

利用真空衰减法测试预包装食品密封性

贝荣华¹, 段逸品¹, 林洁¹, 杨焕新², 周萍², 李天广³, 李丹^{1*}
(1.广州海关技术中心, 广州 510623; 2.英福康(广州)真空仪器有限公司, 广州 510620; 3.美赞臣营养健康创新研究院, 广州 510145)

摘要: **目的** 预包装食品的密封性关系到食品质量与安全。本文针对预包装食品目前普遍采用水检气泡法时灵敏度不足的问题, 采用真空衰减法检测食品包装的密封性。**方法** 分别利用2种不同检测技术对市面上55款预包装食品样品进行密封性检测, 并根据包装类型、封合方式、包装规格等不同分类方式将测试数据进行综合比较分析。**结果** 水检气泡法测试成本低, 可明显地指示出泄漏位置, 但方法灵敏度较低, 且无法准确定量; 真空衰减法可在不破坏原有包装的情况下, 大幅度提高检测灵敏度, 并得到定量数据, 但无法准确指示泄漏点位。**结论** 真空衰减法可以作为水检气泡法的有效补充方法在实际工作中使用。

关键词: 真空衰减法; 食品包装; 密封性

中图分类号: TB487 文献标志码: A 文章编号: 1001-3563(2024)03-0147-06

DOI: 10.19554/j.cnki.1001-3563.2024.03.017

Test on Integrity of Packaging for Prepackaged Foods by Vacuum Decay Method

BEI Ronghua¹, DUAN Yipin¹, LIN Jie¹, YANG Huanxin², ZHOU Ping²,
LI Tianguang³, LI Dan^{1*}

(1. Guangzhou Customs Technology Center, Guangzhou 510623, China; 2. INFICON (Guangzhou) Vacuum Instrument Co., Ltd., Guangzhou 510620, China; 3. MeadJohnson Nutrition Health Innovation Institute, Guangzhou 510145, China)

ABSTRACT: The integrity of prepackaged foods is related to food quality and safety. The work aims to test the integrity of food package through the vacuum decay method to solve the problem of insufficient sensitivity of the water bubble detection method usually used in prepackaged foods. Two detection techniques were used to test the integrity of 55 prepackaged foods in the market, and the results were compared according to the different detection methods, packaging types, packaging sealing methods and packaging specifications. The results showed that although the water bubble detection method could clearly indicate the leakage location with low cost, but the sensitivity of the method was low, and it could not be accurately quantified. The vacuum decay method could greatly improve the detection sensitivity and carry out accurate quantification without damaging the packaging, but it cannot indicate the leakage location accurately. The vacuum decay method can be used in practice as an effective supplement to the water bubble detection method.

KEY WORDS: vacuum decay method; food packaging; integrity

预包装食品的安全, 一方面取决于食品自身的质量问题, 另一方面也受包装材料的影响^[1]。在预包装

食品的生产过程中, 由于漏封、压穿或包装材料本身存在针孔等缺陷而形成漏气、漏液等现象, 都会对食

收稿日期: 2023-10-13

基金项目: 国家自然科学基金青年基金项目(42207550); 国家重点研发计划项目(2022YFF0607200)

*通信作者

品内容物产生不良影响,导致食品受潮、氧化、变质等^[2]。这不仅会给企业带来经济损失,还有可能影响消费者的健康安全。

国内外对预包装密封性能的研究技术主要有水检气泡法^[3]、真空衰减法^[4-6]、荧光剂-示踪液体法^[7]、微生物浸泡法^[8-9]、色水法^[10-11]、质量提取法^[12]等。这些方法多数还是应用于药品包装行业^[13-15]。然而没有哪一种技术可以满足于所有类型包装的密封性能检测^[13]。在各国标准方面,水检气泡法和真空衰减法相对较为主流。我国测试预包装食品密封性的标准(GB/T 15171—1994)方法用的是水检气泡法^[16],方法成本低廉,操作简便,而且通过气泡冒出的位置能准确指示泄漏点的具体位置,但该方法灵敏度不高,对一些孔径小于15 μm的针孔无法检出,但某些微生物等却仍能通过15 μm以下的针孔进入包装内部,导致食品内容物变质。若包装上的孔隙较大时,检测装置水箱中的水还有可能进入包装物中,造成食品内容物被浸润,无法重新再利用。美国 ASTM F2338-09(2020)标准则采用真空衰减法测试包装物的密封性^[17],该方法利用高灵敏度压力传感器对密封真空腔内的压力进行监控,若置于密封真空腔内的包装容器有微小泄漏,则会导致腔内真空度降低,因此可检测到包装物非常小的泄漏,灵敏度高,并可在不破坏包装物的情况下实现快速定量测试。目前该方法也有应用于食品包装行业相关研究^[18],但还未在国内正式成为标准方法,为此中国食品工业协会于2023年7月发布了团体标准 T/CNFIA 177—2023^[19]。该标准以美国 ASTM F2338-09(2020)为基础,进行了适当改进,将 ASTM F2338 中使用的刚性真空腔体改为柔性真空腔体,以更好地应用于不同类型食品包装密封性的检测。

