiddelde voorspelde sealsterkte tijdens hittebehandeling 95 °C ligt niet binnen dit bereik, de maximale sealsterkte wel. Bij de behandelingstemperatuur 121 °C liggen ze wel binnen het bereik. Voor de waardes na hittebehandeling is dit hetzelfde.

Beide folies zijn ook voor, tijdens en na hittebehandeling microscopisch onderzocht, deze worden weergegeven in Figuur 42 en Figuur 43 in Bijlage E. Door de stalen microscopisch te onderzoeken wordt duidelijk dat er niets bijzonders te bemerken valt.

Hoewel eerder onderzoek naar het effect van een hittebehandeling heeft aangetoond dat het een negatief effect heeft op de sealsterkte, toont dit onderzoek aan dat een hittebehandeling geen effect heeft op deze folies. Dit is een positieve bevinding aangezien deze folies speciaal ontworpen zijn voor de hittebehandeling. Rabeh *et al.* (2015) kwam tot de conclusie dat een hittebehandeling van 121 °C gedurende 60 minuten zorgde voor een daling tot wel 50 % op de maximale sealsterkte van een peelbare PP-topfolie [1]. Terwijl bij PET/PP Cohesive, de maximale sealsterkte quasi gelijk blijft na een hittebehandeling van 121 °C voor 15 minuten. Bij PET/PP Burst is een stijging van 20 % waargenomen. Ook in de voorbereidende test van Thermopeel (paragraaf 2.3.4), kan dezelfde conclusie getrokken worden bij een hittebehandeling van 121 °C gedurende 60 minuten. De maximale sealsterkte bij PET/PP Burst stijgt, terwijl de sealsterkte van PET/PP Cohesive gelijk blijft.

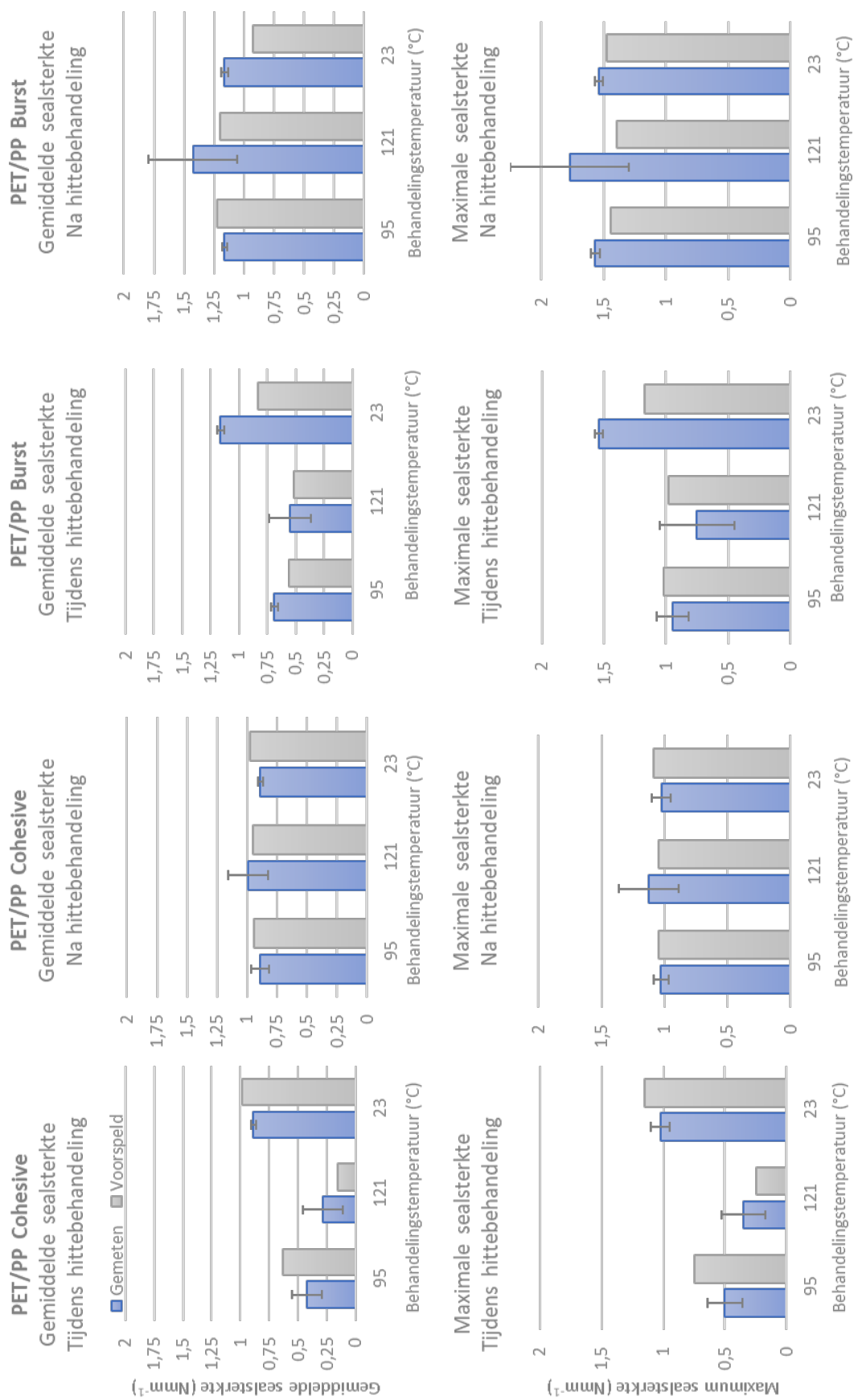
Vervolgens kan het effect op de verschillende topfilms met elkaar worden vergeleken. PET/PP Burst wordt minder beïnvloed door de behandelingstemperatuur tijdens het proces dan PET/PP Cohesive. Zo neemt de maximale sealsterkte slechts 1/3 af tijdens het proces in vergelijking met geen hittebehandeling. In het geval van PET/PP Cohesive neemt de maximale sealsterkte tijdens de hittebehandeling met 50% af ten opzichte van geen hittebehandeling. Bij PET/PP Burst is zowel de maximale als de gemiddelde sealsterkte na de behandeling licht gestegen, dit is niet het geval bij PET/PP Cohesive. De sealsterkte van PET/PP Cohesive is gelijk aan de sealsterkte voor de hittebehandeling. In het algemeen is PET/PP Burst dus beter bestand tegen falen tijdens de hittebehandeling, terwijl PET/PP Cohesive na de hittebehandeling niet moeilijker te openen is. Vervolgens wordt duidelijk dat de behandelingstemperatuur van 121 °C de meeste invloed heeft op beide folies, deze behandelingstemperatuur zorgt namelijk voor een grote spreiding in de sealsterkte bij zowel PET/PP Cohesive als Burst.

Bij PET/PP Burst verschilt de voorspelde waarde het meest van de verkregen waarde, dit heeft te maken met het peelgedrag van de folie. Bij PET/PP Burst is er sprake van een burst peeling, waarbij eerst een laag moet worden doorbroken om vervolgens cohesief onder het oppervlak te peelen. Het doorbreken van deze laag betekent dat een bepaalde kracht moet worden overbrugd voordat de seal kan worden gepeeld. De maximale sealsterkte van PET/PP Burst zal dus hoger zijn dan de gemiddelde sealsterkte. Dit zorgt voor meer veiligheid tijdens en na de warmtebehandeling, de seal zal moeilijker falen, waardoor deze folie een voordeel heeft ten opzichte van PET/PP Cohesive. Uiteraard mag deze hogere noodzakelijke kracht geen belemmering vormen bij het openen van de peelverpakking, zo mag de noodzakelijke openingskracht best niet hoger zijn dan de richtwaarde gesteld door Fraunhofer. Waarbij gesteld wordt dat consumenten een kracht van 1,21 Nmm<sup>-1</sup> kunnen uitoefenen op een peelverpakking. Bij PET/PP Burst komt de vereiste openingskracht overeen met een sealsterkte van ongeveer 1,5 Nmm<sup>-1</sup>. Hierdoor kan een barrière ontstaan voor consumenten, met name vrouwen. Het is mogelijk dat vrouwelijke consumenten deze verpakking niet kunnen openen omdat de veiligheidskracht niet kan worden overbrugd. Het principe van de veiligheidskracht is goed, maar er moet een evenwicht worden gevonden tussen de veiligheidskracht en het toch kunnen openen van de verpakking.

Daaruit kan worden geconcludeerd dat PET/PP Burst opnieuw moet worden geanalyseerd met een lagere optimale sealsterkte, waardoor nieuwe optimale sealparameters worden bekomen waarbij de peel wel geopend kan worden door consumenten. De nieuwe optimale sealparameters kunnen echter wel worden bepaald, maar als gevolg van de coronacrisis en de bijbehorende strenge lockdownmaatregelen konden deze tests echter niet uitgevoerd worden. Waardoor ook geen validatie is kunnen gebeuren van de nieuwe sealparameters. De seals van PET/PP Burst zijn nu geoptimaliseerd naar een sterkte van 0,75 Nmm<sup>-1</sup> bij maximale sealenergie. De bijbehorende optimale sealparameters waren een sealtemperatuur van 206 °C gedurende 1 s bij een druk van 4 Nmm<sup>-2</sup>. Tabel 10 toont de voorspelde sealsterktes bij de nieuwe optimale sealparameters. De maximale kracht die op de seals van PET/PP Burst moet worden uitgeoefend is nu 1,18 Nmm<sup>-1</sup> en kan dus door de consument worden geopend.

