《软包装件密封度检测方法》

编制说明

一、目的意义

## 1.1密封性研究概况

软包装件是内装填充物或填充物取出后，容器形状可发生变化的具有密封性能的包装件，其所用包装材料一般由纸、塑料薄膜、铝箔、复合薄膜等制成，且不得有各种针孔、裂口及封口处未封和开封等影响密封性能的缺陷。

密封性检测早期主要作为军工产品质量检测指标，是核验军工产品在长期贮存后可靠作用的重要手段之一。密封试验，则是考核产品泄漏的一项行之有效的试验，和其他环境试验一样，对于高可靠的元件和军事装备都是必须的。因此，国际标准很早就开展该项目试验方法的研究，国际电工委员会IEC 标准60068-2-17-1994 基本环境试验规程.第2部分：试验.试验Q-密封，规定了适用于不同应用场合，使用不同条件试验规程的若干个试验。该标准中对于密封试验方法，依据产品的要求和目的不同而不同，例如试验Qa：是用来确定衬套、心轴和相似件的密封性，可用大泄漏法；试验Qc：是确定里面有充气空间的试验样品的密封性；Qd：确定充液试验样品密封性；Qf：确定元件、设备或其他产品在规定的压力和时间条件下浸水时的水密性；Qk：示踪气体(氦）和质谱仪评定泄漏速率检验试验样品密封性。可以说IEC 标准试验Q 密封，所规定的密封试验方法是最完整的。

国外对密封试验也非常重视，特别对于空间环境中所使用的产品，在密封性方面作了大量的工作，美国马歇尔飞行中心对电器密封性作了大量试验。由于泄漏引起失效为9.8%--38.0%，因此在许多美军标中都制定了密封（泄漏）、浸水试验标准，例如：MIL-SID-331A“引信零部件的环境性能试验”中，108 防水试验、118 泄漏试验，前者确定引信经一定水深浸泡后，是否浸入水，以确定其水密性能，后者是测定引信对示踪气体的泄漏率而确定其密封性。还有MIL-STD-23659C 电起爆器通用设计规范，MIL-STD-1576 航天系统用电爆分系统的安全性要求和试验方法，MIL-STD-1512 电起爆的电爆分系统的设计要求和试验方法等标准，都对产品的密封性和检测方法做了具体规定。

国内密封试验在电子行业开展的较广，如各种半导体器件、集成电路、继电器等真空元器件均进行密封试验，而在火工行业，密封试验开展的不多，一般情况下只是做一下浸水试验，而对产品的气密性做的很少。近几年来，随着科学技术以及各尖端武器系统，航天、航空、导弹系统的发展，对火工品的性能和应用提出了越来越高的要求，有些产品对其密封性也提出了具体指标。国内对此也制定了许多国标与行标，如GB/T 15171-1994 软包装件的密封性能试验方法，规定了软包装件密封性能的试验方法，针对外层材料的性能在试验期间不会/会显著降低的包装件，采用水浸/抽空的方法分别制定了2种方法进行检测；GB∕T 36110-2018 文物展柜密封性能及检测，规定了文物展柜的密封程度分类、密封性能要求、密封通用要求、展柜换气率检测方法，其检测原理主要采用二氧化碳示踪气体，检测对应时间展柜内外二氧化碳浓度差值获得展柜换气率；GB/T 39709-2020 动车组玻璃、车窗耐静压及车窗密封性能试验方法，规定了动车组玻璃及车窗耐静压、密封性能、泄露量测试的试验仪器、试验步骤、试验，其检测原理主要采用内部充气或抽真空的方式进行。

## 1.2 密封度检测的必要性

密封是防止软包装件内部和外部进行气体、液体等物质交换的包装工艺，是有效防止变质的有效措施之一。良好的密封性不仅可以防止软包装件长时间储存时品质的降低，而且可以减少外界温湿度对软包装件含水率与微生物菌群滋生的影响，降低变质发生的风险，延长软包装件的保存时间。因此，软包装件外包装密封性是关系软包装件质量和安全的重要指标，建立一套科学可行的密封性量化检测方法，对评价和控制产品质量，指导软包装件包装技术改进，提高产品质量安全，维护消费者利益和企业形象具有重要意义。

## 1.3密封度检测的可行性

项目组前期开展了小盒密封度及泄漏点的测定相关研究，通过对多种密度检测方法原理的分析和试验研究，探讨了各方法的优缺点与适用性，优选确定了适用于不同包装类型的小盒密封度检测及泄漏点点位的方法，即负压抽气-水浸法。在此基础上，根据负压抽气-水浸法测试原理，开展了小盒密封度的检测装置的研制与方法的评价，建立了负压抽气-水浸法密封度测定方法，确定了关键技术条件，并分析了不同检测条件与包装工艺对密封度的影响。对比GB/T 15171-94软包装件密封性能试验方法，其对密封性能的检测，主要通过对真空室抽真空，使浸在水中的试样产生内外压差，观测试样内气体外逸或水向内渗入情况，以此判定试样的密封性能，该方法无法给出准确的密封度值，只能判断外包装是否存在泄漏。而本方法的密封度测定能直接给出数字化的检测值表示密封度。