本文按照 T/CNFIA 177—2023 所述方法,对大量预包装食品实际样品采用真空衰减法进行测试,并将结果与传统的水检气泡法检测结果从不同角度进行对比分析。证明真空衰减法作为一种灵敏度高、对食品内容物无损、检测效率高的技术手段,可以对水检起泡法起到切实有效的补充作用。

1 试验

1.1 仪器

主要仪器:INFICON Contura S400 无损包装检漏仪,配备体积测试功能,英福康(广州)真空仪器有限公司;C660B 泄漏与密封强度测试仪,济南兰光机电技术有限公司。

1.2 样品

从10家企业总共收集了55款预包装食品样品,

包括奶粉、干粉及干粉颗粒(如益生菌粉、蛋白粉、鸡粉、鸡精)、片剂(如泡腾片等)、糖果、炒货、速食米饭/粥、液体或半固体类(如鲜奶、酸奶、料理包、液体保健食品),每款样品的数量均为偶数,样品总数为924个。这些样品的包装类型有常压复合软包、充气复合软包、塑料瓶/罐、金属瓶/罐、玻璃瓶/罐、泡罩包装、吸塑包装,涉及密封工艺有热封、胶封、合盖、卷边封。具体详见表1。

1.3 测试步骤

水检气泡法按照 GB/T 15171—1994 的要求进行测试。真空衰减法按照团体标准 T/CNFIA 177—2023 的要求进行测试。由于试验所用仪器的检出下限为0.1 Pa·L/s,因此本研究将检测结果大于0.1 Pa·L/s以上的样品标注为“泄漏”,但需要说明的是,该方法灵敏度很高,即便仪器测到了一个具体的结果数据,也并不表明该样品包装一定出现了不可接受的泄漏。

将所收集到的每一款样品,都随机平均分成同等数量的2份。取其中一份直接进行水检气泡法测试;另一份先进行真空衰减法测试,测试完成后全部进行水检气泡法测试。若某款样品总共收集到16个,则将其随机分为2份,每份8个。取其中一份(8个)样品全部直接进行水检气泡法测试;另一份(另外8个)样品则先用真空衰减法进行测试,测试完成后将这8个样品全部用水检气泡法进行测试。

按照表1中所列样品数,总共有第1组的462个样品直接进行水检气泡法测试;第2组的另外462个样品先进行真空衰减法测试,然后进行水检气泡法测试。

全部测试结束以后,对结果进行比较分析。

2 结果与讨论

2.1 样品总体检测结果

利用2种不同方法,共测试了924个样品,水检气泡法得到924个测试结果,真空衰减法得到462个测试结果,所有检测结果的统计见表1。

从样品总体检测情况来看,水检气泡法测得的泄漏率并不高,用该法对全体样品(总共924个)进行了测试,其中有6个检出泄漏,泄漏率为0.6%;而真空衰减法仅对第2组462个样品进行了检测,检出泄漏的有278个,泄漏率为60.2%,出现泄漏的结果范围为0.2~445.0 Pa·L/s,全部包装类型和密封工艺样本均有涉及。图1描述了真空衰减法得到的结果情况。