*Tabel 10: Voorspelde waarden van de gemiddelde en maximale sealsterkte en sealenergie van de nieuwe optimale sealparameters bij verschillende behandelingstemperaturen voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Burst*

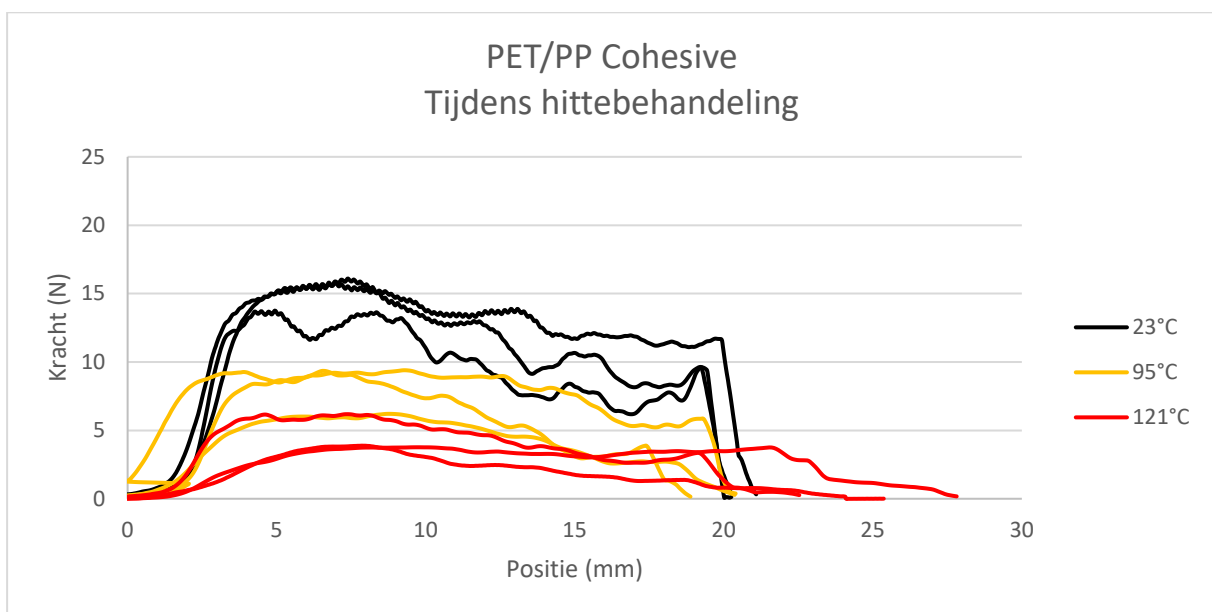
$T_{behl} (°C)$	TIJDENS HITTEBEHANDELING			NA HITTEBEHANDELING		
	Gem (Nmm <sup>-1</sup> )	Max (Nmm <sup>-1</sup> )	Energie (J)	Gem (Nmm <sup>-1</sup> )	Max (Nmm <sup>-1</sup> )	Energie (J)
23	0,67	0,89	0,27	0,69	0,85	0,20
95	0,45	0,79	0,24	0,99	1,18	0,27
121	0,43	0,74	0,56	0,98	1,12	0,26



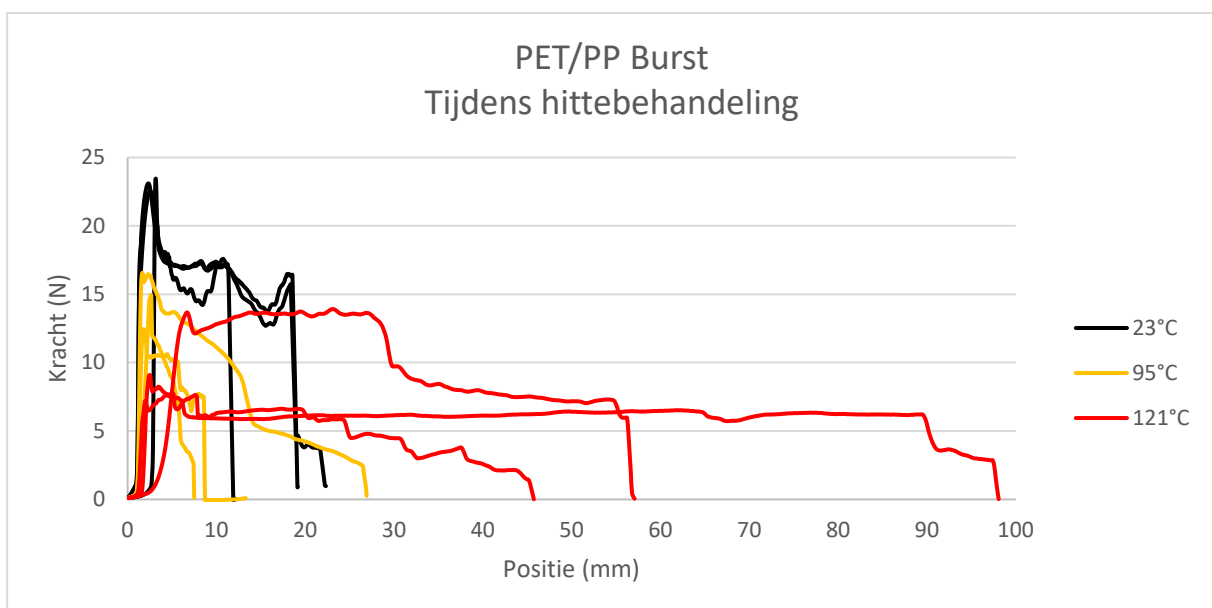
Figuur 35: De gemeten (blauw) en voorspelde (grijs) gemiddelde en maximale sealsterkte met 95 % betrouwbaarheidsinterval voor (23 °C), tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Cohesive en Burst bij de optimale sealparameters voor behandelingstemperaturen 95 en 121 °C (n = 5)

In onderstaande grafieken worden de trekcurves voor, tijdens en na hittebehandeling weergegeven. In Figuur 36 wordt de trekcurve van **PET/PP Cohesive** tijdens hittebehandeling (95 en 121 °C) vergeleken met de trekcurve voor hittebehandeling (zwart). De curves voor hittebehandeling vertonen een normaal verloop, gelijk aan het verloop in Figuur 29. Hierin is duidelijk waarneembaar dat dit cohesief falen is, vanwege het ontbreken van een piek aan het begin van het verloop. Ook de curves van 95 °C vertonen nagenoeg een gelijk verloop, al is de noodzakelijke kracht wel verminderd. De curves van 121 °C zijn sterk afgevlakt, hier is duidelijk dat slechts 1/3 van de oorspronkelijke kracht noodzakelijk is om deze stalen te peelen.

Voor **PET/PP Burst** (Figuur 37) zijn dezelfde conclusies te vinden, zo vertoont 23 °C het normale verloop, waar ook heel duidelijk wordt dat er een burst peeling gaande is. Zo vertoont de eerste piek het doorbreken van de laag om vervolgens onder de oppervlakte te peelen. De curves van 95 en 121 °C vertonen ongeveer hetzelfde verloop, hoewel het duidelijk is dat de temperatuur toch invloed heeft op de peel, doordat ook hier de benodigde kracht is gereduceerd.



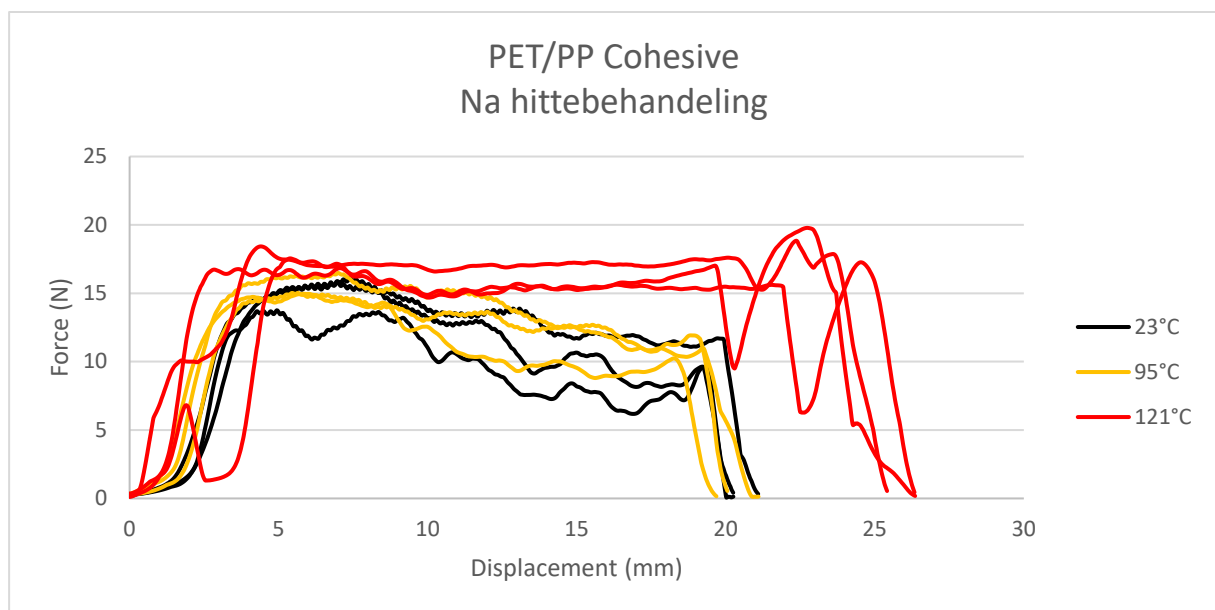
Figuur 36: Trekcurves tijdens hittebehandeling in vergelijking met voor hittebehandeling voor PET/PP Cohesive



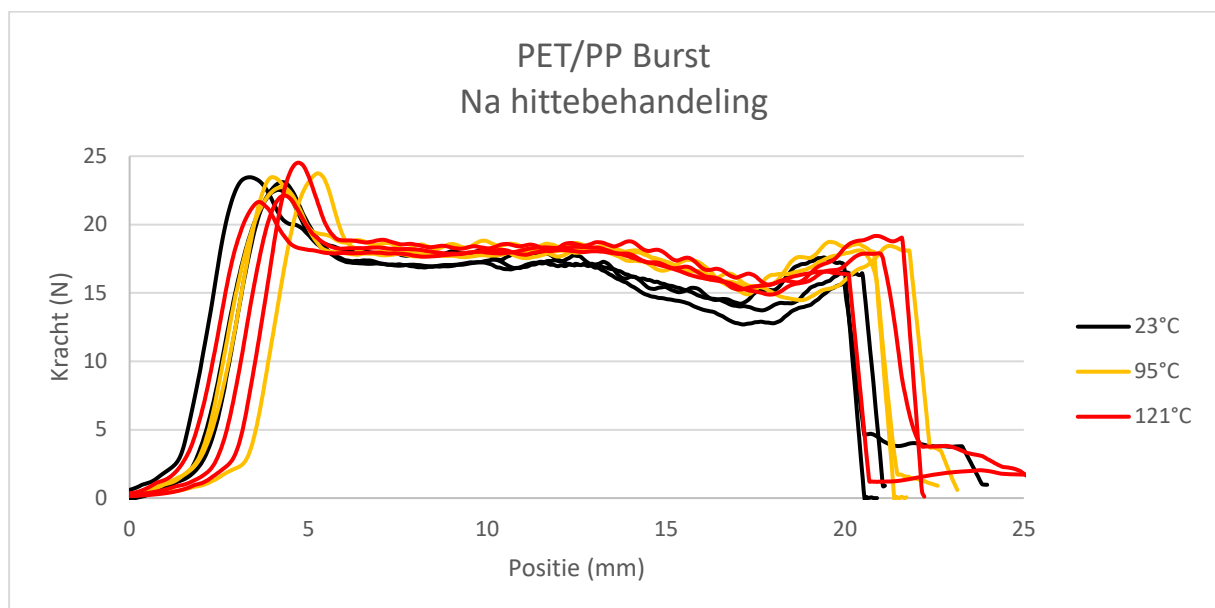
Figuur 37: Trekcurves tijdens hittebehandeling in vergelijking met voor hittebehandeling voor PET/PP Burst

Figuur 38 geeft de trekcurve voor **PET/PP Cohesive** na hittebehandeling (95 en 121 °C) en wordt vergeleken met de trekcurve voor hittebehandeling (zwart) weer. In deze curve wordt duidelijk dat de kracht nodig voor de seal te openen ongeveer gelijk is voor zowel 23, 95 als 121 °C. Er is voornamelijk bij 121 °C een lichte stijging in kracht waarneembaar.

