

Test Metodları



1. Fiziksel Özellikler

- Laminasyon Kuvveti/ Isıl Kaynak Mukavemeti
- Hata Tipi
- Tutkal Tespiti
- Sürtünme Katsayısı(CoF)

2. Kürlenme, ısıya direnç ve göç

- Pastörizasyon
- Kırıxıklık testi
- Infra Red ile inceleme
- Artık solventler
- Kaynak Olmama (Anti-Seal) etki
- Migrasyon/ PAA testi



| Dyne Çözelti Hazırlama

■ 100 ml Dyne çözeltisi için

(işlem düzeyi) Dynes/cm	Formamid hacim ml	Etil cellosolve hacim ml
30	0	100.0
31	2.5	97.5
32	10.5	89.5
33	19.0	81.0
34	26.5	73.5
35	35.0	65.0
36	42.5	57.5
37	48.5	51.5
38	54.0	46.0
39	59.0	41.0
40	63.5	36.5

(işlem düzeyi) Dynes/cm	Formamid hacim ml	Etil cellosolve hacim ml
41	67.5	32.5
42	71.5	28.5
43	74.7	25.3
44	78.0	22.0
45	80.3	19.7
46	83.0	17.0
48	87.0	13.0
50	90.7	9.3
52	93.7	6.3
54	96.5	3.5
56	99.0	1.0

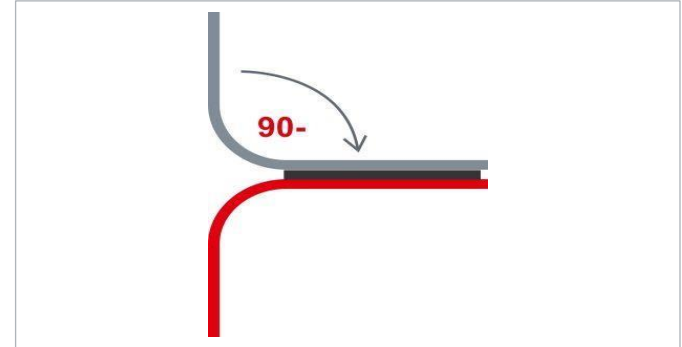
➤ Bir tutam Rodamin boyası ekleyin ve ağzı kapalı olarak cam şişelerde saklayın

- Gram / Metrekare
- Keskin bir bıçak ve kalıp kullanarak 100 Cm² 'lik şahit örnek kesiniz
- Ağırlığı ölçünüz ve not alınız (W1)
- Katmanları çözücü kullanarak ayırınız ve yapıştırıcıyı temizleyiniz
- Solventleri varsa fırında kurutunuz veya temizleyiniz
- Ayrılmış tabakaları tartınız (w2)
- Kat ağırlığını hesaplayınız $(W1-W2) * 100$
- Baskılı örneğe sahipseniz o zaman ?????

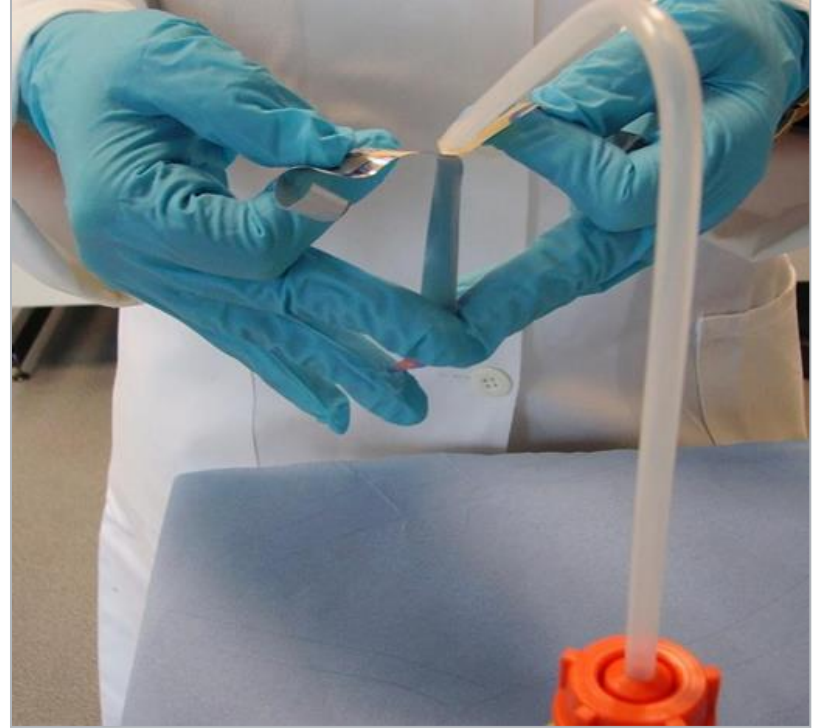
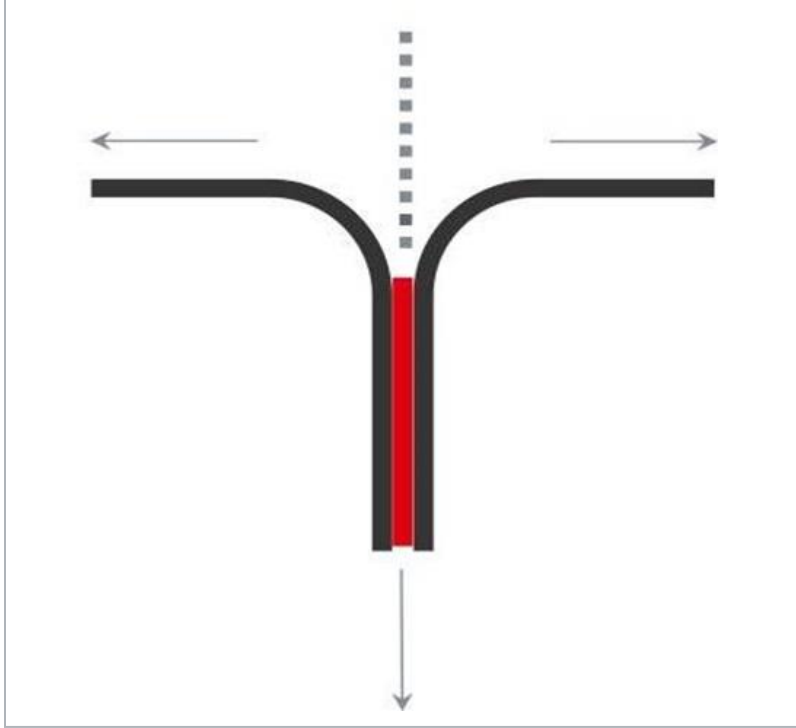
› Tutunma Kuvveti (BS) & Isıl Kaynak Kuvveti (HSS)

M/c: UTM (Üniversal Test Cihazı)

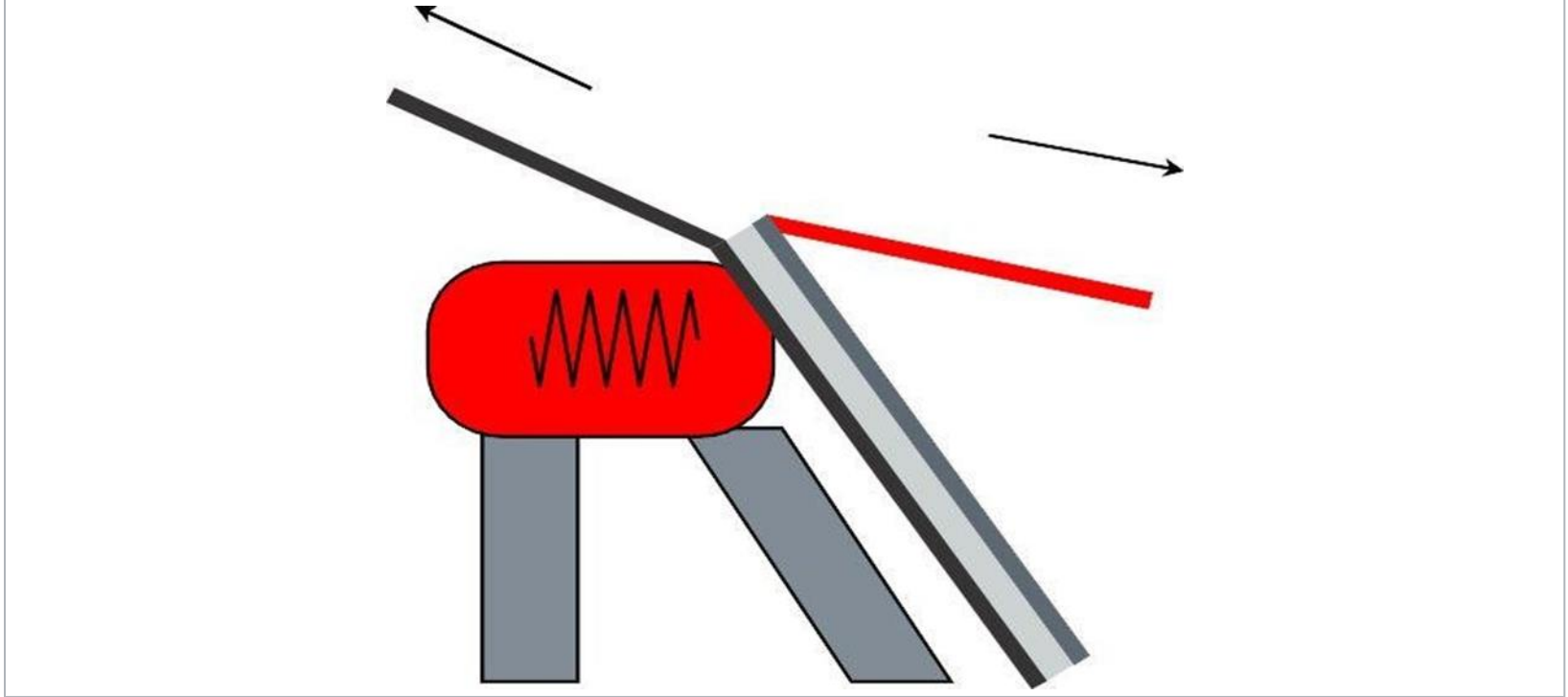
- Koşullar (BS): Şartlandırılmış numune
 - Genişliği: 15mm
 - Çekme hızı: 100 mm / dak
 - Ayırma açısı: 90 °
 - Şerit uzunluğu ~ 50 - 100 mm
- Isıl kaynak şartları:
 - Bekleme süresi
 - Sıcaklık
 - Basınç
 - 150 ° C, 0.5 saniye. 2 bar
 - Ayırma hızı: 300 mm / dak



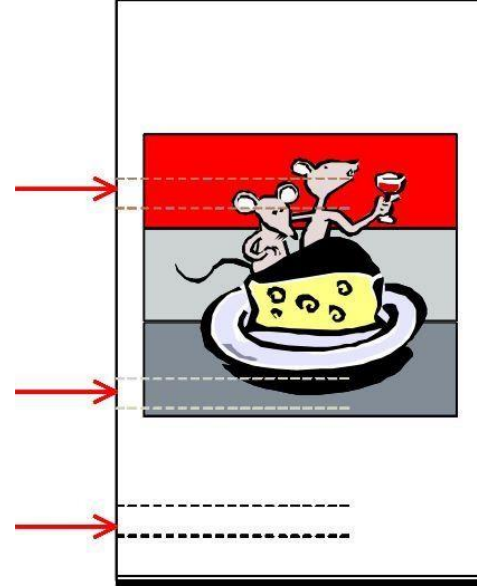
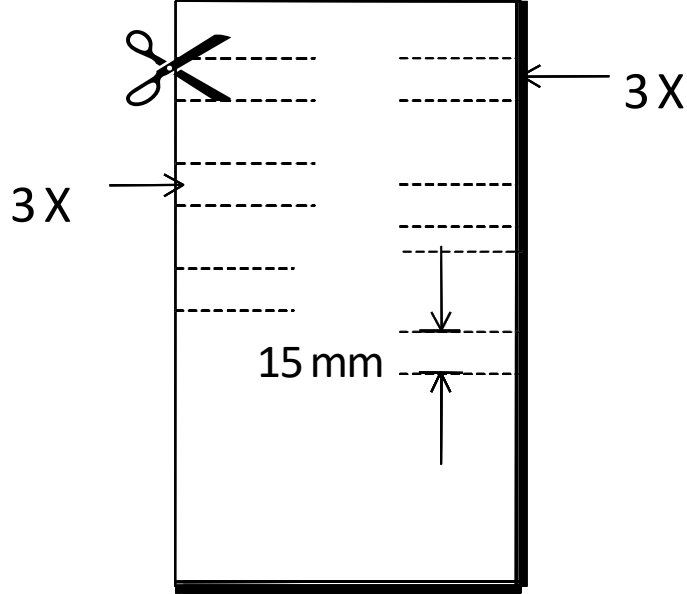
| Solventlerle Laminat Ayrımı



| Isı ile Laminat Ayrımı



Laminat'ın Her İki Tarafının ve Her Renk İçin Test Edilmesi



Henkel KgaA

Ambalaj Malzemesi Test Prosedürü

ITP No. 29

“Lamine filmler için delaminasyon testi”

Yayınlayan: Schroeyers

Onaylayan: Schroeyers

Yayınlanma tarihi: 10.05.98

Baskı değiştirme tarihi: 15.10.04

Sayfa 2

Amaç

- Bu test ile aynı veya farklı plastik türlerinden oluşan iki filmin laminasyon kalitesi değerlendirilir