表 1 检测样本信息及结果汇总
Tab.1 Summary of test sample information and results

食品类型	包装类型	密封工艺	样品数量	水检气泡法 检出数量/个	真空衰减法 未检出数量/个	真空衰减法 检出数量/个	真空衰减法检测 结果范围/(Pa·L·s ⁻¹)
奶粉	金属瓶/罐	胶封	38	0	0	19	0.6~8.7
奶粉	复合软包(充气)	热封	140	1	29	41	0.2~11.3
奶粉	金属瓶/罐	卷封	122	1	9	52	0.2~445.0
奶粉	塑料软包(常压)	热封	58	0	8	21	0.2~12.1
干粉	复合软包(常压)	热封	164	0	48	34	0.2~269.7
干粉	塑料瓶/罐	合盖	20	0	0	10	1.1~1.4
片剂	其他(泡罩包装)	热封	20	0	7	3	0.2~0.5
片剂	塑料瓶/罐	热封	20	0	0	10	1.9~2.4
片剂	塑料瓶/罐	合盖	18	0	7	2	0.3~0.5
炒货	复合软包(充气)	热封	146	0	40	33	0.2~0.8
米果	复合软包(充气)	热封	30	1	7	8	0.2~126.9
半固体	复合软包(常压)	热封	48	0	1	23	0.2~1.1
黏稠固液两相	复合软包(常压)	热封	20	0	7	3	0.2~0.6
油类液体	玻璃瓶/罐	合盖	20	0	8	2	0.2~0.4
鲜奶	塑料软包(常压)	热封	20	0	8	2	0.2~0.6
鲜奶	塑料瓶/罐	合盖	20	0	5	5	0.4~1.2
酸奶	其他(吸塑包装)	热封	20	3	0	10	0.9~2.7

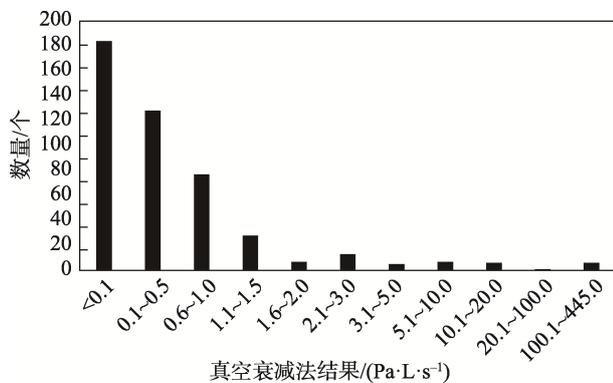


图 1 所有样品真空衰减法各检出结果段的样本量
Fig.1 Number of samples in each detection result section of the vacuum decay method for all samples

2.2 2 种不同检测方法的检测结果总体比较

对于全体样品的检测结果,按 2 种不同测试方法进行总体统计,结果见表 2。

由表 2 可看出,将 924 个样品随机平均分为 2 份,将第 1 组 462 个样品仅用水检气泡法检测,第 2 组 462 个样品先用真空衰减法检测后,再用水检气泡法检测。比较这 2 份样品的水检气泡法检测结果,发现第 1 组样品仅用了水检气泡法检得的泄漏率为 0.4%,

而另一组样品用水检气泡法检得的泄漏率为 0.9%。考虑到样品包装的个体差异性,可以认为随机分配的 2 份样品泄漏率基本上处于同一水平;而且第 2 组样品在水检气泡法之前,先经历了真空衰减法的测试,而真空衰减法的测试过程对包装上的泄漏点可能稍有挤压扩张的作用。因此第 2 组样品用水检气泡法得到的泄漏率会稍高于第 1 组样品的。此外,在仅用水检气泡法检测的第 1 组 462 个样品中,检出泄漏的 2 个样品包装类型分别为吸塑包装和金属罐装,涉及密封工艺分别为热封和卷封。这 2 款样品在另一组的真空衰减法和水检气泡法中也均检出了“泄漏”的情况。这个检测结果也表明经过随机分配得到的 2 组样品(各 462 个),其真实泄漏情况应该基本一致。

表 2 2 种不同检测方法结果的总体比较
Tab.2 Comparison of results of 2 different detection methods

试验组	方法	样品检测 数量/个	检出泄漏的 样品数/个	泄漏率/%
第 1 组	水检气泡法	462	2	0.4
第 2 组	真空衰减法	462	278	60.2
	水检气泡法		4	0.9

对于第 2 组样品,从表 2 的结果可以看出,水检气泡法仅检出了 4 个有泄漏的样品,泄漏率为 0.9%;