Voor **PET/PP Burst** (Figuur 39) zijn dezelfde conclusies te bevinden, in deze figuur wordt heel duidelijk dat de behandelingstemperaturen geen invloed hebben op de sterkte van de seal. Kortom de folie wordt niet slechter door ze te onderwerpen aan een hevig sterilisatieproces. Dit onderzoek focust echter uitsluitend op het effect van de temperatuurbehandeling, maar het effect van vocht is ook belangrijk bij het steriliseren van verpakkingen. Verder onderzoek zou gericht kunnen zijn op de invloed van vocht op de peelbaarheid van een peelseal. Daarnaast kan ook de invloed van de combinatie van vocht en temperatuur worden onderzocht.



Figuur 38: Trekcurves na hittebehandeling in vergelijking met voor hittebehandeling voor PET/PP Cohesive



Figuur 39: Trekcurves na hittebehandeling in vergelijking met voor hittebehandeling voor PET/PP Burst





## 6 Besluit

In dit onderzoek is de invloed van hittebehandeling (pasteurisatie en sterilisatie) op de peelbaarheid van peelbare seals geëvalueerd. De materiaalcombinatie topfilm en bottomweb werd onderzocht voor 2 verschillende topfolies, namelijk PET/PP Cohesive, waar een cohesieve peeling werd verwacht, en PET/PP Burst, waar een delaminatiepeeling (burst peeling) werd verwacht. Op basis van de vooropgestelde doelstellingen (p. 18) worden hier de belangrijkste bevindingen toegelicht.

De eerste doelstelling omvatte inzicht krijgen in de peelperformantie van de geselecteerde materialen door middel van sealproeven bij verschillende sealtemperaturen en sealtijden onder standaard omstandigheden. Op basis van deze test werd geconcludeerd dat PET/PP Burst een hogere sealinitiatietemperatuur heeft dan PET/PP Cohesive. Deze testen hebben ook het verschil in peelgedrag aangetoond. Om een beter inzicht te krijgen in het verschil in peelgedrag van de folies zou een DSC in combinatie met ATR/FTIR nuttig zijn geweest. Door deze testen in combinatie uit te voeren, zou meer informatie zijn verkregen over de overgangstemperaturen van de verschillende folies en over hun samenstelling. De coronacrisis en de bijbehorende strenge *lockdown*-maatregelen lieten echter niet toe deze tests uit te voeren.

Vervolgens werden de individuele invloeden en mogelijke interacties van seal- en behandelingsparameters op de peelperformantie onderscheiden met behulp van een experimenteel ontwerp. Hiervoor zijn de sealtesten uitgevoerd binnen de vastgestelde grenzen van de sealparameters. De tests werden uitgevoerd voor zowel 23, 95 als 121 °C, deze behandelingstemperaturen werden gebruikt om het pasteurisatie- en sterilisatieproces te simuleren (waarbij 23 °C referentietemperatuur is). Op basis van de resultaten van deze sealtesten is een geschikt model opgesteld binnen JMP®. Dit model is gebruikt om de parameters te bepalen die van invloed zijn op de sterkte van de afdichting. Hierna kon door gebruik te maken van de *desirability* functie binnen JMP® de optimale sealsterkte ingesteld worden op 1 Nmm<sup>-1</sup>. De bijbehorende optimale sealparameters konden aansluitend worden bepaald voor zowel PET/PP Cohesive als Burst. Voor PET/PP Cohesive is een sealtemperatuur van 197 °C gedurende 1 s en bij een druk van 1 Nmm<sup>-2</sup> vereist. Voor PET/PP Burst is een hogere sealtemperatuur en sealtijd nodig om dezelfde sealsterkte te bereiken. Voor het verkrijgen van een optimale sealsterkte van 1 Nmm<sup>-1</sup> bij deze folie is een sealtemperatuur van 210 °C gedurende 3 s en bij een druk van 1 Nmm<sup>-2</sup> vereist. Hierop werd een validatieexperiment uitgevoerd door stalen te sealen met de optimale sealparameters en deze te onderzoeken bij hittebehandeling.

Door de resultaten van deze testen te analyseren, kon er een verband gedefinieerd worden tussen de peelperformantie en de invloed van temperatuurbehandeling. Als conclusie kwam hieruit dat de hittebehandeling op PET/PP Cohesive geen invloed had op de sealsterkte na het proces, de sealsterkte die na 95 en 121 °C wordt verkregen is nagenoeg gelijk aan de optimale 1 Nmm<sup>-1</sup> bij 23 °C. Bijgevolg zal de seal na de hittebehandeling niet falen en zal deze ook niet moeilijker te openen zijn. Tijdens de hittebehandeling hebben de behandelingstemperaturen echter een negatieve invloed op de sterkte van de afdichting waardoor de seal een grotere kans heeft op falen.

In het algemeen kan een gelijkaardige conclusie worden getrokken voor PET/PP Burst, nl. tijdens de hittebehandeling is de kans op falen groter. Na de hittebehandeling zal de seal enigszins worden versterkt en dus een hogere sealsterkte vertonen. Echter uit de validatie kon geconcludeerd worden dat de seals van PET/PP Burst niet meer geopend konden worden door consumenten. Bijgevolg is besloten de optimale sealsterkte te verlagen tot 0,75 Nmm<sup>-1</sup> voor PET/PP Burst. De bijbehorende optimale sealparameters werden aansluitend bepaald. Voor PET/PP Burst was een sealtemperatuur van 206 °C gedurende 1 s en bij een druk van 4 Nmm<sup>-2</sup> vereist voor deze optimale sealsterkte. Hierdoor zouden de consumenten de seal wel kunnen openen.

Als algemene conclusie kan gesteld worden dat beide folies niet slechter worden door ze te onderwerpen aan een hevig pasteurisatie- of sterilisatieproces, ze behouden beide hun sealsterkte. Tijdens het verhittingsproces zal de seal wel meer kans hebben om het te begeven. Bovendien zou het effect gelinkt moeten worden aan de chemische materiaalsamenstelling. Vanwege het niet kunnen uitvoeren van de DSC in combinatie met ATR/FTIR kon hier geen conclusie worden getrokken.

Tot slot de laatste doelstelling, deze beoogt het vergelijken van de topfolies op peelperformantie voor, tijdens en na hittebehandeling. Over het algemeen is er weinig verschil tussen beide folies. Zo heeft PET/PP Cohesive een lagere sealinitiatietemperatuur in vergelijking met PET/PP Burst. WaarPET/PP Burst pas bij een hogere temperatuur een seal zal maken. Bijgevolg ondervindt PET/PP Burst dus ook minder effect van de behandelingstemperatuur. Tijdens het hitteproces neemt de sealsterkte van PET/PP Burst minder af dan de sealsterkte van PET/PP Cohesive, waardoor PET/PP Burst meer bestand is tegen falen tijdens hittebehandeling. Na hittebehandeling heeft PET/PP Burst wel een hogere sealsterkte dan voor het hitteproces, dit gebeurt niet bij PET/PP; deze sealsterkte blijft gelijk aan de sealsterkte voor hittebehandeling. Bij PET/PP Burst is er sprake van een burst peeling, waarbij eerst een laag moet worden doorbroken om vervolgens cohesief onder het oppervlak te peelen. Het doorbreken van deze laag betekent dat een bepaalde kracht moet worden overbrugd voordat de seal kan worden gepeeld, wat meer veiligheid garandeert tijdens en na de warmtebehandeling. Dit geeft PET/PP Burst een voordeel bij hitteprocessen. De hogere noodzakelijke kracht mag uiteraard geen belemmering vormen bij het openen van de peelverpakking. Er zal dus een balans moeten gevonden worden tussen de overbruggingskracht en het nog steeds peelbaar zijn van de verpakking.

# Bibliografie

- [1] R. Elleithy en L. Zhang, „Effect of Retort on the Peel Strength of Rigid Plastic Containers,” *Annual Technical Conference - ANTEC, Conference Proceedings*, 2015.
- [2] T. Iwasaki, W. Takarada en T. Kikutani, „Influence of processing conditions on heat sealing behavior and resultant heat seal strength for peelable heat sealing of multilayered polyethylene films,” *Journal of Polymer Engineering*, vol. 36, nr. 9, pp. 909-916, 2016.
- [3] T. Iwasaki, W. Takarada en T. Kikutani, „Effect of Processing Conditions on Heat Seal Strength for Peelable Heat Sealing of Multilayered Polyethylene Films with Different Sealant Layers,” *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, vol. 56, nr. 9, pp. 709-723, 2017.
- [4] I. Anderson Materials Evaluation, „Differential Scanning Calorimetry (DSC) Thermal Analysis,” Anderson Materials Evaluation, Inc., 21 April 2019. [Online]. Available: <http://www.andersonmaterials.com/dsc.html>. [Geopend 25 oktober 2019].
- [5] „Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods,” *Analytica chimica acta*, vol. 597, pp. 179-186, 2007.
- [6] Flanders' food, „Eigenschappen van verpakkingen,” Flanders' Food, 26 oktober 2006. [Online]. Available: <https://www.flandersfood.com/artikel/2006/10/25/barri%C3%A8re-eigenschappen-van-verpakkingen>. [Geopend 20 september 2019].
- [7] G. L. Robertson, *Food packaging*, New York: Marcel Dekker, 1993.
- [8] *VERORDENING (EU) NR. 1169/2011*, Het Europees parlement en de raad, 2011.
- [9] Illinois, TITLE 35: ENVIRONMENTAL PROTECTION, Springfield, Ill. : Illinois Environmental Protection Agency, 1983.
- [10] Ghai, Gaurav, Teixeira, Arthur A., Welt, Bruce A., Goodrich-Schneider, Renee, Yang, Weihua en Almonacid, Sergio, „Measuring and predicting head space pressure during retorting of thermally processed foods,” *Journal of Food Science*, vol. 76, nr. 3, pp. E298-E308, 2011.
- [11] budelpack, „flexibele verpakkingen,” budelpack, [Online]. Available: <https://www.budelpack.nl/flexibele+verpakkingen>. [Geopend 1 april 2020].
- [12] J. Izdebska en T. Sabu, *Applications of printed materials*, 2016, pp. 371-388.
- [13] „Packaging: Modified Atmosphere,” *International Journal of Science, Engineering & Computer Technology*, vol. 6, pp. 26-28, 2016.
- [14] epacking, „Food Beverage Packaging,” biopack, [Online]. Available: [http://www.biopack.be/WebShop/En/?http://www.biopack.be/Lid-En/Product/Food\\_\\_\\_Beverage\\_Packaging/13-1702-9023/Compostable\\_seal\\_film\\_biofilm\\_for\\_top\\_seal\\_trays/18,5cm\\_x\\_250m\\_65m%C2%B5\\_Semi-transparent\\_Bio\\_sealing\\_film\\_Naturesse\\_print.aspx](http://www.biopack.be/WebShop/En/?http://www.biopack.be/Lid-En/Product/Food___Beverage_Packaging/13-1702-9023/Compostable_seal_film_biofilm_for_top_seal_trays/18,5cm_x_250m_65m%C2%B5_Semi-transparent_Bio_sealing_film_Naturesse_print.aspx). [Geopend 1 april 2020].
- [15] E. Jooken, *Chemie van de polymeren*.