二、任务来源

根据江苏省市场监督管理局“省市场监督管理局关于下达 2021 年度第一批江苏省地方标准项目计划的通知”，江苏省地方标准《软包装件密封性能检测方法》由江苏省产品质量监督检验研究院、江苏中烟工业有限责任公司共同负责组织制定。经研究，标准名称更改为《软包装件密封度检测方法》。

三、编制过程

本标准自立项以来，江苏省产品质量监督检验研究院、江苏中烟工业有限责任公司积极开展标准的研究与制定工作。

本标准主要工作过程如下：

（1）2021年4月1日，2021年第一批江苏省地方标准项目计划下达，本标准正式立项。

（2）2021年5月，完成前期调研，查阅相关标准及资料，确定标准编制的总体思路和框架搭建。

（3）2021年6月，召开地方标准启动会，成立标准编制工作组，明确地标编制目的、意义、可行性分析、编制说明，确定组内分工，制定标准技术路线与实施方案。

（4）2021年7-10月，完成密封度检测方法调研与测试分析，在此基础上开展软包装件密封度检测方法的研究，确定负压抽气法作为本标准的检测方法。

（5）2021年11月-2022年2月，开展软包装件密封度检测装置研制，确定关键检测参数。

（6）2022年3-5月，对方法的准确性、重复性和再现性进行评价，同步完成五家单位的共同试验验证。

（7）2022年6月-2024年，通过书面文件、邮件等方式广泛征求意见。发送“征求意见稿”27家，收到回函20家。其中提出意见13家，共提出31条意见，采纳29条，不采纳2条；反馈无意见单位共7家。对征求的意见进行汇总、梳理、讨论，采纳的意见进行修改，完成标准送审讨论稿。

（9）2024年11月5日，召开江苏省地方标准审查会议。审查专家听取了标准编制单位汇报，经质询与讨论，达成了一致意见，同意本标准通过审查，并提出了修改意见。

（10）2024年11月，根据专家意见修改完善标准文本，完成报批稿。

四、主要内容技术指标确立

## 4.1 密封度检测原理的确立

### 4.1.1、密封度检测方法调研

当前有关密封的研究主要涉及定性的密封性能检测，而有关密封度的定量研究则相对较少。密封是保证军工产品在长期贮存后仍有效果的重要措施之一，密封性能检测最早应用于军工产品。在产品的包装过程中，由于各种因素的影响，在封合时可能会产生漏封、压穿、裂缝、由微孔形成内外连通的小孔，这些都会对包装的密封性能产生影响，更会对包装内容物产生不利影响。特别是食品、医药、日化等产品包装，密封性能将直接影响产品的质量。如真空、充气包装若密封性能不佳，即使采用了高阻隔性材料也会直接缩短产品的货架期，对企业造成一定的经济损失，有损品牌的形象和消费者的利益。

目前常用的密封性能检测方法有目视法、滑石粉法、气泡法、密封性能检测仪法、差压式气密检测法和充气法。上述方法可分为两大类，一类是定性测试，另外一类是定量测量。

**定性测试**

① 目视法：该方法通过外观观察包装是否密封，主要针对失封明显的包装；

② 滑石粉法：该方法通过在包装接缝处抹上滑石粉后挤压包装，如果滑石粉被包装内空气吹动，则包装失封；

③ 气泡法：该方法是在合适的温度下将包装浸入水中，观察有无气泡来判断是否密封良好。

**定量测量**

① 密封性能检测仪法。该方法是向包装内注入压缩空气后，关闭进气口，观察压力是否变化，若变化，则失封；

②差压式空气泄漏检测法。该方法是将受检样品放入密封检测室内，向密封检测室注入高压气体后关闭注气入口，观察密封检测室内的气压变化，由公式PV=nRT可以定量分析密封度；