而真空衰减法检出了 278 个有泄漏的样品, 泄漏率为 60.2%。真空衰减法检得到的泄漏率远高于水检气泡法, 表明真空衰减法的灵敏度远高于水检气泡法。此外, 从表 2 可以看出, 第 2 组先进行真空衰减法测试, 然后再进行水检气泡法测试, 得到的泄漏率为 0.9%, 略大于第 1 组直接进行水检气泡法测试得到的泄漏率 (0.4%)。可能是因为真空衰减法在测试过程中对包装施加了一定的挤压作用而使得包装上的孔径略有扩张, 导致随后再进行水检气泡法检测时, 测得的泄漏率也会稍有增加, 但由于 0.9% 的泄漏率与 0.4% 的泄漏率均处于同一量级的较低泄漏水平, 可见真空衰减法对包装的破坏作用较为轻微。

2.3 不同测试方法对不同类型包装的检测结果比较

为进一步考察包装类型、密封工艺、包装规格等自身因素是否会影响不同检测方法的测试结果, 本文对所有样品按照不同的包装特性进行分类, 分别整理 2 种不同方法的检测结果。

2.3.1 不同材质的包装

将包装材质分为软质包装、硬质包装 (即塑料瓶/

罐、金属瓶/罐以及玻璃瓶/罐) 以及介于两者之间的样本量比较少的其他类型包装, 例如类似热成型吸塑包装, 泡罩包装等, 得到的统计结果见表 3。

由表 3 可以看出, 包装类型的差异并不影响检测方法的灵敏度, 依旧是真空衰减法的检出“泄漏”远高于水检气泡法。软质包装 2 种测试方法的泄漏率小于硬质包装, 其他包装类型介于两者之间。推测最大原因可能还是来自于密封工艺, 软质包装和其他类型包装多为热封, 硬质包装多为合盖或者卷边封。

2.3.2 不同测试方法对不同密封工艺包装的检测结果比较

为此, 本文将包装材料按照不同密封工艺进行了分类, 统计结果见表 4。

整体而言, 不同的密封工艺, 真空衰减法的检出泄漏率依旧远高于水检气泡法的。从密封工艺来看, 泄漏率从小到大为合盖、热封、卷封、胶封 (与卷封样品一样, 均为金属罐), 与上文的推测保持一致。

2.3.3 不同规格的包装

针对金属罐、塑料瓶和玻璃瓶类硬质包装样品, 根据包装规格进行分类, 考察包装规格是否会影响密封性能的检测灵敏度, 统计结果见表 5。

表 3 不同包装类型结果比较
Tab.3 Comparison of results of different packaging types

包装类型	试验方法	检测样本量/个	检出数量/个	泄漏率/%	真空衰减法检测结果范围/(Pa·L·s ⁻¹)
软质包装	真空衰减法	313	165	52.7	0.2~267.9
	水检气泡法	626	2	0.3	—
硬质包装	真空衰减法	129	100	77.5	0.2~445.0
	水检气泡法	258	1	0.4	—
其他	真空衰减法	20	13	65.0	0.2~2.7
	水检气泡法	40	3	7.5	—

表 4 不同密封工艺结果比较
Tab.4 Comparison of results of different sealing processes

密封工艺	试验方法	检测样本量/个	检出个数/个	泄漏率/%	真空衰减法检测结果范围/(Pa·L·s ⁻¹)
热封	真空衰减法	343	188	54.8	0.2~269.7
	水检气泡法	686	5	0.7	—
卷封	真空衰减法	61	52	85.2	0.2~445.0
	水检气泡法	122	1	0.8	—
胶封	真空衰减法	19	19	100.0	0.6~8.7
	水检气泡法	38	0	0.0	—
合盖	真空衰减法	39	19	48.7	0.2~1.4
	水检气泡法	78	0	0.0	—

表5 不同包装规格结果比较
Tab.5 Comparison of results of different packaging specifications

包装规格/g	试验方法	检测样本量/个	检出数量/个	泄漏率/%	真空衰减法检测结果范围/(Pa·L·s ⁻¹)
<200	真空衰减法	39	16	41.0	0.2~1.4
	水检气泡法	78	0	0.0	—
[200, 400]	真空衰减法	35	35	100.0	0.2~8.7
	水检气泡法	70	1	1.4	—
(400, 800]	真空衰减法	55	49	89.1	0.3~445.0
	水检气泡法	110	0	0.0	—

由表5可以看出,罐子的大小变化,对真空衰减法和水检气泡法之间灵敏度影响不大,依旧是真空衰减法的检出“泄漏”依旧远高于水检气泡法的。但就真空衰减法而言,随着包装容积的增大,真空衰减法检出的泄漏率总体上呈上升趋势。