- [16] P. D. W. Guedens en M. Reynders, „Macromoleculen, van monomeer tot polymeer,” Universiteit Hasselt, Hasselt, 2017.
- [17] C. A. Harper, Handbook of Plastics, Elastomers, and Composites, New York: Mc Graw Hill, 2002.
- [18] H. G. Karian, Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites, Second Edition, Revised and Expanded, CRC Press, 2003.
- [19] Q. Guo, Polymer Morphology: Principles, Characterization, and Processing, Wiley, 2016.
- [20] K. Hishinuma, Heat sealing technology and engineering for packaging, DEStech Publications, Inc, 2009.
- [21] W.-F. Su, „Step Polymerization,” in *Principles of Polymer Design and Synthesis*, Springer, Berlin, Heidelberg, 2013, pp. 111-136.
- [22] S. E. M. Selke, Plastics packaging : Properties, processing, applications, and regulations (2nd ed.), Hanser Pub, 2004.
- [23] F. Lox, Verantwoorde verpakking: pleidooi voor een veilige en milieubewuste keuze, Nederlandsche Boekhandel, 1983.
- [24] A. R. Martins, J. A. Cancelas en F. T. McKenna, „A Study of the Gas Phase Polymerization of Propylene: The Impact of Catalyst Treatment, Injection Conditions and the Presence of Alkanes on Polymerization and Polymer Properties,” *macromolecular journals*, 2017.
- [25] „Karl Ziegler and Giulio Natta,” Science History Institute, 13 december 2017. [Online]. Available: <https://www.sciencehistory.org/historical-profile/karl-ziegler-and-giulio-natta>. [Geopend 20 november 2019].
- [26] C. De Rosa en F. Auriemma, „Structure and physical properties of syndiotactic polypropylene: A highly crystalline thermoplastic elastomer,” *Progress in Polymer Science (Oxford)*, vol. 31, nr. 2, pp. 145-237, 2006.
- [27] K.-K. J., „Amorphous or atactic polypropylene,” in *Polymer Science and Technology Series, vol 2.*, Dordrecht, Springer, 1999.
- [28] „our technology,” LSR, [Online]. Available: <https://www.lsr.com.my/our-technology/>. [Geopend 10 oktober 2019].
- [29] M. Ashby, „Material property data for engineering materials,” Engineering Department and Granta Design, Cambridge, 2016.
- [30] NVGP papier & verpakkingsmaterialen, „Eigenschappen van kunststoffen bedoeld om in aanraking met voedsel te komen,” NVGP papier & verpakkingsmaterialen, [Online]. Available: <https://www.nvgp.nl/3468-2/>. [Geopend 2 april 2020].
- [31] A. Y. e. H. E. B. Demirel, „Crystallization Behavior of PET Materials,” *BAÜ*, vol. 13, nr. 1, pp. 26-35, 2011.
- [32] J. Brydson, Plastics Materials 7th Edition, Butterworth-Heinemann, 1999.
- [33] B. Deopura, R. Alagirusamy, M. Joshi en B. Gupta, Polyesters and Polyamides, CRC Press, 2008.

- [34] N. Theobald en B. Winder, *Packaging Closures and sealing system*, Blackwell publishing, 2006.
- [35] Aithani, Dinesh, Lockhart, Hugh, Auras, Rafael en Tanprasert, Krittika, „Predicting the Strongest Peelable Seal for ‘Easy-Open’ Packaging Applications,” *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 22, nr. 4, pp. 247 - 263, 2006.
- [36] M. J. Troughton, *Handbook of Plastics Joining: A Practical Guide*, William Andrew Publishing, 1997.
- [37] H. Theller, „Heatsealability of flexible web materials in hot-bar sealing applications,” *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 5, nr. 1, pp. 66-93, 1989.
- [38] B. Bamps, „tweede gebruikersgroepvergadering Thermo peel,” Diepenbeek, 2019.
- [39] Stehling, Ferdinand C. en Meka, Prasadarao, „Heat sealing of semicrystalline polymer films. II. Effect of melting distribution on heat-sealing behavior of polyolefins,” *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 51, nr. 1, pp. 105-119, 1994.
- [40] E. Poets, „Evaluatie en optimalisatie van sealperformantie van kunststofopfilm- en traymaterialen bij sealen met verwarmde balken al danniet met contaminatie (Masterscriptie),” U Hasselt, Diepenbeek, 2017-2018.
- [41] N. N. D. D. Lee, „Thermoformable heat-sealable PET sheet material”. United States Patent US 8,617,673 B1, 31 December 2013.
- [42] C. C. Hwo, „Polybutylene Blends as Easy Open Seal Coats for Flexible Packaging and Lidding,” *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 3, nr. 4, pp. 245-260, 1987.
- [43] B. Morris, *The Science and Technology of Flexible Packaging*, William Andrew, 2016.
- [44] Fraunhofer IVV, „Guideline für die Gestaltung von peelbaren Verpackungen unter dem Gesichtspunkt „Easy Opening“,” der Industrievereinigung für Lebensmitteltechnologie und Verpackung e.V. (IVLV), Dresden, 2011.
- [45] C. H. Verlag, „Steril verpackt – leicht zu öffnen,” *Kunststoffe*, nr. 5, pp. 76-79, 2003.
- [46] Sänglerlaub, Sven, Reichert, Katrein, Rodler, Norbert, Sterr, Julia, von der Haar, Daniela, Schreiber, Ina, Stramm, Cornelia, Gruner, Anita, Voigt, Jens, Raddatz, Heike en Jesdinszki, Marius, „Identification of polybutene-1 (PB-1) in easy peel polymer structures,” *Polymer Testing*, vol. 65, pp. 142-149, 2018.
- [47] R. Coles, D. McDowell en M. J. Kirwan, *Food Packaging Technology*, Blackwell Publishing Ltd, 2003.
- [48] G. F. Gutierrez-Lopez, *Food Science and Food Biotechnology*, CRC Press, 2003.
- [49] J. Debevere, F. Devlieghere, L. Jacxsens, A. Rajkovic, M. Uyttendaele en A. Vermeulen, *Levensmiddelenmicrobiologie en – conservering*, Brugge: Die Keure, 2016.
- [50] A. Salvalaggio, „Pasteurization and cooling line of filled pasta,” Sarp, 2 augustus 2018. [Online]. Available: <https://www.sarp.it/en/pasteurization-and-cooling-line-of-filled-pasta/>. [Geopend 11 mei 2020].

- [51] L. Oraon, „Sterilisation,” dairyknowledge, [Online]. Available: <https://www.dairyknowledge.in/article/sterilization>. [Geopend 5 mei 2020].
- [52] W. Groenewoud, *Characterisation of Polymers by Thermal Analysis*, Elsevier Science, 2001.
- [53] C. Proteomcs, „Differential Scanning Calorimetry Based Analysis Service,” Creative Proteomcs, [Online]. Available: <https://www.creative-proteomics.com/support/dsc-based-analysis-service.htm>. [Geopend 13 april 2020].
- [54] S. Tanaka, „Theory of power-compensated DSC,” *Thermochimica Acta*, vol. 210, pp. 67-79, 1992.
- [55] M. Hill, *Informatie betreffende topfolies (Test 1 en Test 2)*, 2019.
- [56] ISO, „ISO 291:1997, Standard atmospheres for conditioning and testing.”
- [57] „ISO 4593:1993, Film and sheeting — Determination of thickness by mechanical scanning”.
- [58] ASTM, „F88/F88M: Seal Strength of Flexible Barrier Materials,” ASTM International, 2015.
- [59] ISO, „ISO 527:2019, Determination of tensile properties”.
- [60] M. Kohutiar, M. Pajtášová, R. Janík, I. Papučová, J. Pagáčová, B. Pecušová en I. Labaj, „Study of selected thermoplastics using dynamic mechanical analysis,” *Machine Modelling and Simulations*, vol. Volume 157, p. 9, 2018.
- [61] Labthink, „Labthink hst h3,” Labthink, [Online]. Available: <http://en.labthink.com/en-us/product/hst-h3-heat-seal-tester.html>. [Geopend 18 april 2020].
- [62] B. De Ketelaere, K. D'huys, R. Peeters en B. Bamps , „Hands-on workshop: 'How to determine seal settings efficiently?'," MeBios, 2018.
- [63] W. Kenton, „Least Squares Method Definition,” Investopedia, 2 september 2019. [Online]. Available: <https://www.investopedia.com/terms/l/least-squares-method.asp>. [Geopend 30 april 2020].
- [64] K. D'huys, B. Bamps, R. Peeters en B. De Ketelaere, „Multicriteria evaluation and optimization of the ultrasonicsealing performance based on design of experiments and response surface methodology,” *Packaging Technology and Science*, vol. Vol. 32, nr. 4, pp. 165-175, 2019.
- [65] A. G. Barnston, „Correspondence among the Correlation, RMSE, and Heidke Forecast Verification Measures; Refinement of the Heidke Score,” *Weather and Forecasting*, vol. 7, nr. 12, pp. 699-709, 1992.
- [66] M. Proust, „Fitting Linear Models,” JMP, A business Unit of SAS, Cary, NC, USA, 2017.
- [67] B. Bamps, „optimal peelable seals in packaging concepts undergoing thermal processing,” Cornet-project Thermopeel, Dresden, 2020.
- [68] B. Morris, „Heat Seal,” in *The Science and Technology of Flexible Packaging*, William Andrew, 2016, pp. 181-258.

[69] kikplastics Powerful Plastics, „Polyethyleen,” kikplastics Powerful Plastics, [Online]. Available: <https://www.kikplastics.nl/polyethyleen/>. [Geopend 31 mei 2020].