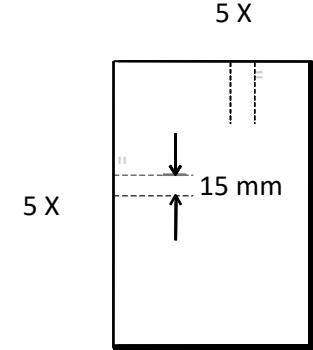
Örneklerin numunelenmesi ve kondisyonlanması

▪ **Parça sayısı**

- Test, en az **10 numune** ile gerçekleştirilir; bunlardan 5'i makine yönünde kesilirken, diğer 5'i **makine** yönünde kesilir
- Numuneleri hazırlamak için, lamine filmler en az iki katmana ayrılmalıdır

▪ **Bu, iki şekilde yapılabilir:**

- Lamine filmin bir ucunda keskin bir bıçakla kesik yapılır. Ara katman zorlanır, sonra el tırnaklarının yardımıyla, filmin iki ucunun çekme makinesinin iki tutacağı arasına bağlamak için iki katman gereken miktarda dikkatlice açılır
- Lamine filmin bir ucu 20-30 mm'ye kadar bir çözücüye batırılır. Amaç laminasyon tutkalı çözmektir



“Lamine filmler için delaminasyon testi”

Yayınlayan: Schroeyers

Onaylayan: Schroeyers

Yayınlanma tarihi: 10.05.98

Baskı değiştirme tarihi: 15.10.04

Sayfa 2

Amaç

- Bu test ile aynı veya farklı plastik türlerinden oluşan iki filmin laminasyon kalitesi değerlendirilir

Numune Alma Kullanma talimatları

- Ayrılan filmin her iki ucu kavramaya dikey yerleştirilir ve sıkıca sıkılır. Her iki film katmanı, tamamen ayrılma meydana gelene kadar 100 mm / dak'lık bir hız ile ayrılır

Test raporu

- Aşağıdaki veriler test raporlarına dahil edilecektir:

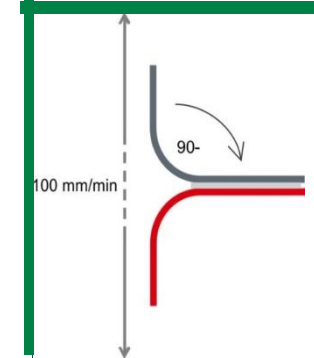
- Filmin tanımı
- Numunelerin sayısı
- Ölçümün ortalama değeri (N)
- Standart sapma
- Tarih ve isim

Değerlendirme

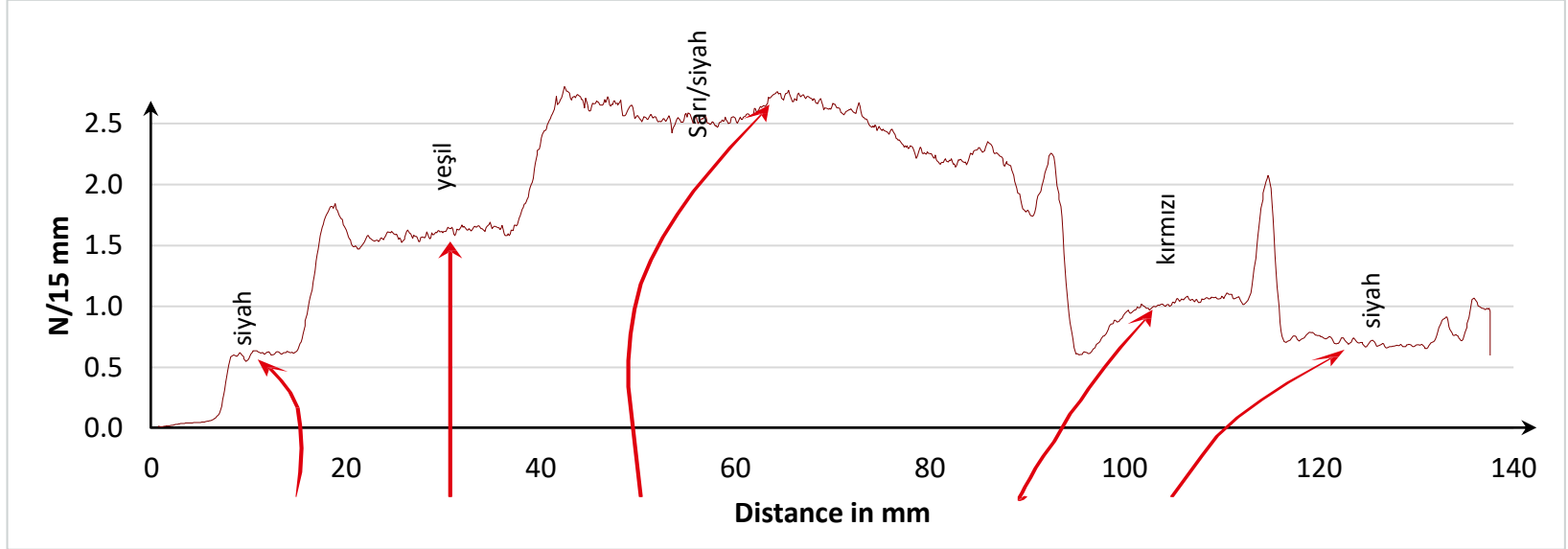
- Belirtilen nominal değerin üzerine çıkılması veya aşılması durumunda test pozitif olarak kabul edilir. Ölçüm sonucu (delaminasyon), SI birimi "(N / 15mm)" ile ISO 1000'e uygun olarak takip edilmelidir

Kaynaklar / Ekler

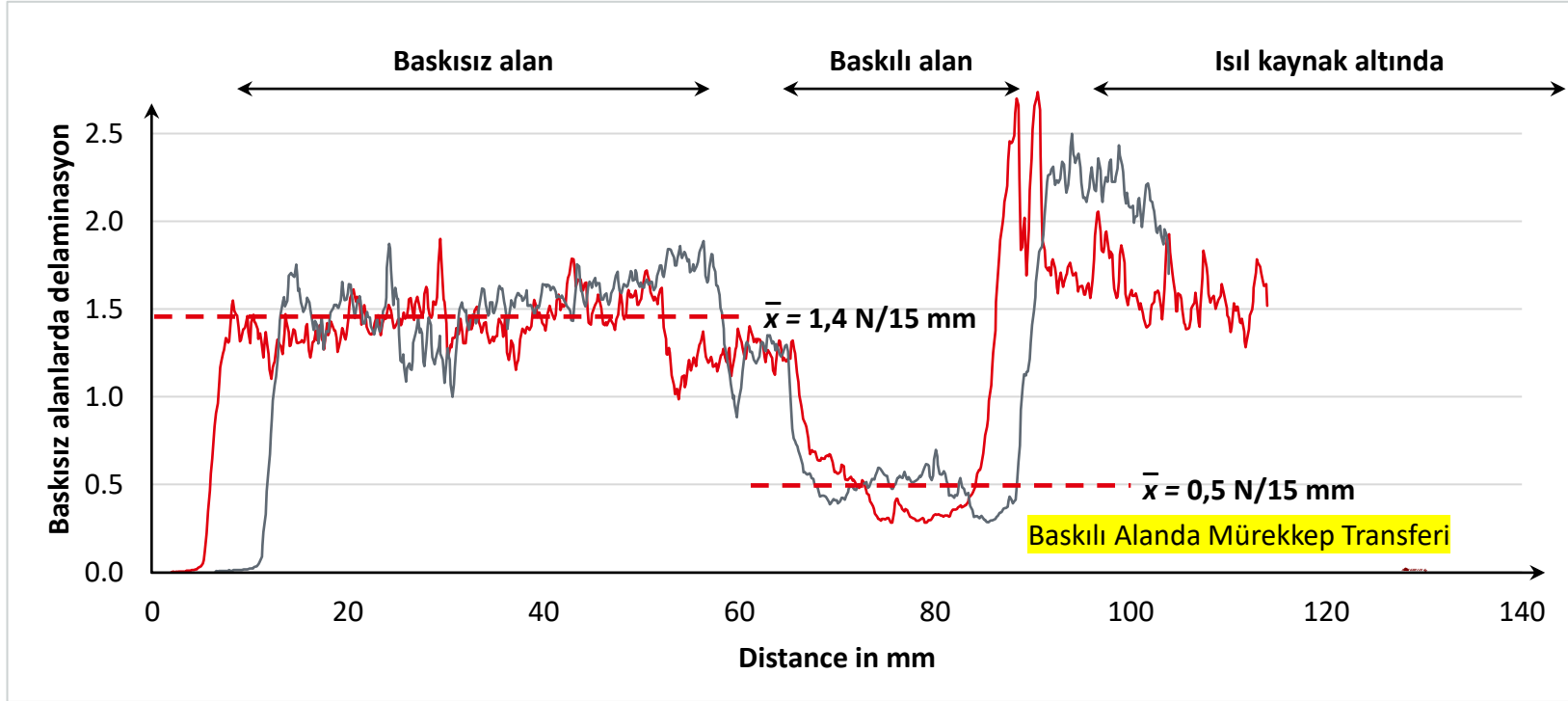
- Bu Henkel prosedürleri aşağıdakilere dayanmaktadır: Henkel testi



Farklı Renklerde Ölçüm



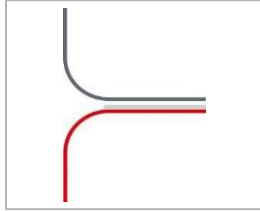
Baskılı ve Baskısız Alanlardaki Bağ Gücünü Karşılaştırınız



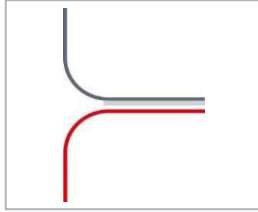
› Yapıştırıcı Doğrulama & Problem Tipi (Hata Modu)

| Yapışkan ayrıldıktan sonra nerede olduğunu bilmeniz kritik mi?

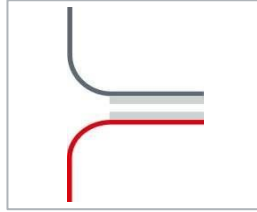
- Başarısızlık modu size bir şey söyler mi?



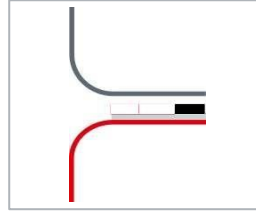
Taşıyıcı filme tutunma yok



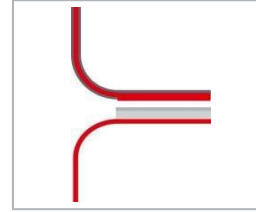
İkinci filme tutunma yok



Tutkal içinden ayrılıyor



Mürekkep transferi



Coex film içinden ayrılıyor



Film kopuyor

| Yapıştırıcı Doğrulama Testi

- 0,1 - 0,2 g Metil Violet göstergesi, 100 ml Aseton içinde çözülmüştür
- Ayrılan laminatı solüsyona batırın, 1 saniye boyunca reaksiyona girmesine izin verin ve fazla çözeltiyi hemen akan su ile durulayın
- Mor renk, tutkal varlığını gösterir



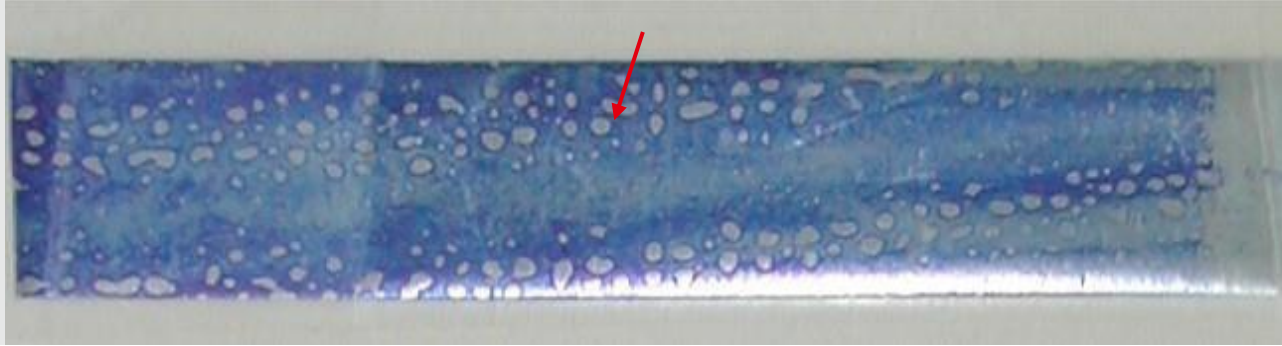
| Yapıştırıcı PE Üzerinde

- Alüminyuma yapışmaz mı?
- B-Kaliteli alüminyum?
Alüminyum yüzeydeki
haddeme yağlar mı?
- Kabartma işlemi için
yapıştırıcı çok mu sert?
Lamineli çok mu soğuk
(soğuk şok)?