2.4 2种检测方法的综合比较

综合比较水检气泡法和真空衰减法,可以得到使用真空衰减法的三方面优点:真空衰减法的灵敏度更高,综合2.1、2.2、2.3节的检测结果及分析比较,可以看出真空衰减法在灵敏度方面远高于水检气泡法,真空衰减法能够检出水检气泡法难以检出的微小泄漏;真空衰减法是一种无损检测,从试验原理上看,真空衰减法检测后并不会损坏包装内的食品内容物,而水检气泡法基本上是一种破坏性检测,不仅会润湿所测试的食品包装外表面,而且当出现明显泄漏时,还可能会导致测试用水进入包装内部而浸润食品内容物;真空衰减法可以给出定量结果,从结果大小可以大致判断泄漏的强弱程度,而水检气泡法只能凭借肉眼通过气泡的大小判断泄漏的强弱,主观性较强,并且对某些样品还不易判断是否发生了明显泄漏。

但是,水检气泡法也具有真空衰减法所不具备的优点:水检气泡法能通过气泡冒出位置,准确找到包装上的漏孔位置,而目前真空衰减法还不能做到这一点;水检气泡法所使用的设备较为简单,价格通常较低,而真空衰减法设备相对高出不少,相应的测试成本也更高。

综上所述,真空衰减法可以作为水检气泡法的一种有效补充方法,用于测试食品包装的密封性。

3 结语

目前国内食品包装行业对包装密封性的检测仍以传统的水检气泡法为主,本文通过对各种预包装食品分别采用水检气泡法和真空衰减法进行检测。将2种方法得到的检测结果进行比较分析,表明真空衰减法具有灵敏度高、快速无损、可定量测定等优势,可

以作为水检气泡法的有效补充手段,弥补了现有包装密封性测试方法的不足。本研究为食品和食品包装行业在提升产品质量合格率、引领行业发展、保障消费者健康等方面发挥了积极作用。

参考文献:

- [1] 杜昊琪. 食品包装安全隐患的种类、成因及对策分析[J]. 中国食品工业, 2022(22): 76-79.
DU H Q. Analysis of Types, Causes and Countermeasures of Food Packaging Safety Hazards[J]. China Food Industry, 2022(22): 76-79.
- [2] JIANBO Z, HAN Z, HAO W, et al. Effect of Cigarette Packaging Sealing on Cigarette Moisture Content[C]// 2018 3th International Conference on Advances in Energy and Environment Research, Guilin, 2018: 246-255.
- [3] 裴祎荣, 于佳佳, 陈欣. 坚果仁铝塑复合膜包装结构的性能比较与剖析[J]. 包装工程, 2016, 37(5): 89-93.
PEI Y R, YU J J, CHEN X. Comparison and Analysis on the Performance of Aluminum-Foil Packages for Nuts Made of Different Materials[J]. Packaging Engineering, 2016, 37(5): 89-93.
- [4] 骆鸿谈, 张才贤, 冯凤桃. 真空衰减法应用于顶空无菌药品包装密封性检测[J]. 海峡药学, 2022, 34(5): 74-76.
LUO H T, ZHANG C X, FENG F T. Studies on Tightness of Sterile Drug Packaging with Headspace Gas by Vacuum Decay Method[J]. Strait Pharmaceutical Journal, 2022, 34(5): 74-76.
- [5] 陈苑君, 童冰妮, 麦志雄, 等. 注射用血栓通(冻干)包装系统密封性研究[J]. 大众科技, 2023, 25(9): 30-33.
CHEN Y J, TONG B N, MAI Z X, et al. Study on Sealability of Packaging System of Xueshuantong (Lyophilized) for Injection[J]. Popular Science & Technology, 2023, 25(9): 30-33.
- [6] PATEL J, MULHALL B, WOLF H, et al. Vacuum Decay