# Bijlagen

Bijlage A: Experimenteel ontwerp voor PET/PP Cohesive en Burst bij sealtempeartuur 180 – 220 °C	79
Bijlage B: Microscopische weergaves van PET/PP Cohesive bij de verschillende runs voor de sealtesten met temperatuur 180 -220 °C .....	81
Bijlage C: Microscopische weergaves van PET/PP Cohesive bij de verschillende runs voor de sealtesten met temperatuur 180 -220 °C .....	83
Bijlage D: Experimenteel ontwerp voor PET/PP Cohesive en Burst bij sealtempeartuur 160 – 180 °C	85
Bijlage E: Validatie van optimale sealparameters bij verschillende behandelingstemperaturen voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Cohesive en Burst.....	87



## Bijlage A: Experimenteel ontwerp voor PET/PP Cohesive en Burst bij sealtempeartuur 180 – 220 °C

Tabel 11: Experimenteel ontwerp met parameters (sealtemperatuur, sealtijd en sealdruk) en de resultaten (gemiddelde sealsterkte, maximale sealsterkte, sealenergie en faalmechanisme) voor PET/PP Cohesive en Burst bij sealtemperatuur 180 - 220 °C

	T (°C)	t (s)	P (Nmm <sup>-2</sup> )	PET/PP Cohesive				PET/PP Burst			
				Gem (Nmm <sup>-1</sup> )	Max (Nmm <sup>-1</sup> )	Energie (J)	Faal	Gem (Nmm <sup>-1</sup> )	Max (Nmm <sup>-1</sup> )	Energie (J)	Faal
1	180	2	1	1,14	1,28	0,3081	C	1,14	1,29	0,2905	C
				1,10	1,20	0,2938	C	1,05	1,27	0,2735	C
2	180	3	2,5	1,12	1,31	0,3222	C	1,10	1,33	0,3068	C
				1,26	1,40	0,3569	C	0,96	1,30	0,2855	C
3	200	2	2,5	1,46	1,65	0,4552	C + T	1,14	1,42	0,3320	C
				1,45	1,65	0,4160	C	1,14	1,51	0,3302	C
4	200	1	4	1,17	1,29	0,3384	C	1,08	1,30	0,2967	C
				1,20	1,33	0,3194	C	1,13	1,35	0,3057	C
5	180	1	2,5	0,81	0,96	0,2227	C	0,77	0,86	0,2014	C + D
				0,74	0,92	0,2124	C	0,85	0,95	0,2287	C + D
6	220	2	4	2,78	2,80	0,2487	T	0,65	2,12	0,4385	T
				1,76	1,86	0,0347	T	1,01	3,12	0,7664	D
7	220	1	2,5	1,53	1,61	0,4534	C	1,30	1,75	0,3766	C
				1,35	1,51	0,4020	C	1,23	1,46	0,3542	C
8	180	2	4	0,97	1,18	0,2754	C	1,17	1,40	0,3113	C
				1,06	1,32	0,3049	C	1,05	1,30	0,2984	C
9	200	2	2,5	1,28	1,51	0,3617	C	1,19	1,33	0,3218	C + T
				1,42	1,52	0,3989	C	1,08	1,33	0,3173	C
10	200	3	1	1,58	1,65	0,4612	C	1,23	1,40	0,3514	C
				1,12	1,43	0,3690	C + T	1,31	1,58	0,3694	C
11	200	2	2,5	1,38	1,51	0,3908	C	1,06	1,41	0,2982	C
				1,32	1,60	0,3800	C	1,19	1,51	0,3445	C
12	220	3	2,5	2,60	2,73	0,1467	T	1,56	2,42	0,0573	T
				2,10	2,40	0,0770	T	0,83	0,93	0,1152	C + T
13	200	3	4	1,56	1,73	0,7230	C	1,02	1,75	0,0564	T
				1,51	1,85	0,4652	C	0,89	1,57	0,0401	T
14	200	1	1	0,97	1,02	0,2581	C	1,05	1,27	0,2736	C
				1,09	1,17	0,2900	C	1,06	1,16	0,3028	C
15	220	2	1	1,75	1,86	0,7284	C + T	0,53	1,63	0,3439	T
				1,71	1,99	0,3148	C + T	0,63	1,95	0,0587	T

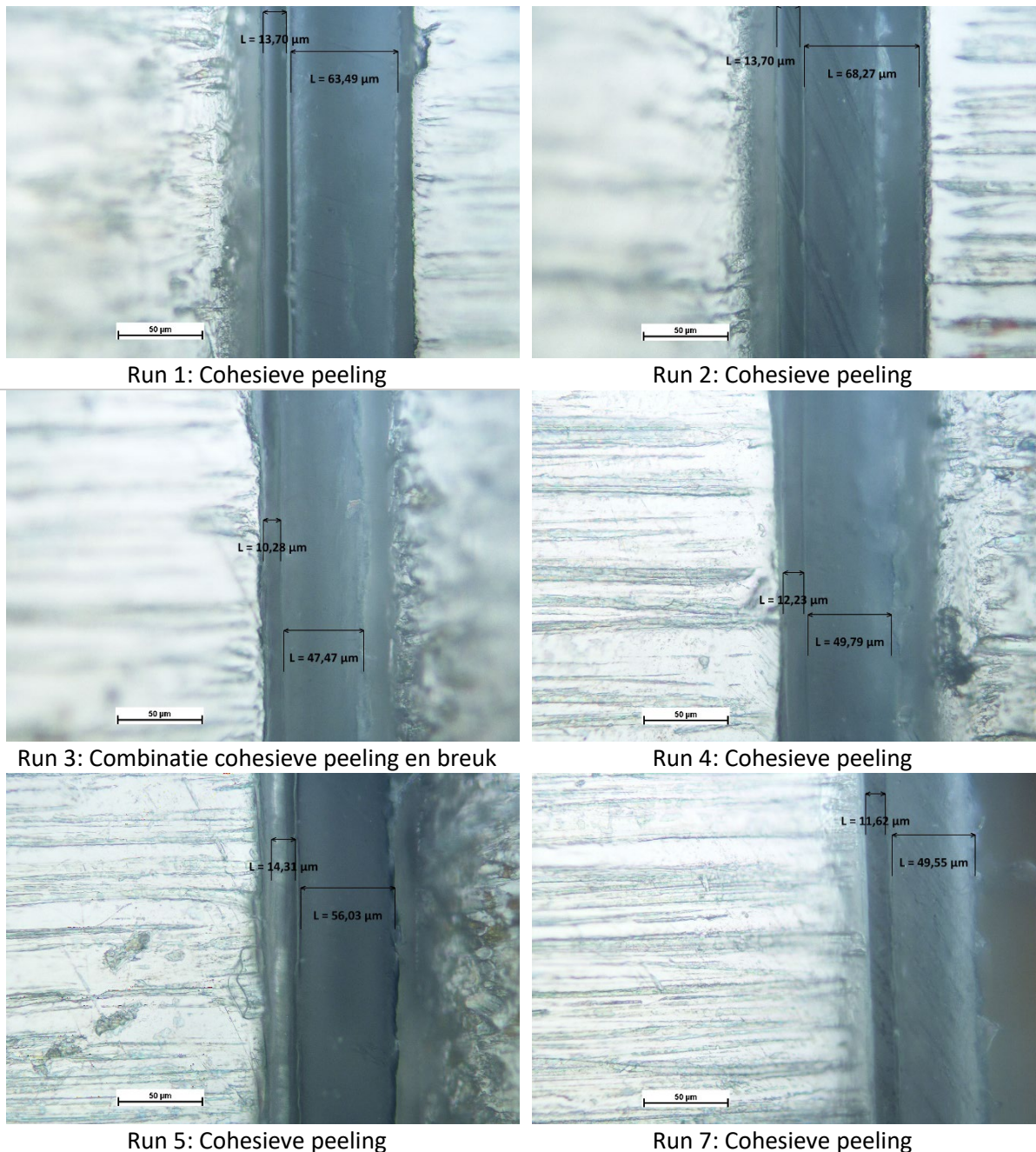
Tabel 12: Significante parameters met hun waarden (V) en p-waarden (p-V) van de gemiddelde sealsterkte, de maximale sealsterkte en de sealenergie voor PET/PP Cohesive en Burst

	PET/PP Cohesive						PET/PP Burst					
	Gem (Nmm <sup>-1</sup> )		Max (Nmm <sup>-1</sup> )		Energie (J)		Gem (Nmm <sup>-1</sup> )		Max (Nmm <sup>-1</sup> )		Energie (J)	
	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V
X	1,3429	<0,0001	1,4800	<0,0001	0,3796	<0,0001	1,0777	<0,0001	1,4114	<0,0001	0,3337	<0,0001
T	0,5775	<0,0001	0,5338	<0,0001	0,0561	0,3673	/	/	0,3800	<0,0001	0,0133	0,5611
t	0,2975	0,0003	0,3175	0,0001	0,0476	0,4417	0,0888	0,3510	0,2150	0,0025	-0,0471	0,0641
P	0,1300	0,0305	0,1488	0,0125	-0,0213	0,7270	-0,0038	0,3510	0,1225	0,0461	-0,0196	0,3981
T.t	0,1900	0,0266	0,1925	0,0188	-0,1016	0,2553	/	/	/	/	-0,1062	0,0090
T.P	0,3000	0,0027	0,2600	0,0041	-0,1118	0,2140	/	/	/	/	/	/
t.P	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	-0,0795	0,0333
T <sup>2</sup>	0,2446	0,0098	0,2363	0,0083	/	/	/	/	0,1886	0,0377	/	/
t <sup>2</sup>	/	/	/	/	/	/	0,1440	0,3047	/	/	-0,0937	0,0193
P <sup>2</sup>	/	/	/	/	/	/	-0,1660	0,2410	/	/	/	/
P <sup>3</sup>	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

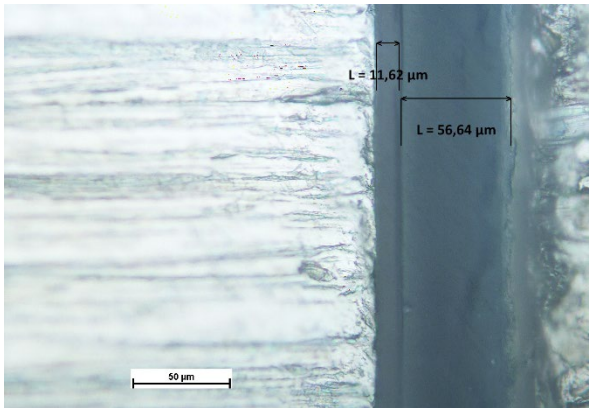


## Bijlage B: Microscopische weergaves van PET/PP Cohesive bij de verschillende runs voor de sealtesten met temperatuur 180 -220 °C

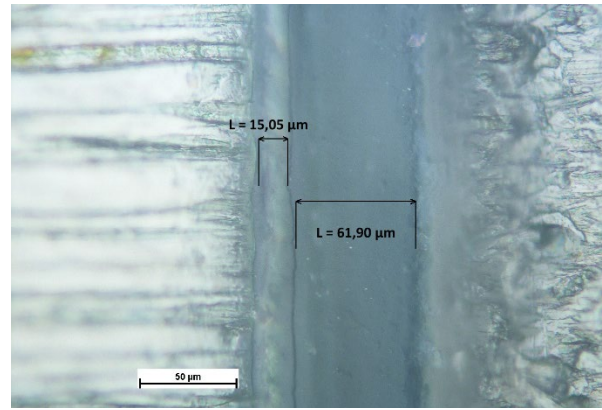
Figuur 40: Microscopische weergave van de verschillende runs PET/PP Burst bij sealtemperaturen 180 - 220 °C (vergroting: 500x)