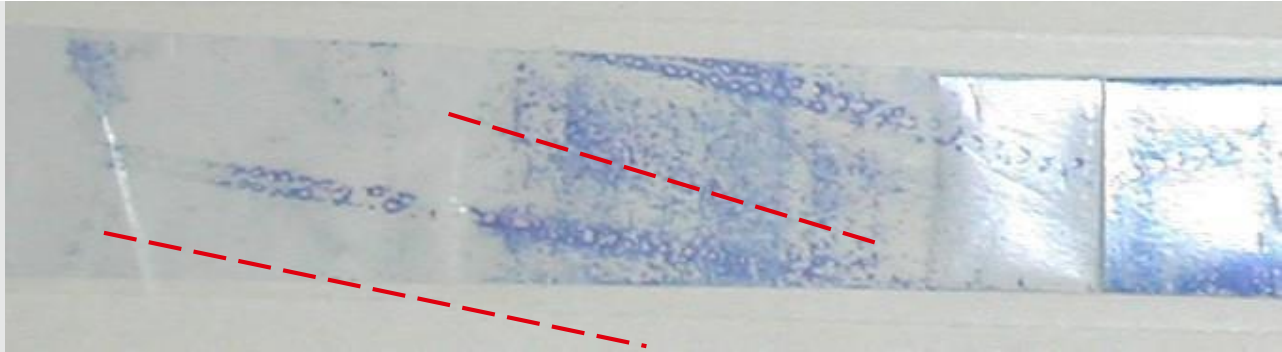


| Yapıştırıcı Uygulamadaki Kusurlar

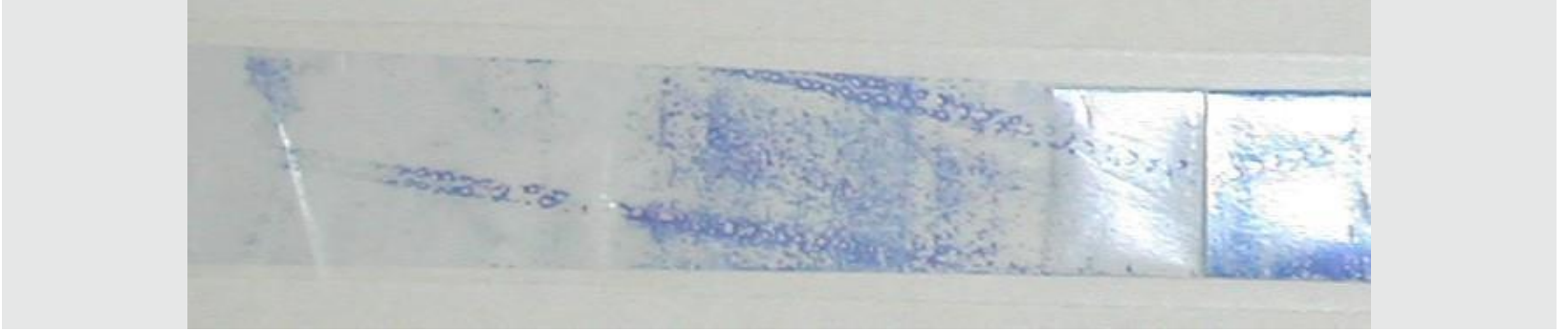
**Islatma
başarısızlıkları**



**Monofilm
katlanmaları**

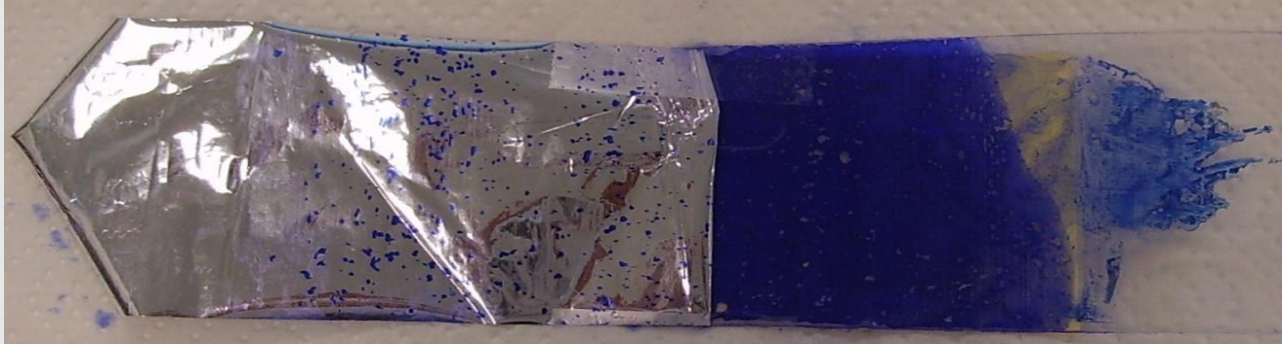


| Renk Yoğunluęu Kaplama Aęırlıęının Göstergesidir

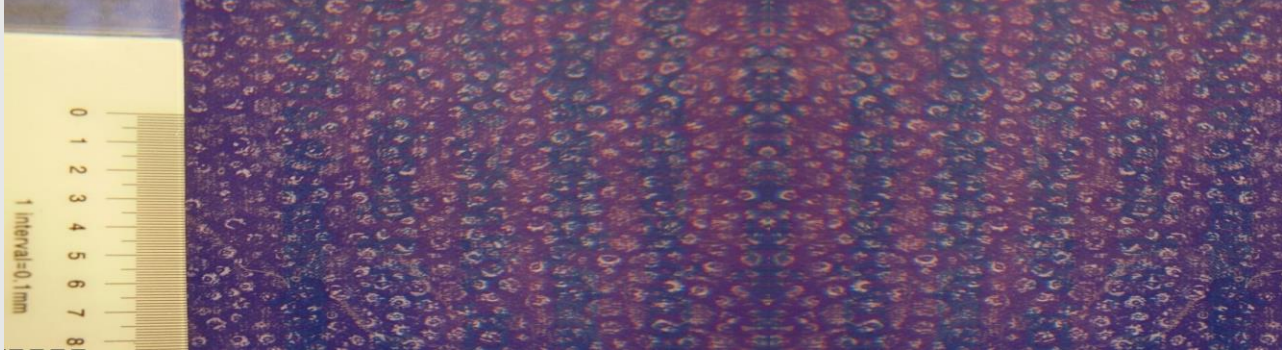


| Yapıştırıcı Uygulamadaki Kusurlar

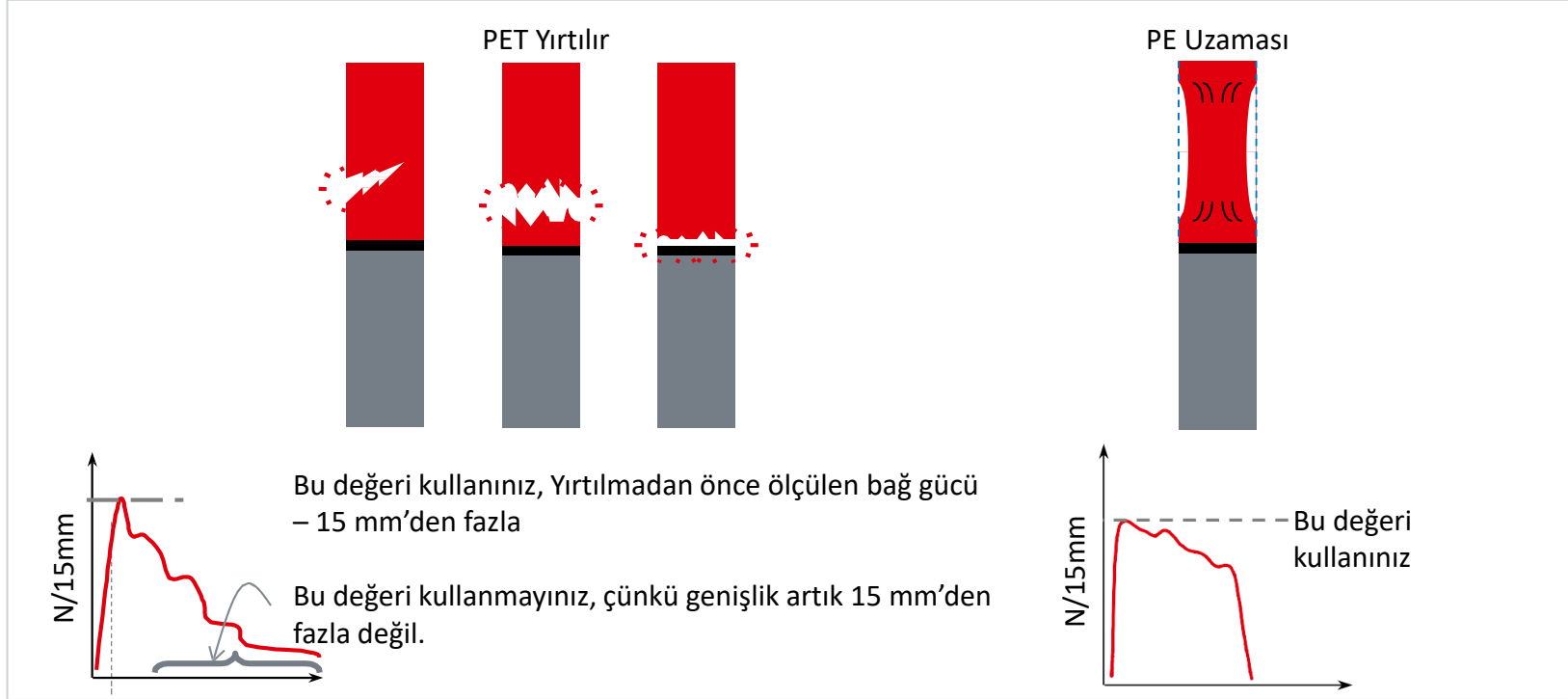
**Mikro-
deleminasyon-
lar**



**Islatma
başarısızlıkları**



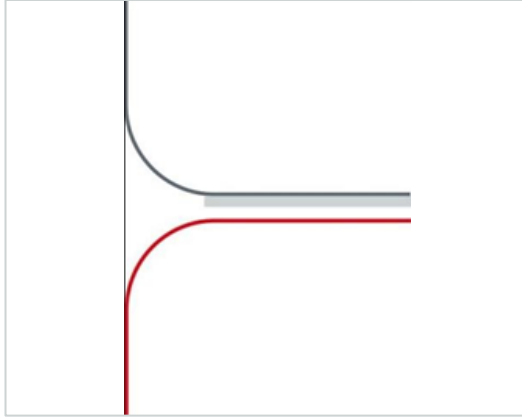
| Yüzey Yırtıkları veya Uzamaları



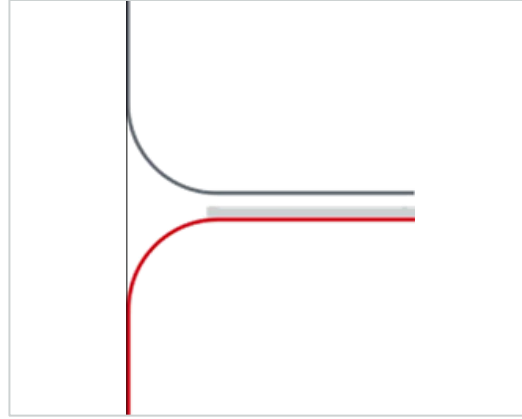
| Delaminasyon

Monofilmlerden birine yapışma yok

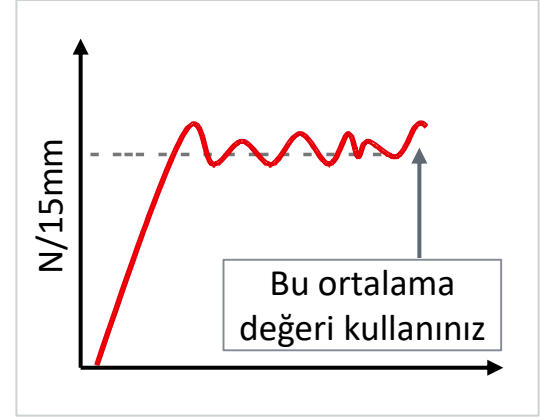
Bunu nasıl tespit edersiniz? Bu neden oluyor?