- Container Closure Integrity Leak Test Method Development and Validation for a Lyophilized Product-Package System[J]. *PDA Journal of Pharmaceutical Science and Technology*, 2011, 65(5): 486-505.
- [7] 江燕, 任锬, 冯霞兰, 等. 荧光剂-示踪液体法检查滴眼剂包装密封完整性[J]. *包装工程*, 2023, 44(11): 293-298.
JIANG Y, REN K, FENG Xia-lan, et al. Closure Integrity of Eye Drops Packaging System by the Fluorescence-Tracer Liquid Method[J]. *Packaging Engineering*, 2023, 44(11): 293-298.
- [8] 史春辉, 尹翔, 张肖宁, 等. 包材密封性微生物挑战法实验方案探讨[J]. *中国药物警戒*, 2022, 19(11): 1181-1185.
SHI C H, YIN X, ZHANG X N, et al. Discussion on the Experimental Scheme of Microbial Challenge Method of Sealing of Packaging Materials[J]. *Chinese Journal of Pharmacovigilance*, 2022, 19(11): 1181-1185.
- [9] ALIASKARISOHI S, HOGREVE M, LANGLOIS C, et al. Single-Use System Integrity I: Using a Microbial Ingress Test Method to Determine the Maximum Allowable Leakage Limit (MALL)[J]. *PDA Journal of Pharmaceutical Science and Technology*, 2019, 73(5): 459-469.
- [10] 周浩, 王欢, 张士博, 等. 色水法包装系统密封性研究策略[J]. *中国药学杂志*, 2022, 8(15): 1293-1296.
ZHOU H, WANG H, ZHANG S B, et al. Research Strategy of Dye Ingress Package Integrity Test Method[J]. *Chinese Pharmaceutical Journal*, 2022, 8(15): 1293-1296.
- [11] BURRELL L S, CARVER M W, DEMUTH G E, et al. Development of a Dye Ingress Method to Assess Container-Closure Integrity: Correlation to Microbial Ingress[J]. *PDA Journal of Pharmaceutical Science and Technology*, 2000, 54(6): 449-455.
- [12] YOON S Y, SAGI H, GOLDHAMMER C, et al. Mass Extraction Container Closure Integrity Physical Testing Method Development for Parenteral Container Closure Systems[J]. *PDA Journal of Pharmaceutical Science and Technology*, 2012, 66(5): 403-419.
- [13] 郭涤亮, 董武军, 马骏威, 等. 《美国药典》〈1207〉无菌药品包装系统密封性评估的介绍与解读[J]. *中国新药杂志*, 2021, 30(10): 880-885.
GUO D L, DONG W J, MA J W, et al. Introduction and Interpretation of USP 〈1207〉 package Integrity Evaluation for Sterile Products[J]. *Chinese Journal of New Drugs*, 2021, 30(10): 880-885.
- [14] 陆维怡, 蔡荣. 国内外药品包装系统密封完整性研究与保障药品质量安全的思考[J]. *中国药事*, 2021, 35(7): 828-834.
LU W Y, CAI R. Study on Sealing Integrity of Drug Packaging System at Home and Abroad and Consideration on Ensuring Drug Quality and Safety[J]. *Chinese Pharmaceutical Affairs*, 2021, 35(7): 828-834.
- [15] SIMONETTI A, AMARI F. Non-Destructive Vacuum Decay Method for Pre-Filled Syringe Closure Integrity Testing Compared with Dye Ingress Testing and High-Voltage Leak Detection[J]. *PDA Journal of Pharmaceutical Science and Technology*, 2015, 69(1): 108-122.
- [16] 国家技术监督局. 软包装件密封性能试验方法: GB/T 15171—1994[S]. 北京: 中国标准出版社, 1994: 1-3.
State Bureau of Quality and Technical Supervision of the People's Republic of China. Test Method for Leaks in Sealed Flexible Packages: GB/T 15171-1994[S]. Beijing: Standards Press of China, 1994: 1-3.
- [17] American Society for Testing and Materials. Standard Test Method for Nondestructive Detection of Leaks in Packages by Vacuum Decay Method: ASTM F2338-09(2020)[S]. America: ASTM International, 2020: 2-6.
- [18] 韩海燕, 张帆, 曾荣荣, 等. 真空衰减法测试罐装奶粉包装系统密封性[J]. *食品安全导刊*, 2021(34): 134-137.
HAN H Y, ZHANG F, ZENG R R, et al. Vacuum Decay Method for the Package Integrity Testing of Canned Milk Powder[J]. *China Food Safety Magazine*, 2021(34): 134-137.
- [19] 中国食品工业协会. 包装密封性的无损检测 真空衰减法: T/CNFIA 177—2023[S]. 北京: 中国标准出版社, 2023.
China National Food Industry Association. Nondestructive detection of food package integrity-Vacuum decay method: T/CNFIA 177-2023[S]. Beijing: Standards Press of China, 2023.