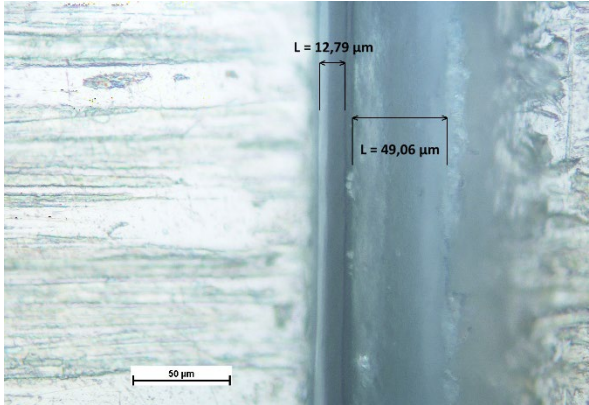




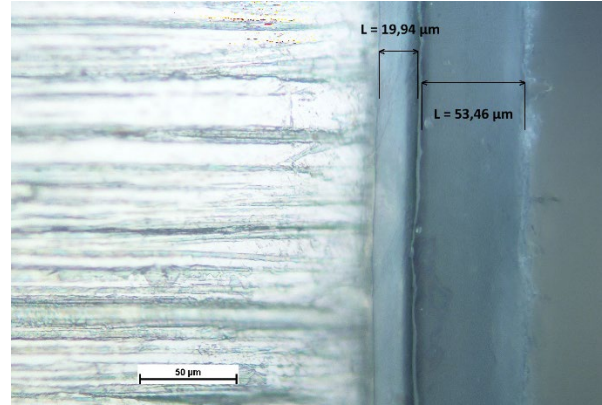
Run 8: Cohesive peeling



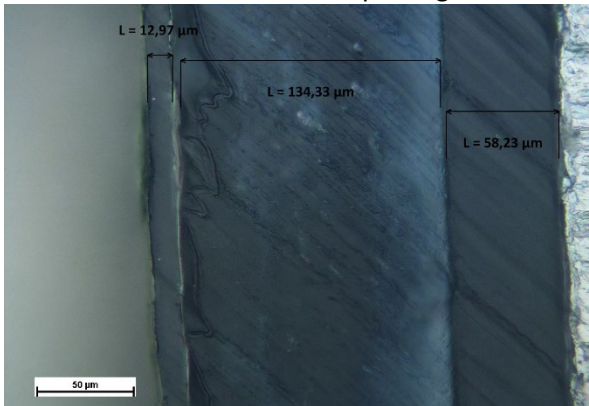
Run 9: Cohesive peeling



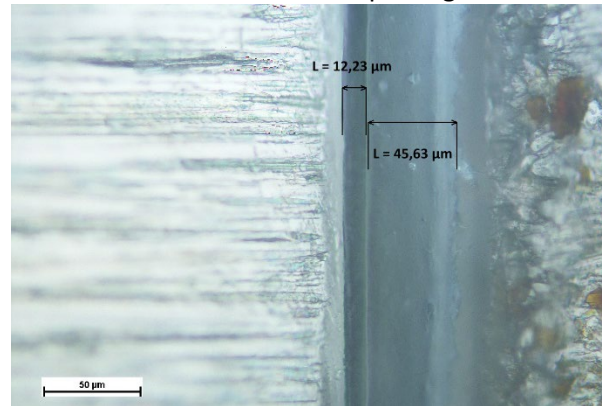
Run 10: Cohesive peeling



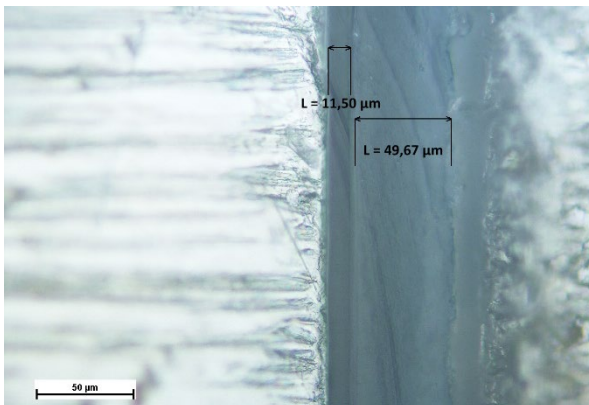
Run 11: Cohesive peeling



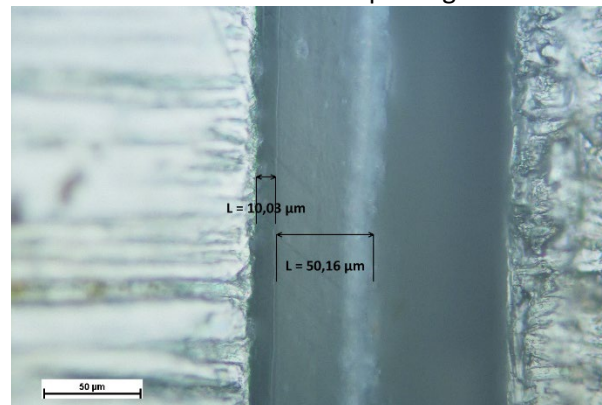
Run 12: Breuk



Run 13: Cohesive peeling



Run 14: Cohesive peeling

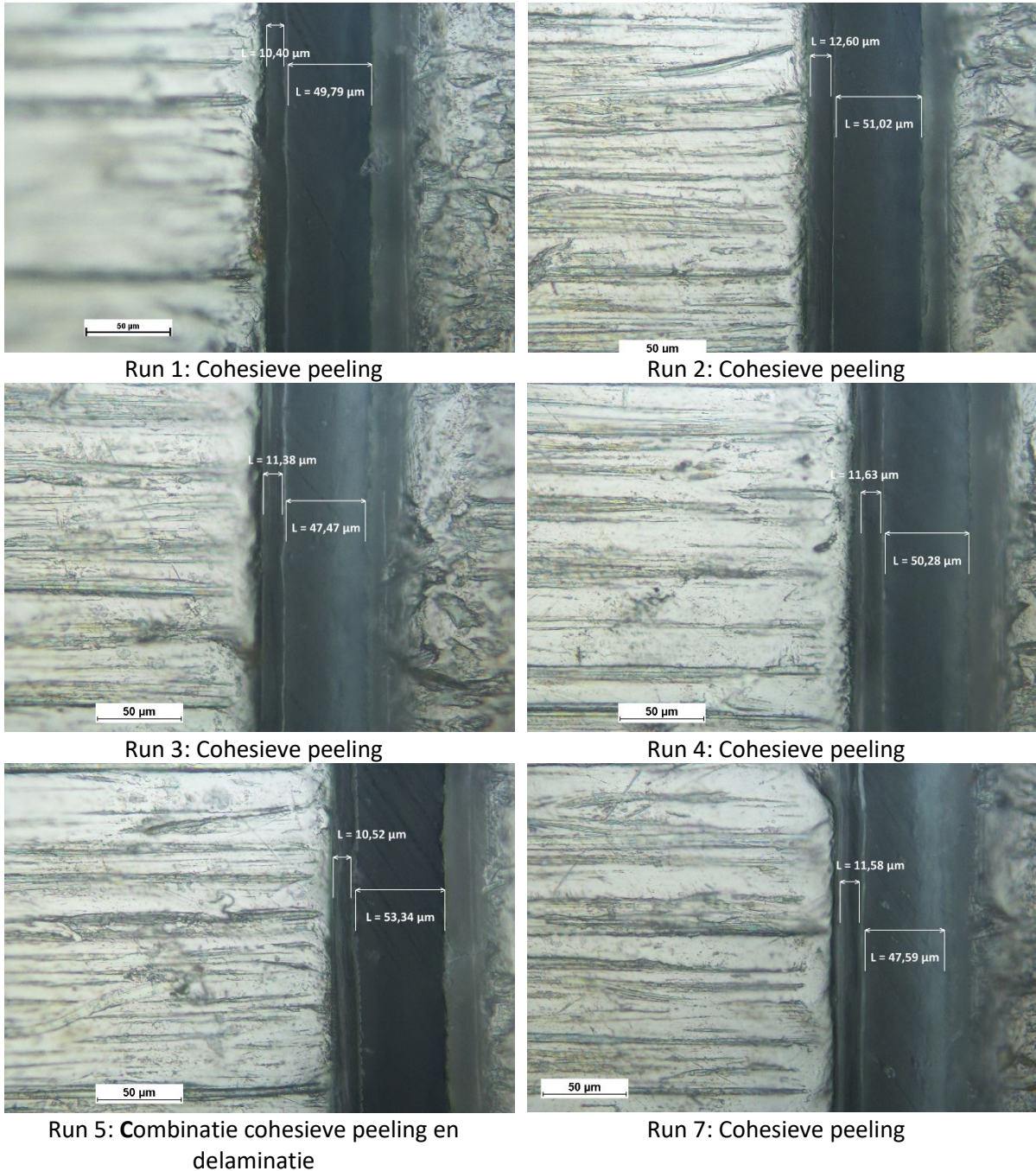


Run 15: Combinatie cohesieve peeling en breuk

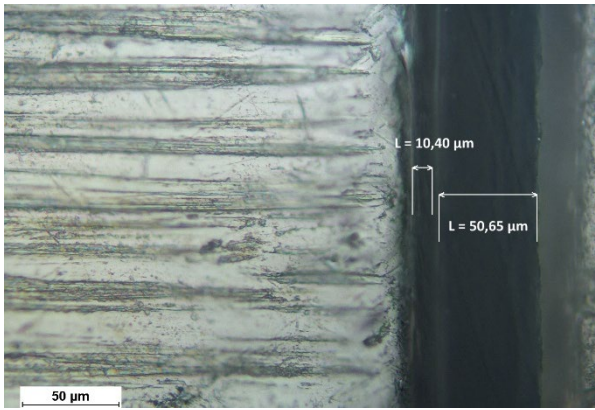


## Bijlage C: Microscopische weergaves van PET/PP Cohesive bij de verschillende runs voor de sealtesten met temperatuur 180 -220 °C

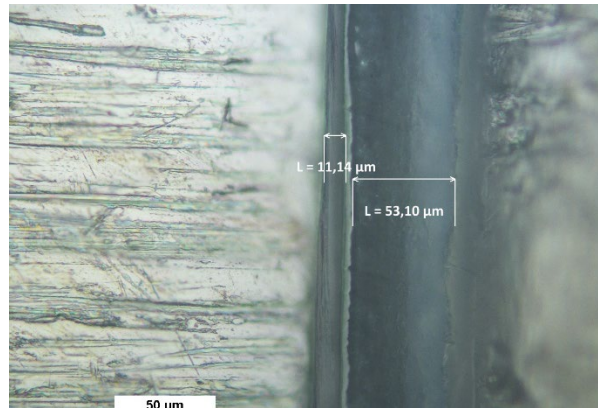
Figuur 41: Microscopische weergave van de verschillende runs PET/PP Burst bij sealtemperaturen 180 - 220 °C (vergroting: 500x)