- Taşıyıcı web (film) yapışmaz

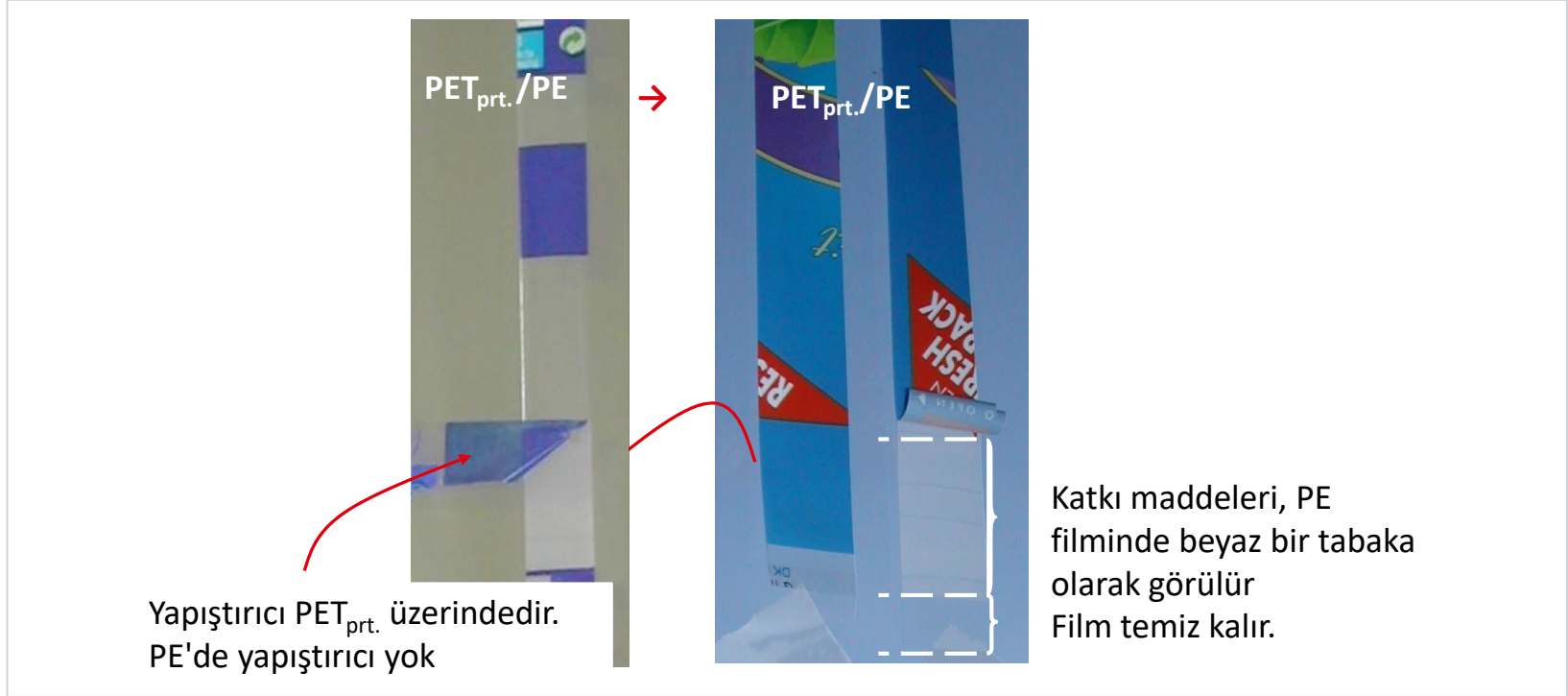


- İkinci web (film) yapışmaz

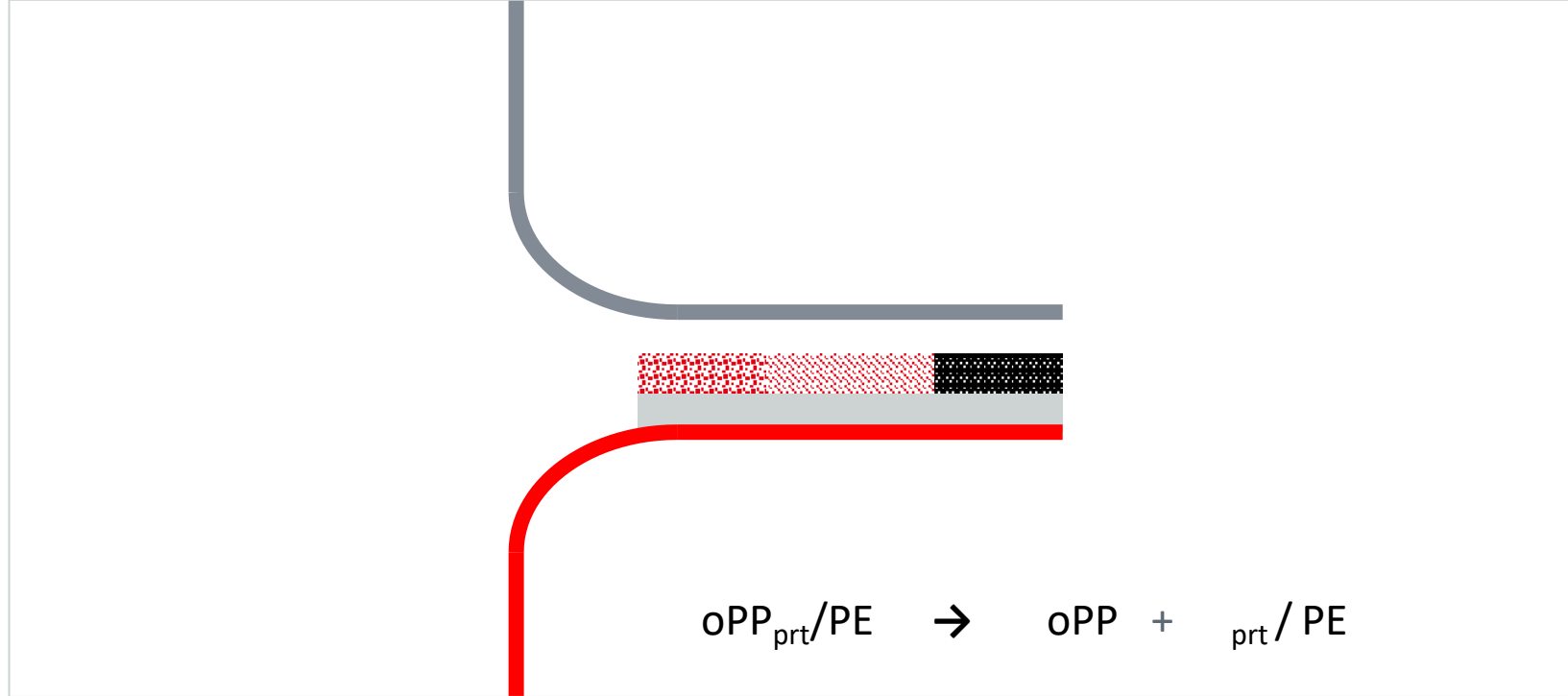


> Sorun giderme oturumu için bekleyiniz

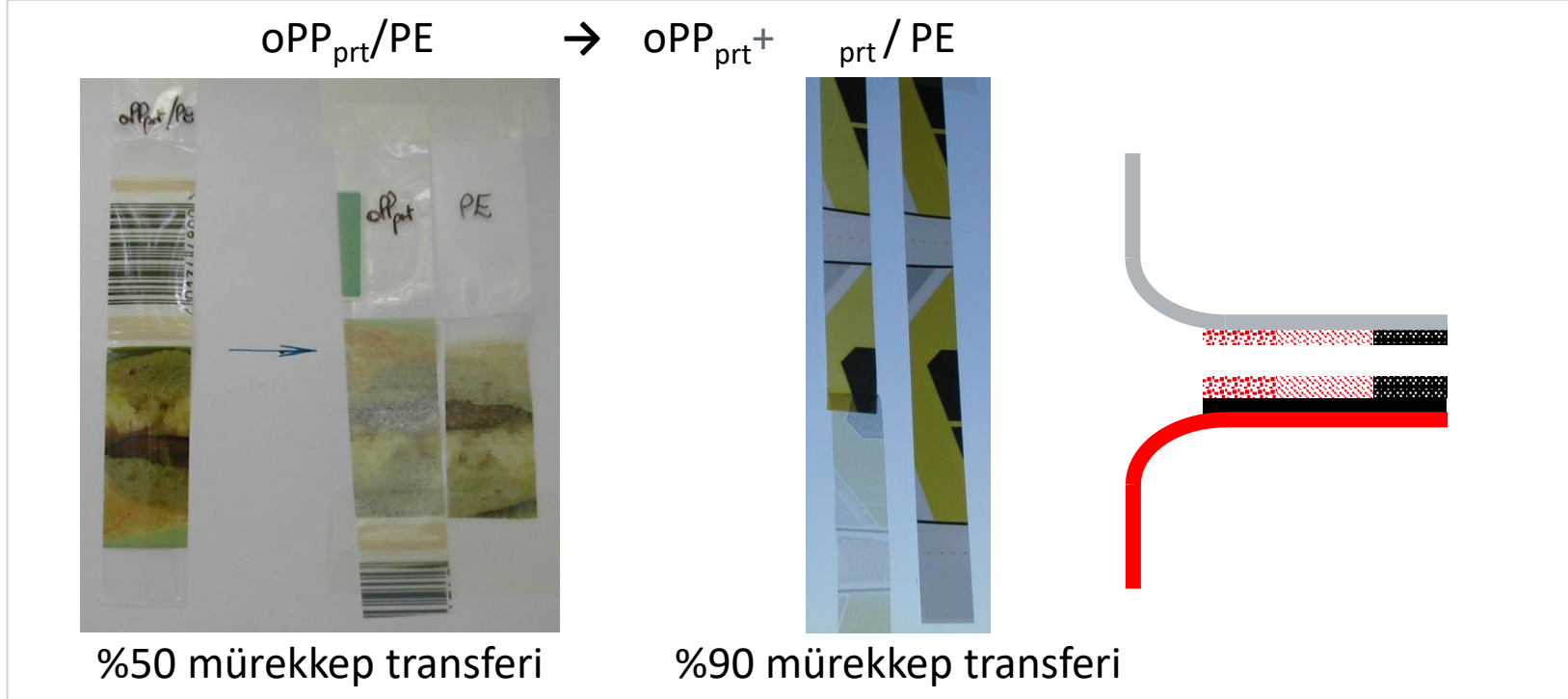
| Delaminasyon - PE Yüzeyinde Katkı Maddeleri Varlığına Bağlı Yapışma Yok



| Delaminasyon Tam Mürekkep Transferi



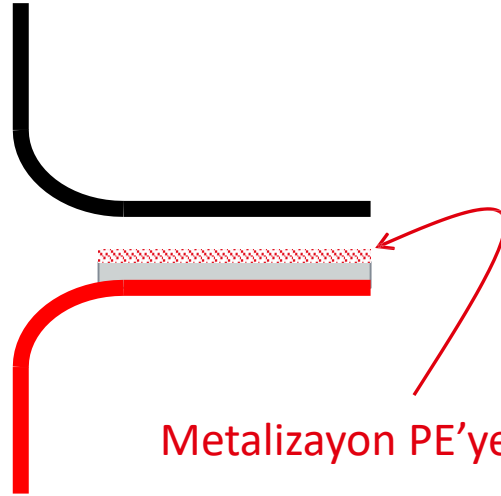
| Delaminasyon Kısmi Mürekkep Transferi



| Delaminasyon – Kaynak bölgesinde mürekkep transferi



| Delaminasyon – Metal Transferi



Metalizasyon PE'ye geçti

$PET_{prt.} / PET_{met} / PE \rightarrow PET_{prt.} / PET + met / PE$

| Yapıştırıcı Tam Kürlenmeden Isıl Kaynak

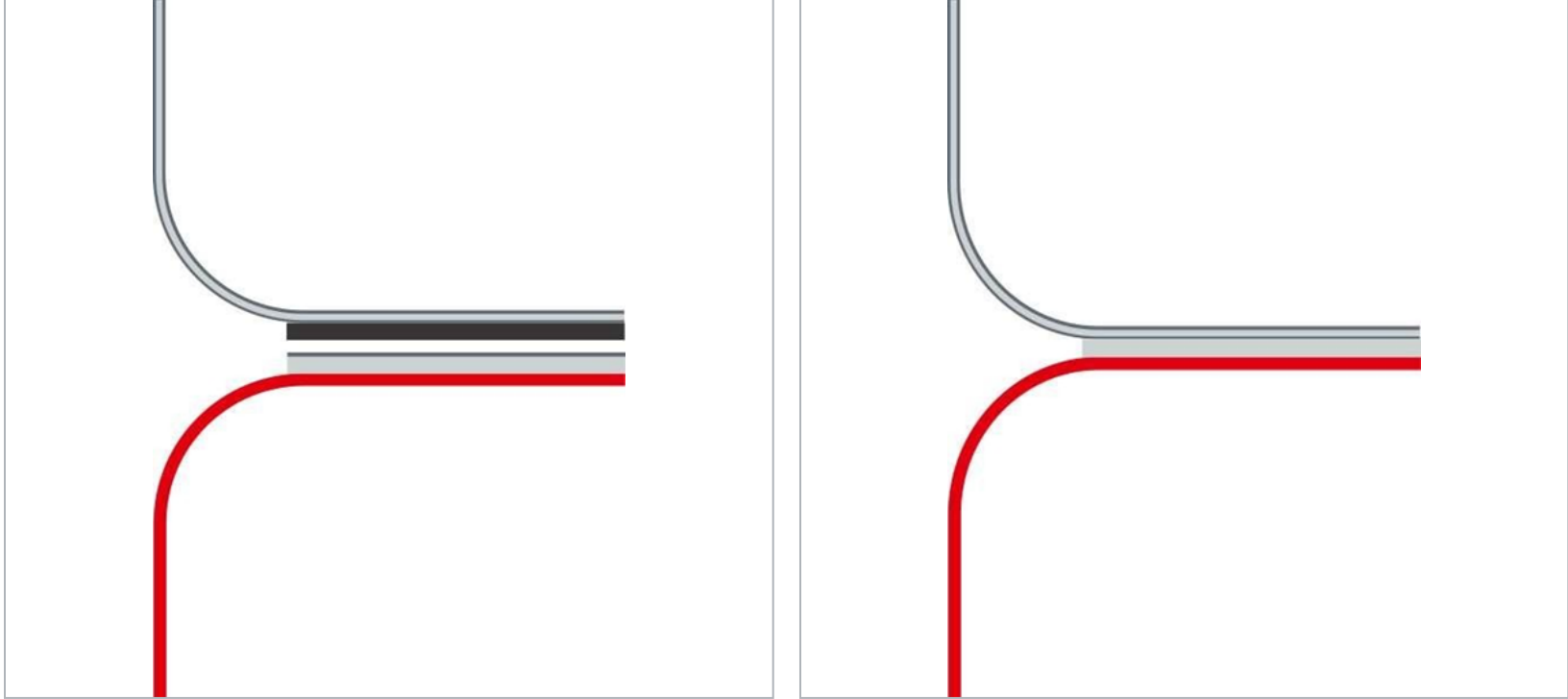


Kürlenmeden sonra hata modu mürekkep transferi olarak değişti.



- Isıl kaynak sırasında yapıştırıcı tamamen kürlenmedi ve ısı direnci yoktu
- Kaynaklı bölgede tünelleşmeler oluştu

| Delaminasyon - Monofilm'in Coex-yırılması



| Sürtünme Katsayısı (COF)

Statik

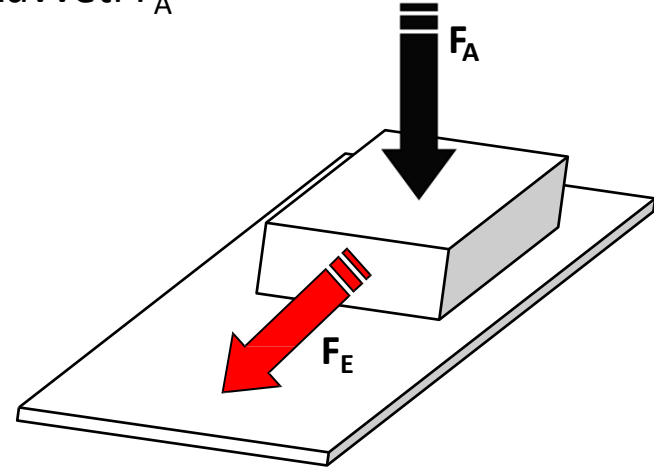
Kinetik

Filmden filme

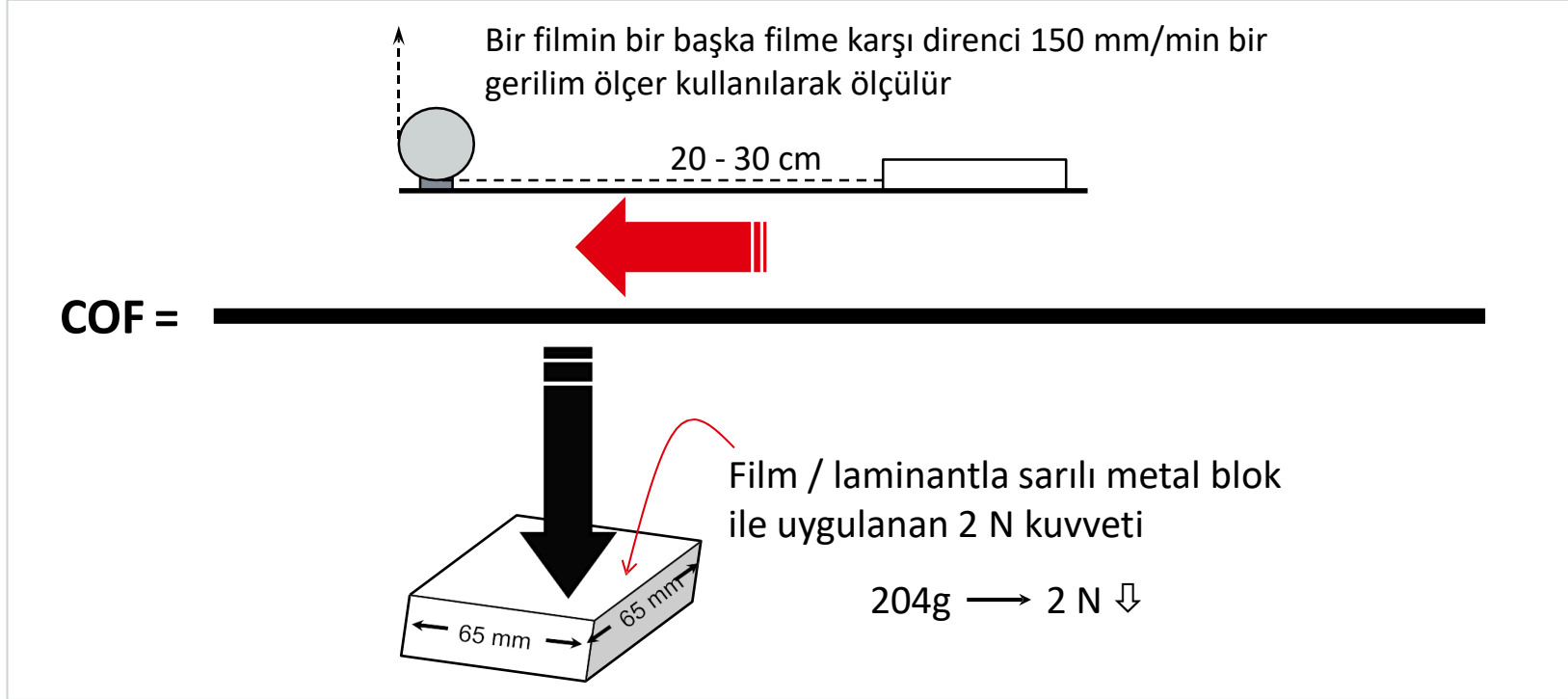
Filmden metale

| Sürtünme katsayısı ölçümü (CoF)

$$\text{CoF}_{\mu} = \frac{\text{Sürtünme kuvveti } F_E}{\text{Basınc Kuvveti } F_A}$$



| Sürtünme Katsayısı tanımı



| Gaz Kromatografisi: Headspace Analiz Cihazı

- Neden laminantı GC için test ediyoruz ya da GC'yi nerede kullanıyoruz?



➤ Tutulan solventlerin seviyesini bulmak için

| GCHS tarafından kalan çözücüler

Standard

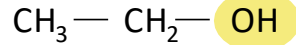
Solvent	Sp Özgül Ağırlık	Kaynama Noktası°C
IPA	0.786	82.6
MEK	0.805	79.6
EA	0.897	77.1
MIBK	0.802	117-118
TOL	0.87	111

Fill Here Area

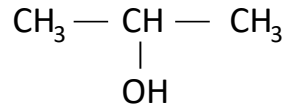
Solvent		Area of Std Sol
I.P.A	28.4	1095.9
M.E.K	31.5	1129.2
E.A	160.7	893.4
M.I.B.K	40.8	1035.5
TOL	47.9	1367.2

- Kalan solventler baskı işleminden ve solvent bazlı laminasyon işleminden gelebilir
- Nasıl test edilir:
 - Sarılmış laminant - şeritler halinde kesilmiş / sabit alanlı parçalar (100 cm²) ve cam şişeye konur
 - 130°C dereceye ısıtılır ve değişime uğrayan solventler headspace kolon boyunca analiz edilir ve bilinen boşluklarla karşılaştırılır

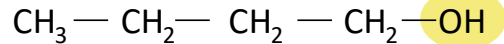
| İncelticilerin (geciktiriciler) yalnızca tek aktif tarafı vardır



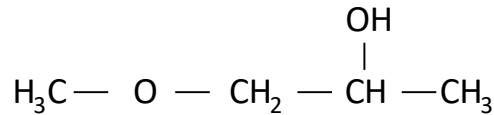
Etanol, Etil alkol



İzopropanol



Bütanol



**Dowanol PM
(propilen metil glikol eter)**

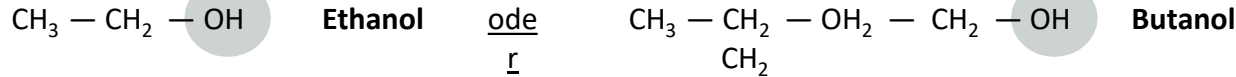
< 5mg/m²

Geciktiriciler Zincir Sonlandırıcıdır ve Kür İşlemini Kesintiye Uğraticıdır

Çoklama yoluyla normal zincir uzaması

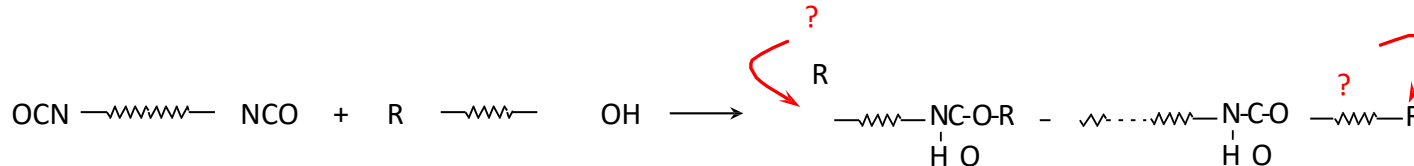


Geciktiricilerin yalnızca tek aktif tarafı vardır



Zincir sonlandırma sonuçları: yapışkan yumuşak ve yapışkan kalır

Zincir Sonlandırma



- Fırın ile hızlı yaşlandırma testi:
 - Yapıştırıcı mukavemetini ve yapışkanlığı fırın öncesi ve sonrası karşılaştırınız (Laminat numunesi fırında 80° C / 1 saat ısıtılır)
- Karışım oranı doğru değilse, o zaman
 - NCO fazlalığı ile
 - Fırın yaşlanmasından sonra bağ gücü artar
 - Yüzey yapışkanlığı azalır
 - OH fazlalığı ile
 - Fırında testi sonrası düzelme görülmemiştir
 - Yüzey yapışkanlığı kalır

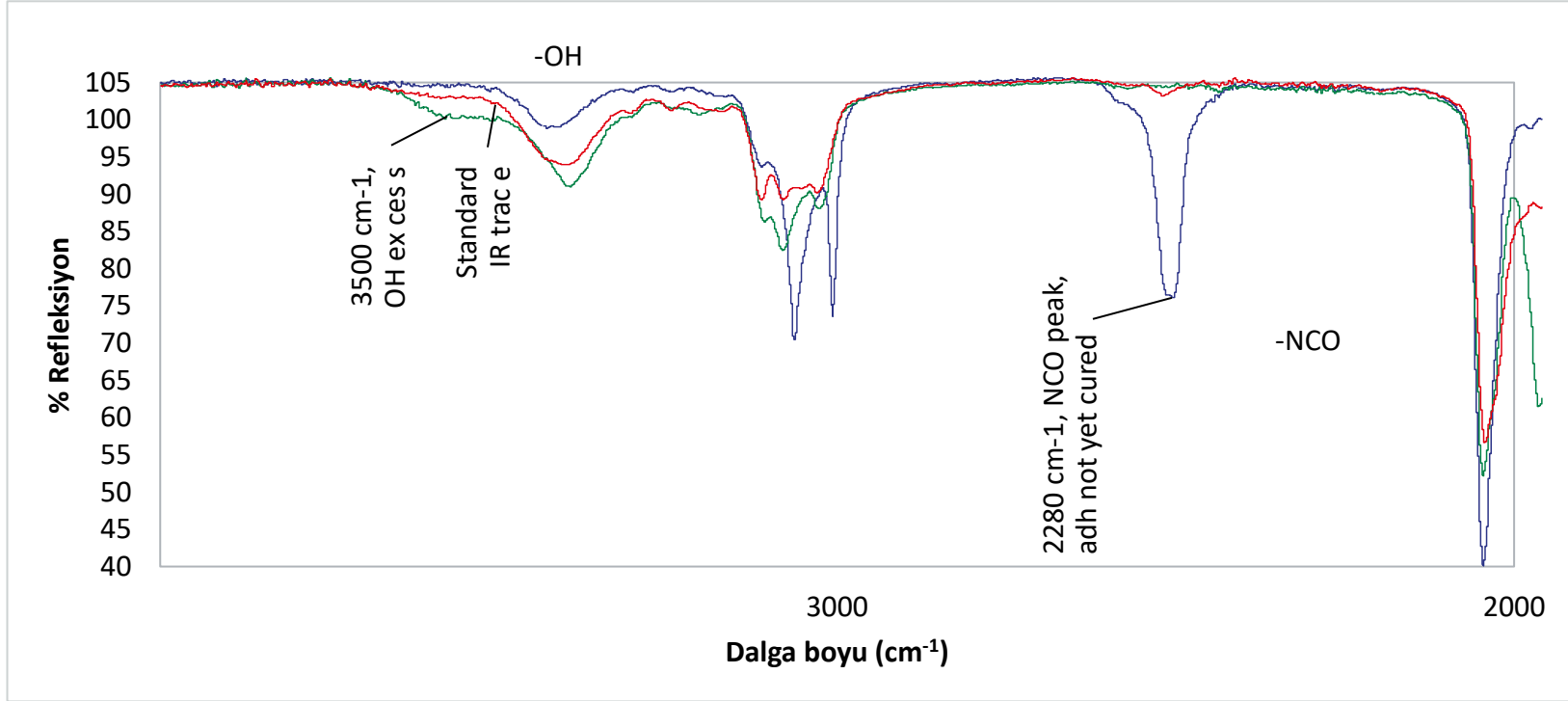
| Karışım Oranı Hata Analizi

Teyit için test: Delamine numune IR ışığı altına alınır.