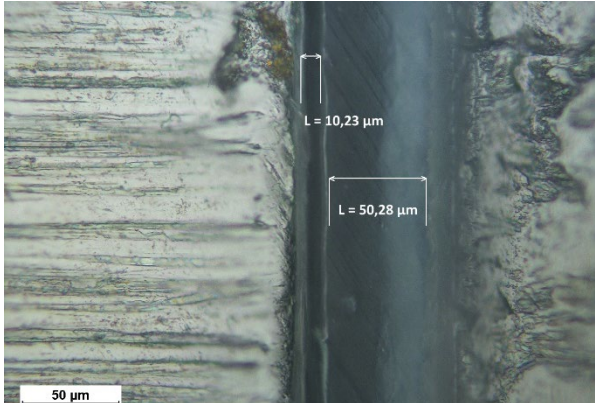




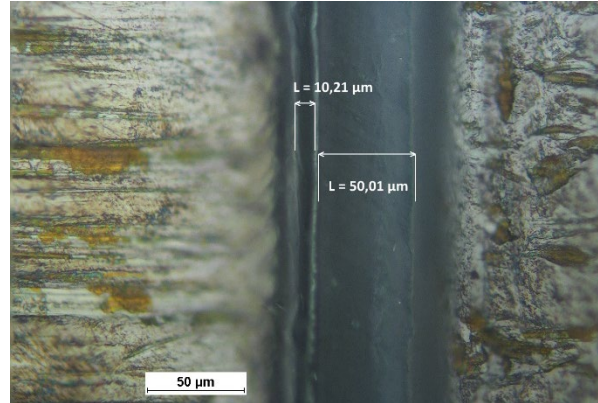
Run 8: Cohesieve peeling



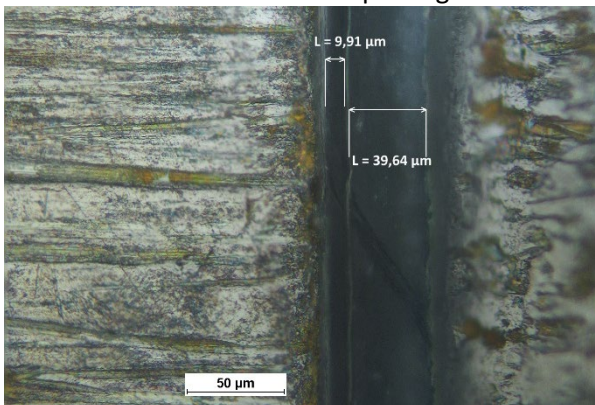
Run 9: Combinatie cohesieve peeling en breuk



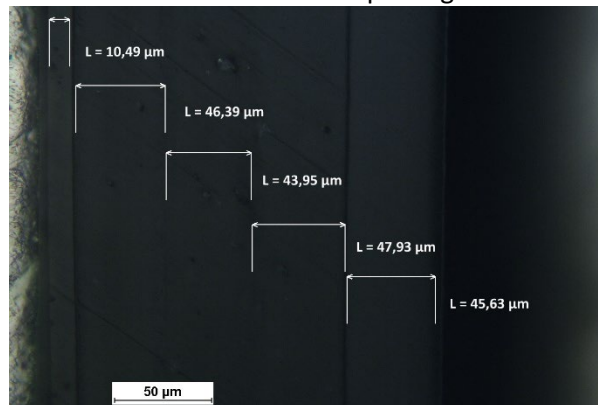
Run 10: Cohesieve peeling



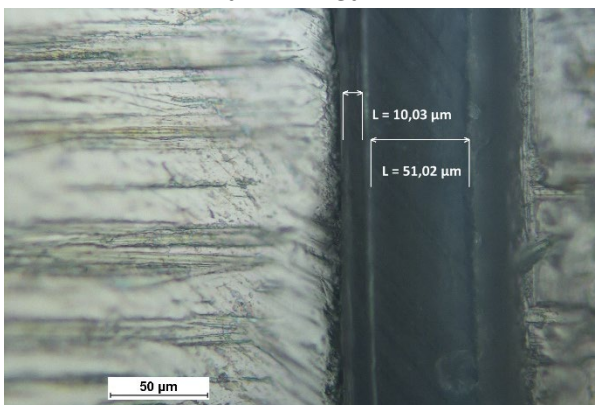
Run 11: Cohesieve peeling



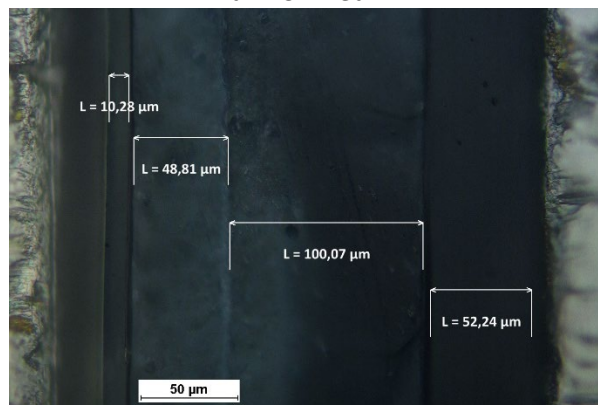
Run 12: Breuk



Run 13: Breuk



Run 14: Cohesieve peeling



Run 15: Breuk

## Bijlage D: Experimenteel ontwerp voor PET/PP Cohesive en Burst bij sealtempeartuur 160 – 180 °C

Tabel 13: Experimenteel ontwerp met parameters (sealtemperatuur, sealtijd en sealdruk) en de resultaten (gemiddelde sealsterkte, maximale sealsterkte, sealenergie en faalmechanisme) voor PET/PP Cohesive en Burst bij sealtemperatuur 160 - 180 °C

	T (°C)	t (s)	P (Nmm <sup>-2</sup> )	PET/PP Cohesive				PET/PP Burst			
				Gem (Nmm <sup>-1</sup> )	Max (Nmm <sup>-1</sup> )	Energie (J)	Faal	Gem (Nmm <sup>-1</sup> )	Max (Nmm <sup>-1</sup> )	Energie (J)	Faal
1	160	3	2,5	0,28	0,36	0,0715	A	0,03	0,06	0,0055	GS
				0,30	0,36	0,075	C	0	0,04	0,0043	A
2	160	6,5	4	0,29	0,42	0,0742	A	0,03	0,04	0,0064	GS
				0,27	0,31	0,0661	A	0	0,02	0,0037	A
3	160	6,5	1	0,25	0,28	0,062	C	0,03	0,05	0,0071	A
				0,21	0,28	0,0519	C	0,04	0,06	0,0106	A
4	160	10	2,5	0,24	0,33	0,0643	C	0,05	0,06	0,0113	A
				0,21	0,25	0,054	C	0,02	0,03	0,0037	GS
5	170	3	4	0,37	0,44	0,0938	A	0,03	0,05	0,0076	A
				0,23	0,34	0,0583	C	0,06	0,15	0,0145	A
6	170	3	1	0,34	0,45	0,0832	C	0,03	0,06	0,0065	A
				0,24	0,37	0,0632	C	0,01	0,04	0,0043	GS
7	170	6,5	2,5	0,39	0,44	0,1004	C	0,01	0,04	0,006	A
				0,30	0,42	0,0784	C	0,05	0,07	0,012	A
8	170	6,5	2,5	0,28	0,33	0,0731	C	0,04	0,06	0,0095	A
				0,2	0,32	0,0512	C	0	0,04	0,0039	A
9	170	6,5	2,5	0,27	0,35	0,0711	C	0	0	0	GS
				0,27	0,38	0,071	C	0,06	0,08	0,0133	A
10	170	10	1	0,41	0,49	0,104	C	0,06	0,07	0,0144	A
				0,21	0,27	0,0529	C	0,07	0,12	0,0179	A
11	170	10	4	0,21	0,31	0,0552	C	0,03	0,05	0,0079	A
				0,32	0,41	0,0816	C	0,05	0,08	0,0114	A
12	180	3	2,5	0,62	0,67	0,1634	C	0,22	0,29	0,0532	A
				0,49	0,59	0,1278	C	0,20	0,28	0,0483	A
13	180	6,5	1	0,40	0,46	0,0997	C	0,15	0,19	0,0378	A
				0,49	0,55	0,1259	C	0,22	0,32	0,0547	A
14	180	6,5	4	0,70	0,74	0,1872	C	0,30	0,35	0,0768	A
				0,55	0,71	0,1451	C	0,32	0,39	0,077	A
15	180	10	2,5	0,48	0,55	0,1262	C	0,10	0,16	0,0263	A
				0,36	0,43	0,0958	C	0,15	0,24	0,0374	A

Tabel 14: Significante parameters met hun waarden (V) en p-waarden (p-V) van de gemiddelde sealsterkte, de maximale sealsterkte en de sealenergie voor PET/PP Cohesive en Burst

	PET/PP Cohesive						PET/PP Burst					
	Gem (Nmm <sup>-1</sup> )		Max (Nmm <sup>-1</sup> )		Energie (J)		Gem (Nmm <sup>-1</sup> )		Max (Nmm <sup>-1</sup> )		Energie (J)	
	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V	V	p-V
X	0,2886	<0,0001	0,3800	<0,0001	0,0741	<0,0001	0,0192	0,1215	0,0473	0,0027	0,0058	0,0606
T	0,1275	<0,0001	0,1319	<0,0001	0,0345	<0,0001	0,0913	<0,0001	0,1163	<0,0001	0,0224	<0,0001
t	/	/	-0,0338	0,0817	/	/	/	/	/	/	/	/
P	/	/	/	/	/	/	0,0131	0,1496	0,0138	0,1997	0,0224	0,1268
T.t	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
T.P	/	/	/	/	/	/	0,0363	0,0077	0,0350	0,0260	0,0086	0,0069
t.P	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
T <sup>2</sup>	0,0952	0,0020	0,0756	0,0105*	0,0253	0,0020	0,0826	<0,0001	0,0985	<0,0001	0,0198	<0,0001
t <sup>2</sup>	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
P <sup>2</sup>	/	/	/	/	/	/	0,0288	0,0354	0,0310	0,0543	0,0066	0,0419
P <sup>3</sup>	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

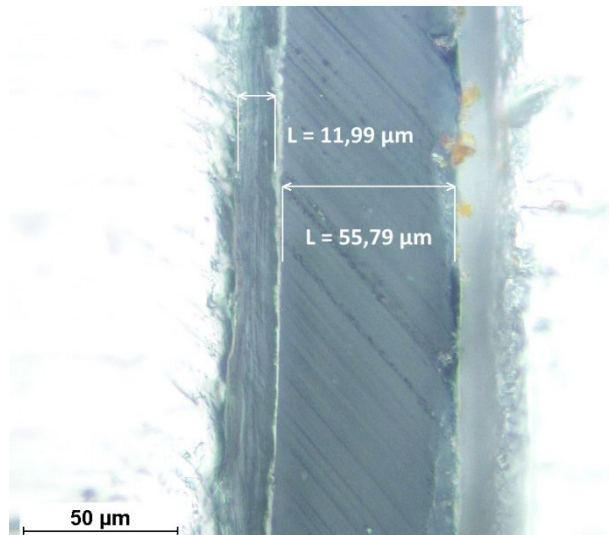


## Bijlage E: Validatie van optimale sealparameters bij verschillende behandelingstemperaturen voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Cohesive en Burst

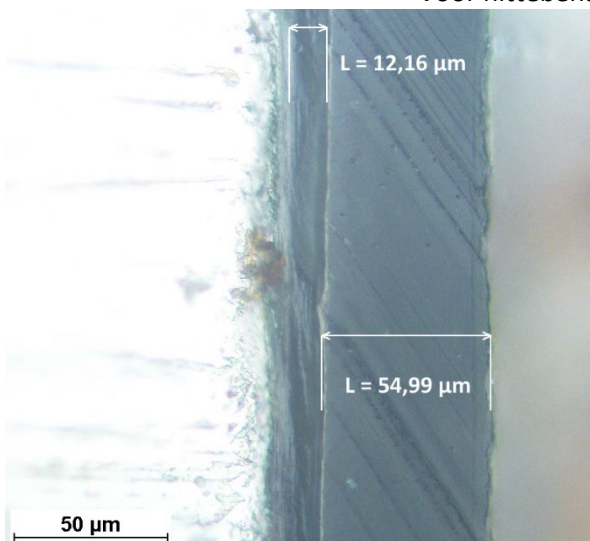
Tabel 15: Validatie van optimale sealparameters bij verschillende behandelingstemperaturen voor, tijdens en na hittebehandeling voor PET/PP Cohesive en Burst (n = 5)