- Karşılaştırma için OH ve NCO nun tepe değerlerini kontrol edin
- NCO en yüksek 2280Cm^{-1} civarında görünür
- OH en yüksek değere (daha geniş) yaklaşık 3500Cm^{-1} de ulaşır



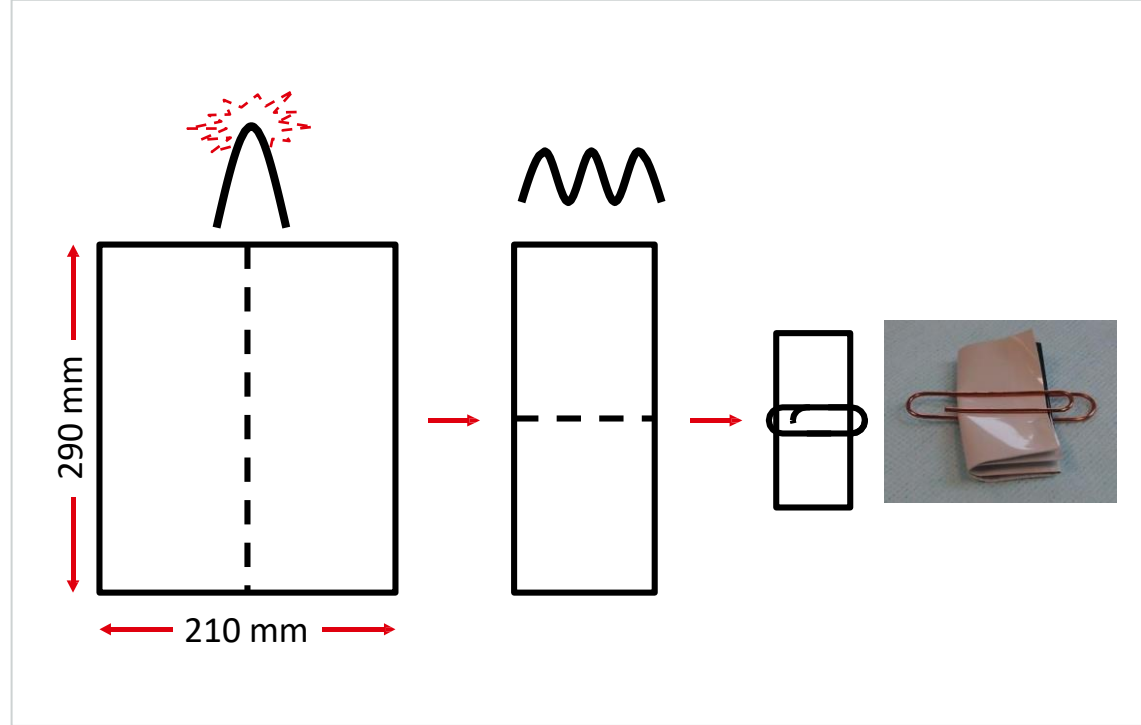
| IR'de Referansa Göre NCO ve OH Fazlalığı



Dikkat: Solventten fazla OH'lar da gözükür

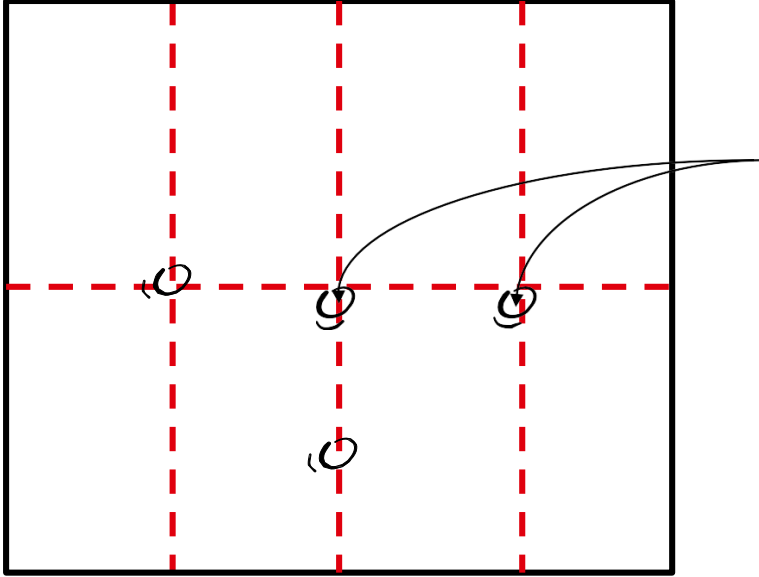
“Katlama Testi”

- 60° C'de 80° C'de bir fırında bırakılan, katlanmış ve sıkıştırılmış A4 numunesi, açılır ve soğumaya bırakılır

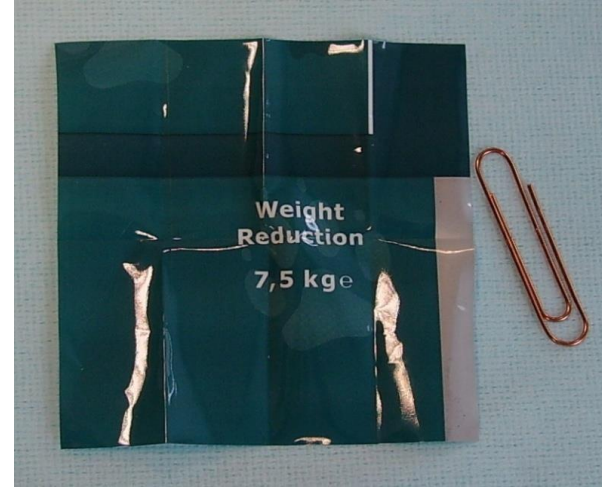


| Delaminasyonlar için bakınız

- Yapışkan çok yumuşak olduğunda, iki film birbirine göre hareket ettirilir - tüneller veya kabarcıklar oluşur



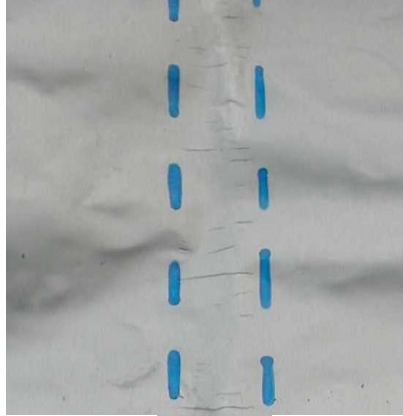
Delaminasyonlar?



| Delaminasyonlar için bakınız



| Kürleşmemiş (yapışkan) Şeritler – Kırıxıklık Testi ve IIR ile ortaya çıkar

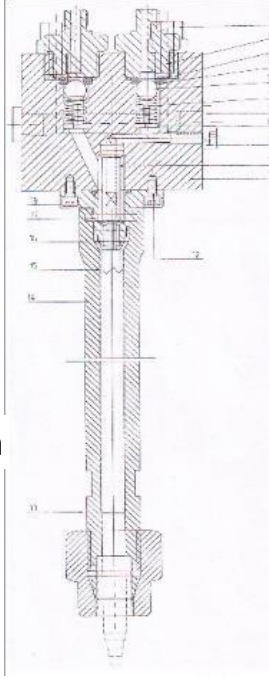


IR tamam

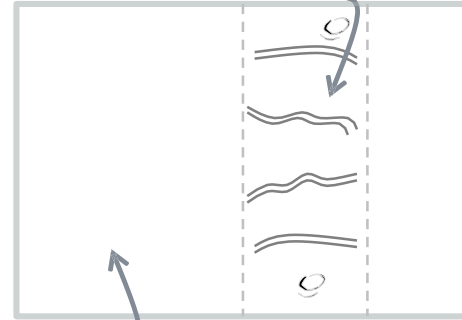
IR tamam



IR iyi değil



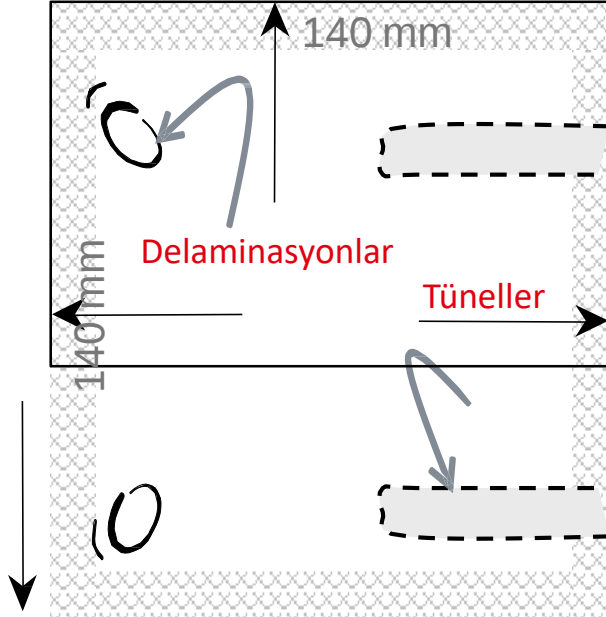
Fazla OH ile
karışım oranı



Karışım
oranı
doğru

| Pastörizasyon ve Kaynama

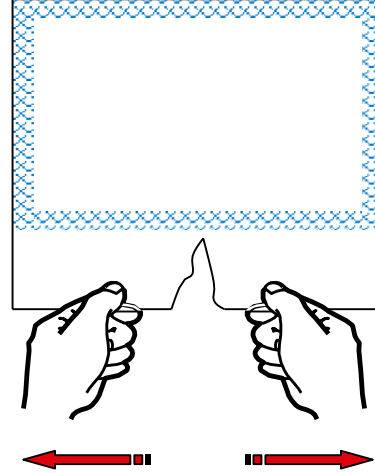
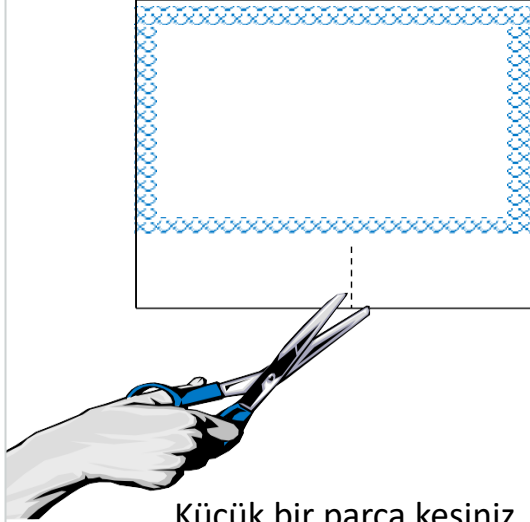
140 mm X 140 mm, 100 ml su ile dolduruldu



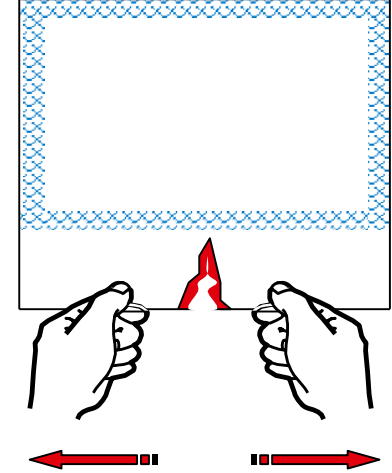
30 dk sonra 90° C'de, keseyi çıkarınız ,
soğumaya bırakınız ve kusurları arayınız



| Lamine Film Üzerinde Sıcaklığın Etkisini Yargılayın



Laminantı gerin Laminant
yırtılırsa, yapışkan ısıdan
etkilenmemiştir

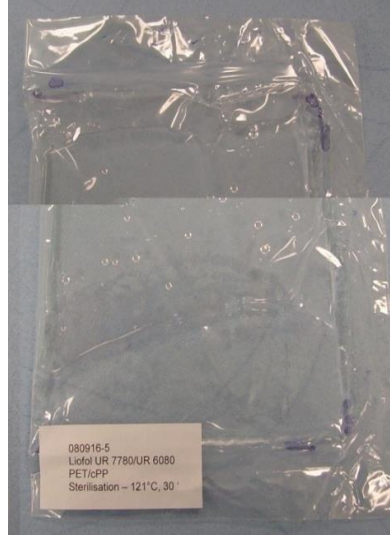


Laminantın gerilmesi
Laminant ayrılırsa yapışkan
ısıdan etkilendi

| Örnekler



Kaynamadan sonra:
Laminantta tüneller



080916-5
Liefel UR 7780/UR 6080
PET/PP
Sterilisation - 121°C, 30'



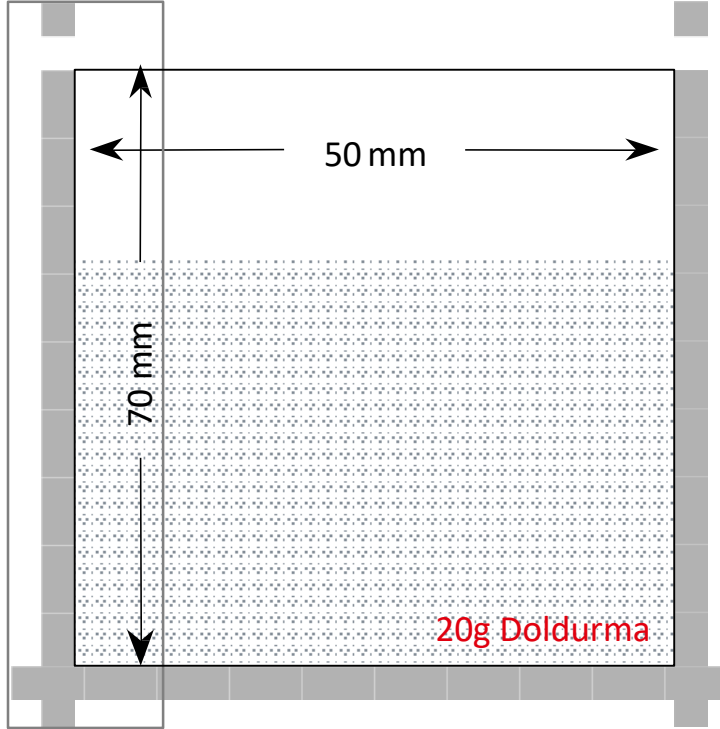
Mürekkep bozundu

| Örnekler

- Kaynak başarısız!
- Pastörizasyon sonrası mürekkep transferi



| Ürün Doldurma testleri – 14 gün 40°C'ta BS, HSS önce/ sonra



1:1:1 Karışım

($\frac{1}{3}$ ketçap, $\frac{1}{3}$ sirke, $\frac{1}{3}$ zeytin yağı)



Deterjen sıvısı

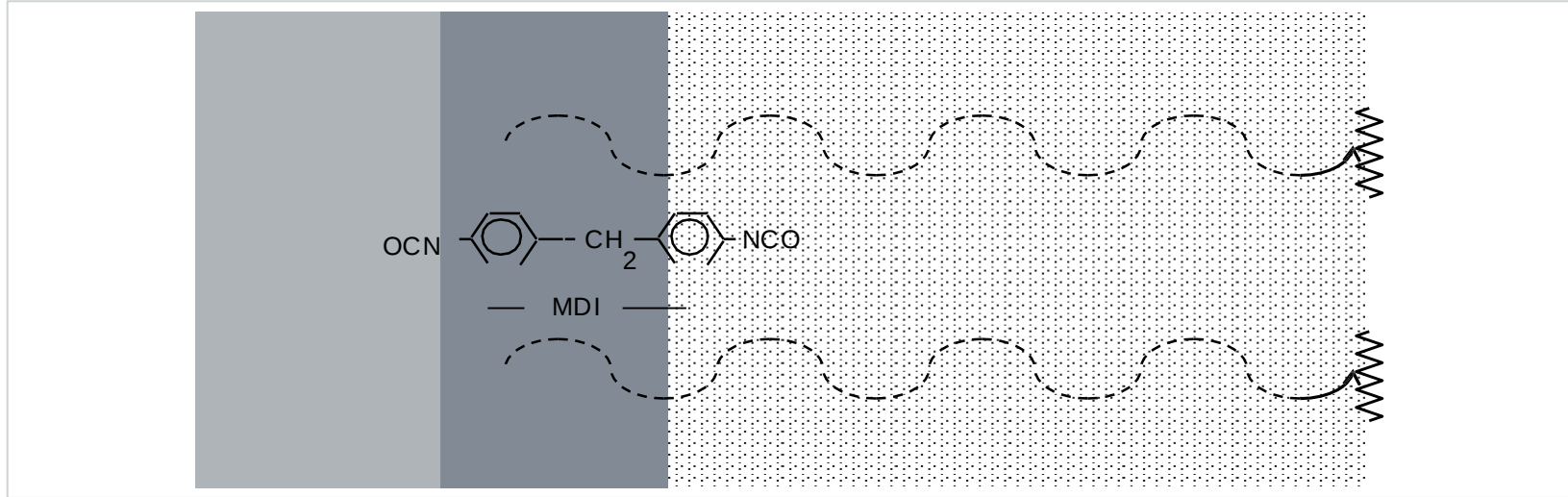


| Doldurma Ürünler Testi – 14 gün 40°C'ta BS, HSS önce/sonra



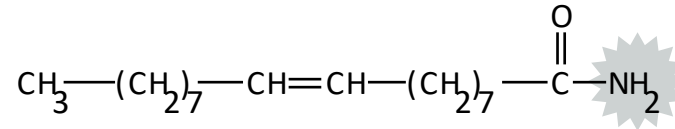
| Anti-Seal etkisinin nedenleri (ASE)

- Reaksiyona girmemiş monomerik izosiyanatın kaynak yüzeyine migrasyonu
- Kaydırma ajanları (Slip) ile reaksiyonu
- Korona İşlemi

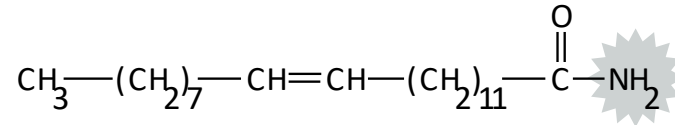


| Kayma Ajanlarının etkisi

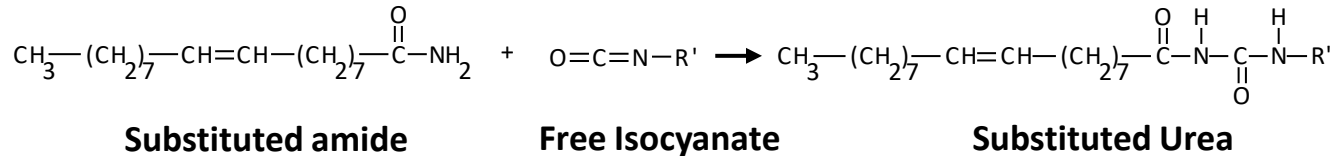
- Oleamide ve erucamide (CoF'yi düşüren) gibi kayma ajanları, göç etmiş -NCO gruplarıyla reaksiyona girebilen reaktif gruplar içerir, ve reaksiyona girerek üre oluşturur.



Oleic acid amide



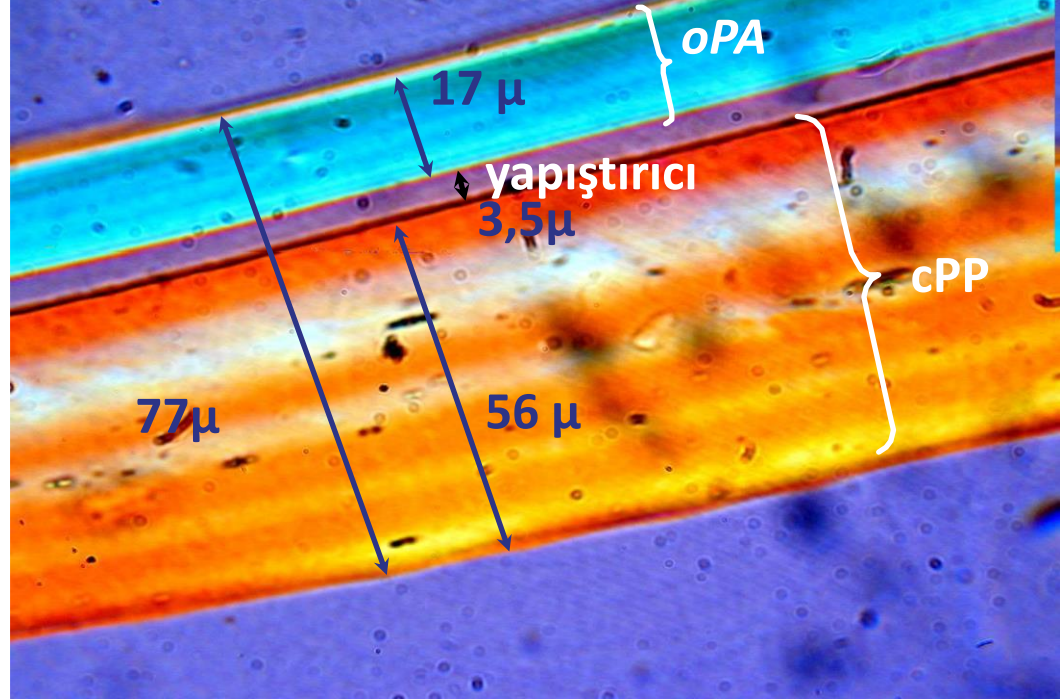
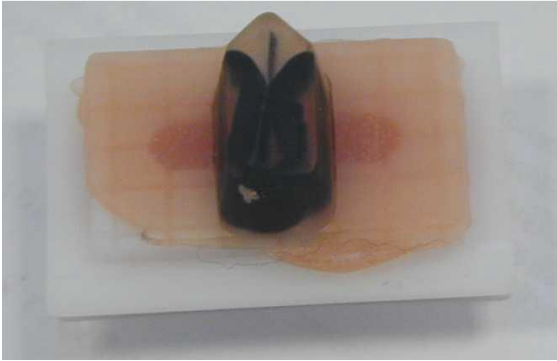
Erucamide



| Şüpheli bir ASE ile Karşılaştığında Yapılması Gerekenler (Anti-Seal Effect)

- Etil asetat silme öncesi ve sonrasında ısı kaynak mukavemetini karşılaştırın. Erime noktası > 250 ° C olan bu maddeler solvent ile yüzeyden giderilir. Silme öncesi ve sonrasında ısı kaynak arasındaki belirgin farkı ASE işaret eder
- Kaynak katının yüzey gerilimini test edin - korona gösterebilir
- IR Analizi, aromatik türlerin varlığı 1510 cm^{-1} ve 1600 cm^{-1} yanı sıra 1646 cm^{-1} ve 1545 cm^{-1} de emilim ile gösterilir. Bu değerler kaynak olmama etkisinin bir göstergesidir

| MicroTom Kesim Analizi / Tutkal Kalınlığı

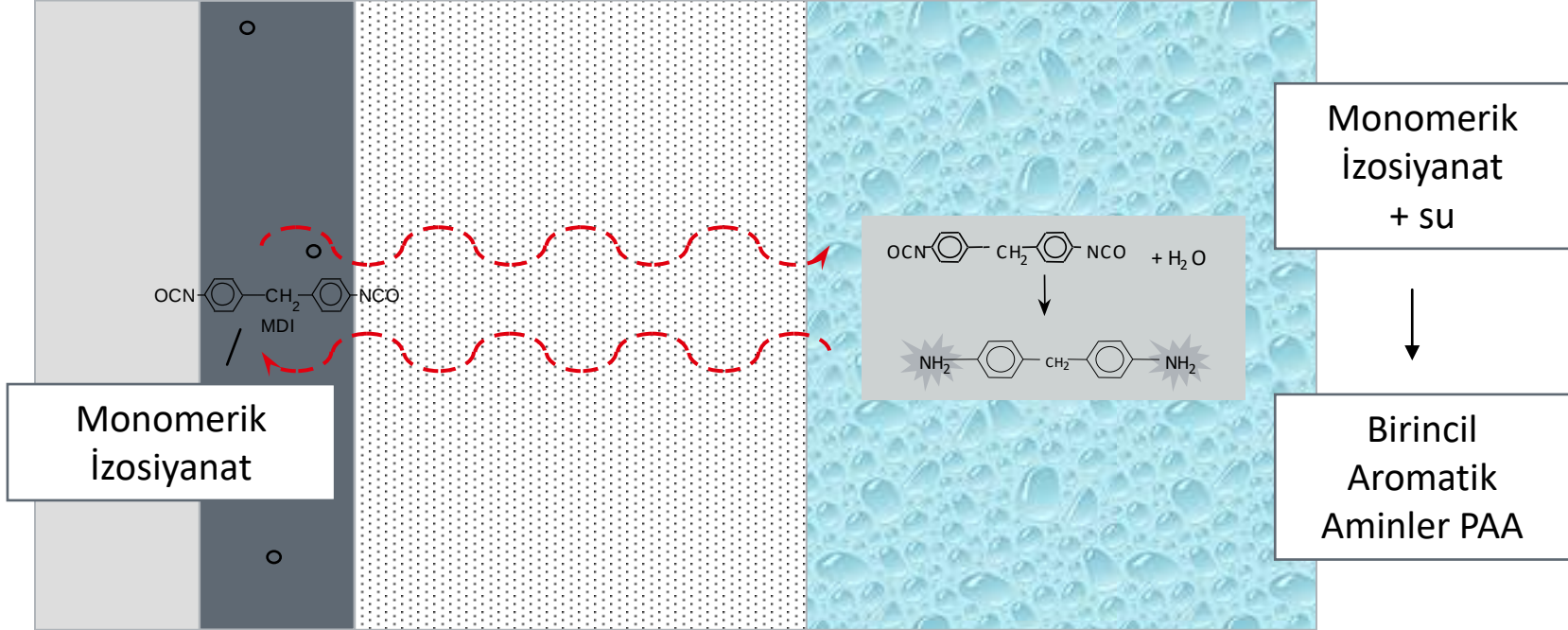


| PAA Testi

Dış Katman yapıştırıcı.