		PET/PP Cohesive			PET/PP Burst		
		<b>VOOR HITTEBEHANDELING</b>					
		<b>Gem (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Max (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Energie (J)</b>	<b>Gem (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Max (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Energie (J)</b>
23		0,98	1,15	0,2610	0,83	1,18	0,3830
		[0,87 ; 0,91]	[0,95 ; 1,10]	[0,1859 ; 0,2420]	[1,13 ; 1,19]	[1,51 ; 1,57]	[0,3049 ; 0,3369]
		<b>TIJDENS HITTEBEHANDELING</b>					
<i>T<sub>behl</sub></i> (°C)		<b>Gem (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Max (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Energie (J)</b>	<b>Gem (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Max (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Energie (J)</b>
95		0,63	0,75	0,3340	0,56	1,02	0,3480
		[0,30 ; 0,56]	[0,36 ; 0,64]	[0,0677 ; 0,1336]	[0,65 ; 0,72]	[0,82 ; 1,08]	[0,3174 ; 0,5039]
121		0,16	0,24	0,1170	0,52	0,98	0,7140
		[0,11 ; 0,46]	[0,17 ; 0,53]	[0,0253 ; 0,1276]	[0,37 ; 0,73]	[0,45 ; 1,05]	[0,4423 ; 0,7192]
		<b>NA HITTEBEHANDELING</b>					
		<b>Gem (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Max (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Energie (J)</b>	<b>Gem (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Max (Nmm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Energie (J)</b>
95		0,94	1,04	0,2960	1,23	1,44	0,3540
		[0,82 ; 0,97]	[0,97 ; 1,08]	[0,1984 ; 0,2439]	[1,14 ; 1,18]	[1,53 ; 1,61]	[0,3276 ; 0,3411]
121		0,95	1,05	0,2150	1,20	1,40	0,3430
		[0,82 ; 1,15]	[0,88 ; 1,36]	[0,1732 ; 0,1732]	[1,06 ; 1,79]	[1,30 ; 2,25]	[0,2193 ; 0,3684]

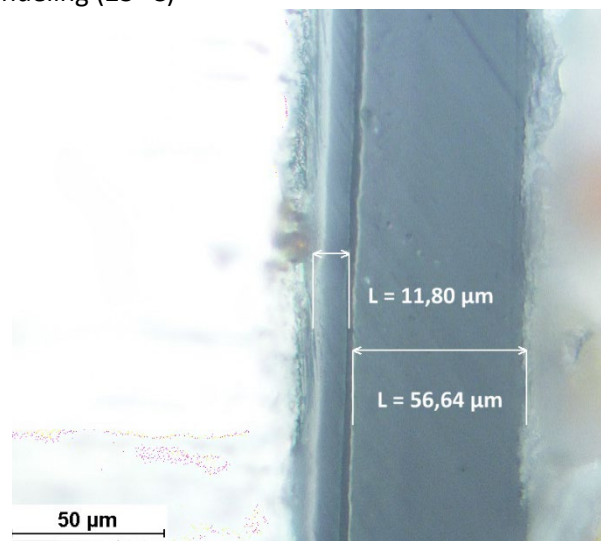




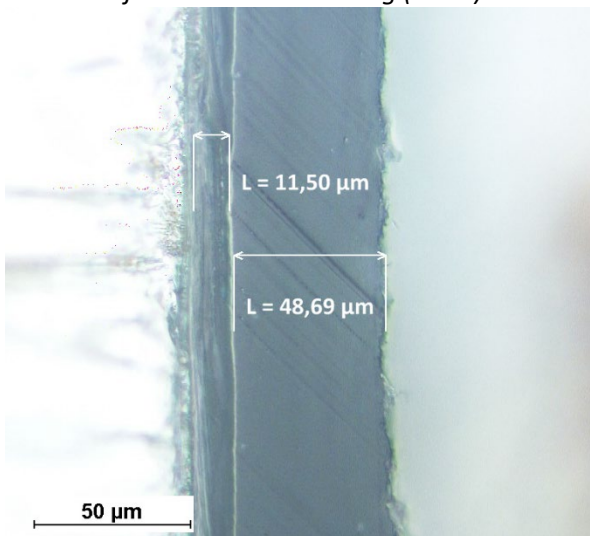
Voor hittebehandeling (23 °C)



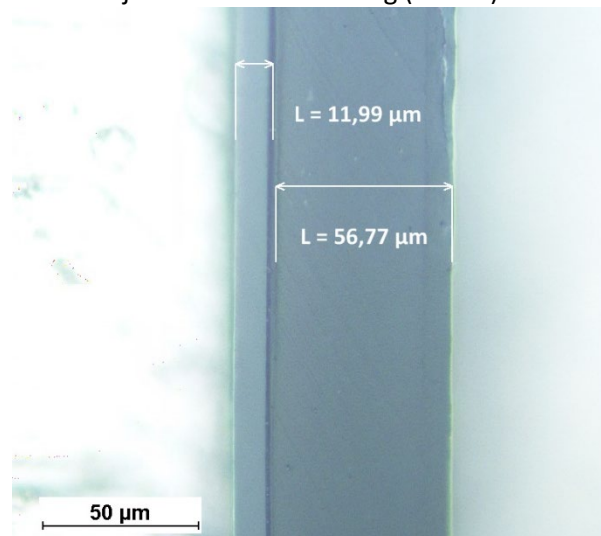
Tijdens hittebehandeling (95 °C)



Tijdens hittebehandeling (121 °C)

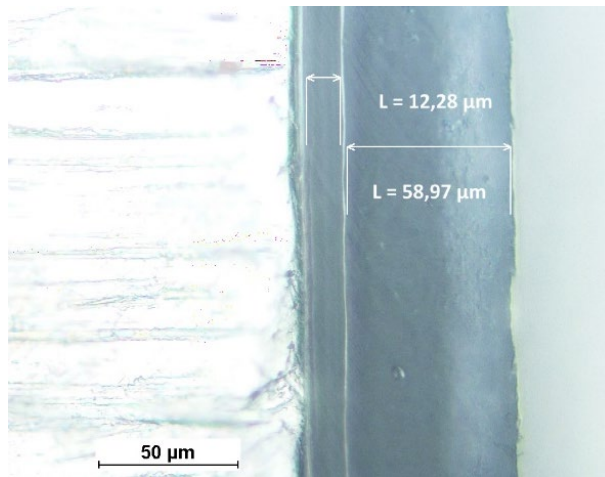


Na hittebehandeling (95 °C)

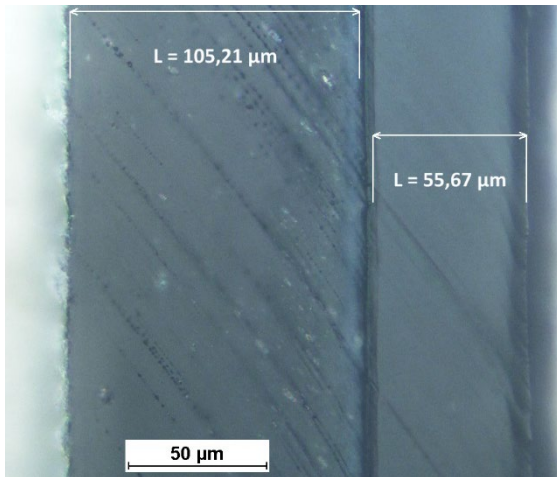


Na hittebehandeling (121 °C)

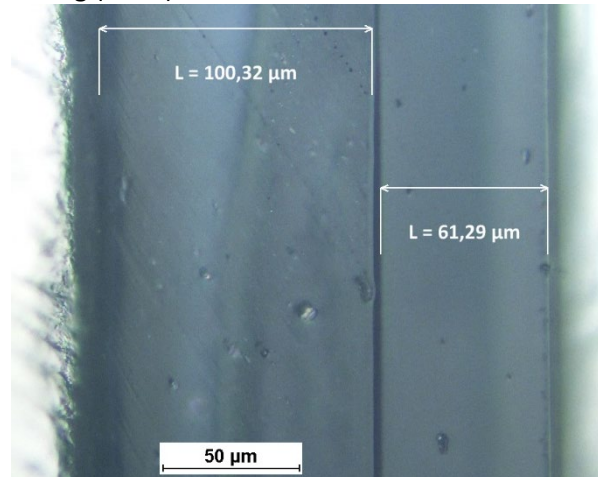
Figuur 42: Microscopische weergave van de validatiestalen - topfilm PET/PP Cohesive (vergroting: 500x)



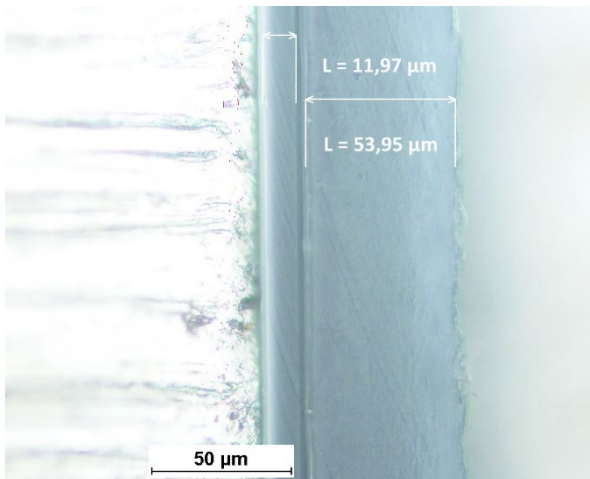
Voor hittebehandeling (23 °C)



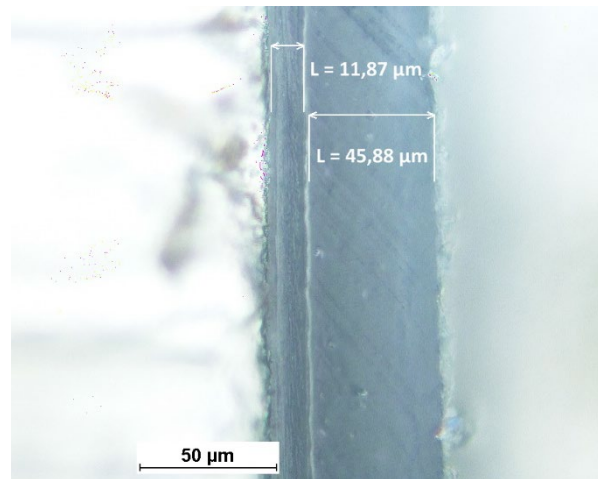
Tijdens hittebehandeling (95 °C)



Tijdens hittebehandeling (121 °C)



Na hittebehandeling (95 °C)



Na hittebehandeling (121 °C)

Figuur 43: Microscopische weergave van de validatiestalen van de topfilm PET/PP Burst (tijdens hittebehandeling: bottomweb PA/PP) (vergroting: 500x)