İç Katman

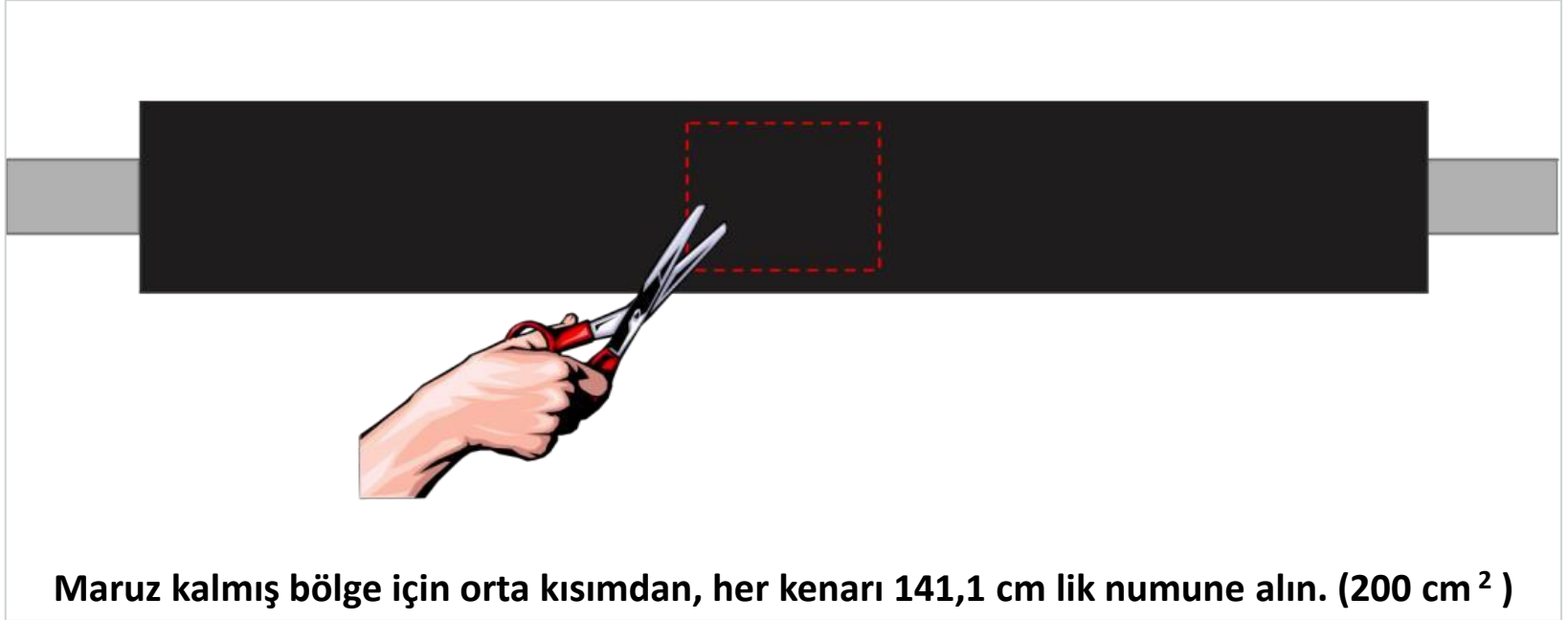
Sulu içerik



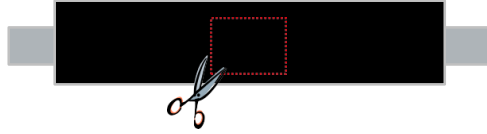
| Migrasyon

Ařama 1

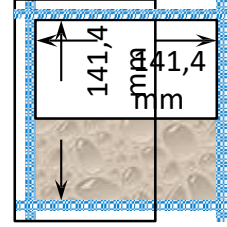
- Ekstraksiyon için rulonun ortasından numune kesin



Fotometrik “FR” metodu prensibi



Ortasından numune
alınız.



Torba yapınız ve doldurunuz
+ 100 ml% 3 asetik asit



70°C'ta 2 saat
depolama



Kim. Reaksiyon

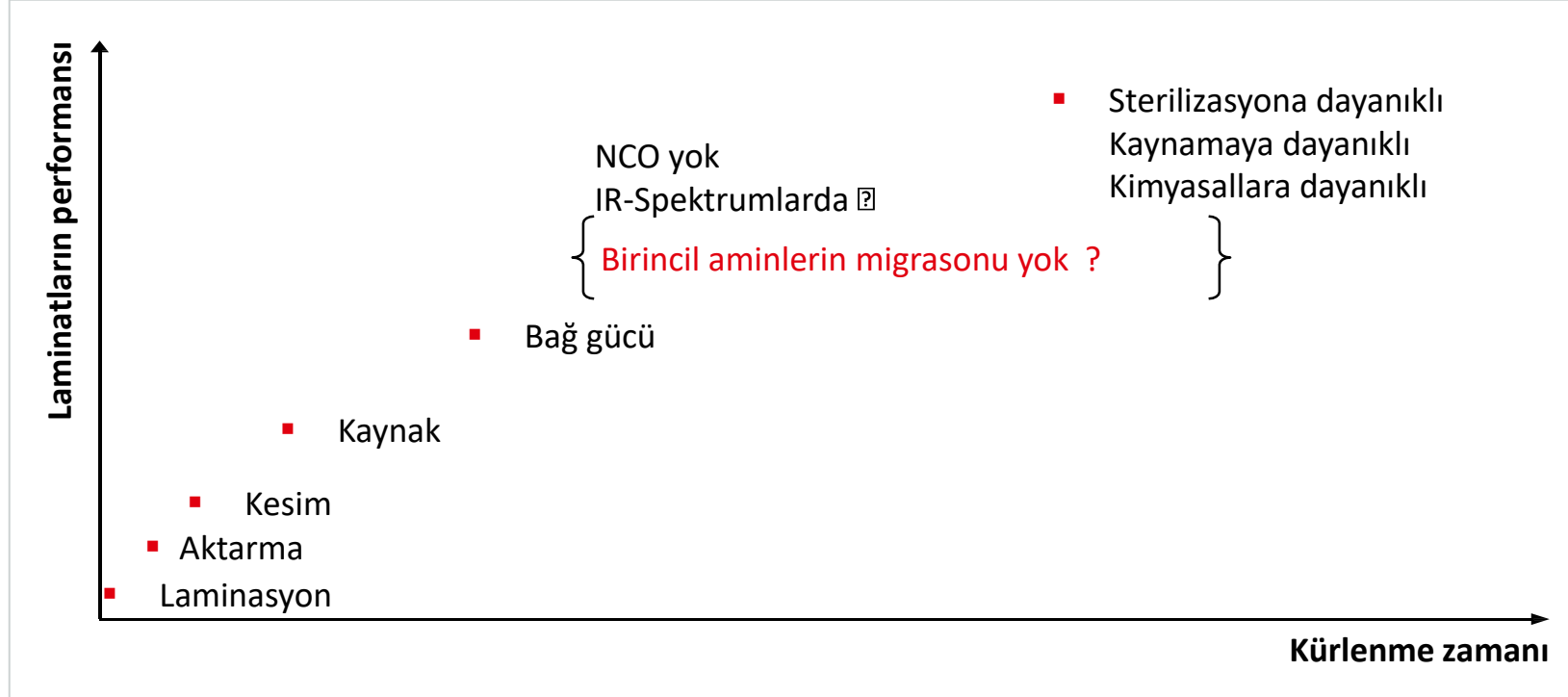


Türevlendirme



Fotometrik ölçüm

| K rlenme → Performans ↑



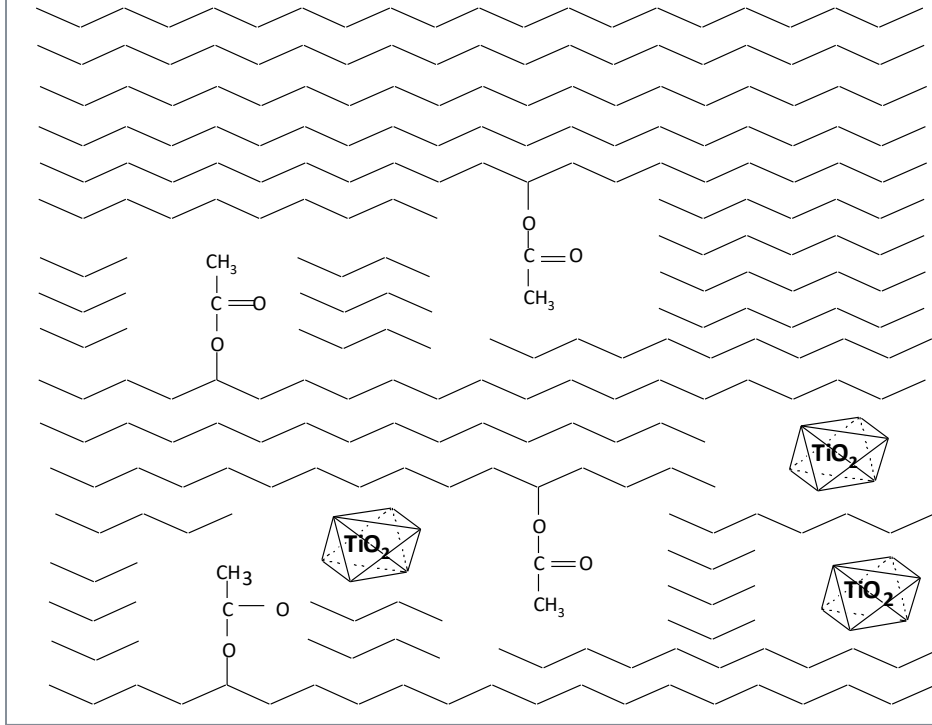
Yapıştırıcılar

- Monomerik içerik (SF:% 0,1 -% 30, SB: <0,1-5%)
- Kürlleme mekanizması
- Uygulama ağırlığı
- Karışım oranı

Laminasyon ve depolama koşulları

- Sıcaklık
- Hava nemi
- Rulo kalınlığı ve genişliği

| Migrasyon Zamanını Etkileyen Faktörler Bölüm 1



Malzemeler

- Kullanılan filmler
- Kalınlık
- Katkı maddeleri (e.g. Pigmentler, EVA)
- Laminant yapı

| Fotometrik “BFR” Metod

- Rengin yoğunluğu, reaksiyona girmemiş NCO monomerlerinin migrasyonu ile ilgilidir
- Algılama limiti 2ppb



1,120 ppb

600 ppb

120 ppb

76 ppb

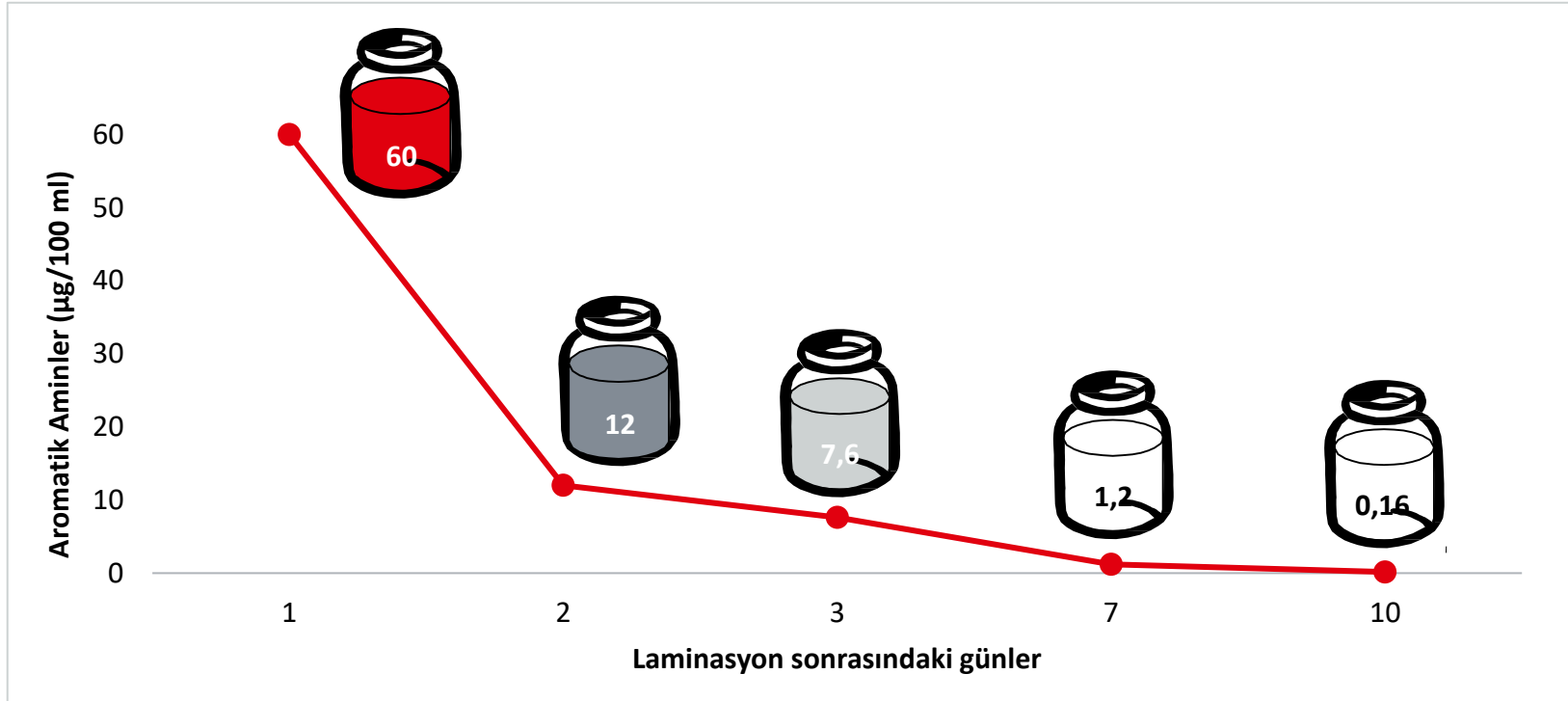


28 ppb

12 ppb

< 2 ppb

| Zamanla Aromatik Aminlerin Azalması

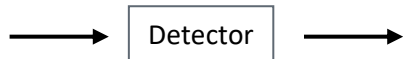


C18 Kolon ve PDA-HPLC Enstrümanı Kullanılarak Bulgu

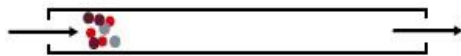
- Checking compliance with specific limits requires suitable analytical methods, such as chromatographic procedures



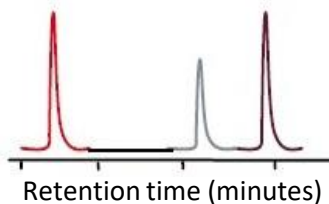
Migration solution
or extract



Chromatogram is generated, retention time and peak height allow conclusions to drawn as to identity and content of the individual components



Separating substances out of a mixture on a chromatographic column: The individual components elute from the column at different time points



> **Referans noktaları kullanarak içeriğini hesaplama**

Teşekkürler!



This material has been visually improved with the help of our team at the Graphic Design Center in SSC Manila. To know more about this service, please visit <http://graphics> in the Henkel portal.