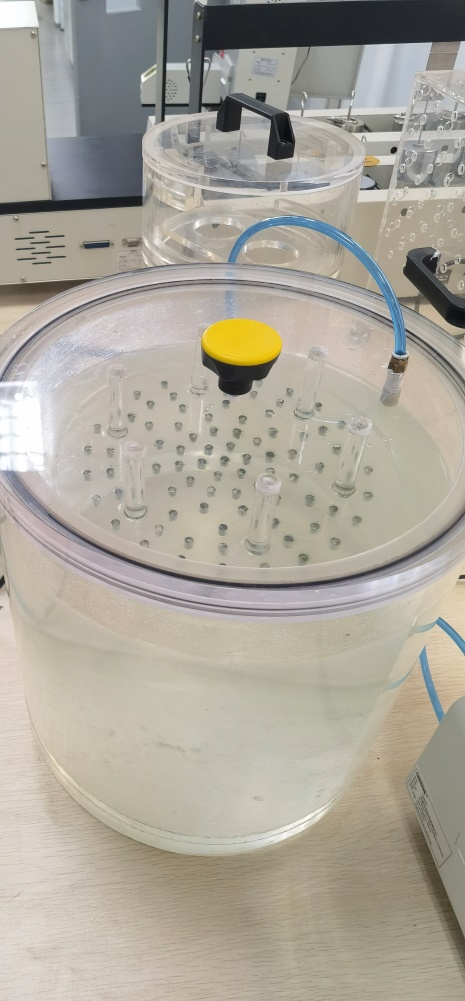
③充气法。该方法是向包装内注入固定流量的空气，记录充气气流稳定时的空气流量和压力，计算得到密封度的大小。

但是上述三种包装密封性能定量检测方法均不完全适用于软包装件密封度的测定。对于差压式空气泄漏检测法，由于需要一个和被测物的形状、材质及容积相同且其漏率和被测物相比可以忽略的基准物，另外由于充气气压比较高，一般适用于刚性包装密封情况的测试，对软包装件密封性能的检测该方法局限性较大；对于密封性能检测仪法和充气法，由于气流无法通过填充物占比包装体积较高或者内装物为粉体、流质体等的包装材料四周边缘，该方法仅适用于内装物占比包装体积较小或者更适用于内装物为固体的软包装件。

此外，软包装密封性能的检测方法还有位移式泄漏检测、超声波检测、氦质谱检漏、新型气体示踪法检测等，但是考虑到软包装件自身柔软的特性、检测成本等诸多因素，这些方法并不适合软包装件密封性能的检测。

### 4.1.2、国标法软包装件密封性能检测方法的不足

目前国内普遍采用的软包装件密封性能检测方法为GB/T 15171-94《软包装件密封性能试验方法》，该标准针对不同试验对象采用不同测试方法：对于在水的作用下外层材料的性能在试验期间不会显著降低的包装件，采用水浸抽真空观测试样内气体外逸或水向内渗入情况，以此判定试样的密封性能；对于在水的作用下外层材料的性能在试验期间会显著降低的包装件，可采用在试样内充入试验液体观察液体泄漏情况（仲裁检验用方法），亦或采用抽真空，观测试样膨胀及释放真空后试样形状的恢复情况，以此判定试样的密封性能。相应密封性能检测仪器见图1



**图1气泡法包装密封度检测仪器**

在实际应用中发现，现有的国标检测软包装密封性能存在以下几个问题：

（1）适用范围窄。

该标准方法仅适用于标准泄漏率较大的大泄漏、即明显失封、内装空气含量较多的样品；但是对于标准泄漏率较小的微泄漏本方法灵敏度不高，存在一定的局限性。

（2）测存在盲区，不利于判别特殊样品的密封性能。

该方法对于内装空气含量少的软包装件，如食品行业中负压式软包装件商品，样品内空气含量非常少，采用该方法观察气体向外泄露将成为无本之源，而且由于包装内为负压，水向内渗入也不易观察，因此对于此类包装样品该方法的适用性不强。另外，对于内装填充物为粉体与流质体的软包装件，如果泄漏点恰好被内装物堵住，该方法对这些泄漏位置将表现不敏感、检测效果差。

### 4.1.3、检测方法的筛选

根据软包装件的特点，项目组研究分析了多种适用于软包装件密封度检测的方法，主要有体积变化法、浮力法、水浸称重法、负压法、负压水浸法、负压抽气法等，通过试验研究和理论分析等方法，探讨了各方法的适用性，并结合各自的优缺点，最终确定适应于软包装件密封度的测试方法。

#### 4.1.3.1体积变化法

将软包装件在外力的作用下完全浸入水中，在有水压的作用下，液体可以从有缝隙的样品漏缝中浸入软包装件中，浸入软包装件内的水量用带有高精度刻度玻璃管的水槽来测量，从单位时间内水体积的变化量可以得到软包装件的密封度。水槽的设计要求位于水槽上方的玻璃管具有较高的测量精度，可以反映微小的体积变化，测试原理如图2示。

浸入包装内水的体积

放入软包装件后液位

刻度

未放入软包装件液位

刻度

软包装件

5min后液位

水槽

水槽

**图2体积变化法测定原理**

该方法测试原理简单，操作便捷，对于在水的作用下，外层材料的性能在试验期间不会显著降低的软包装件具有一定的适应性，但是对于在水的作用下，外层材料的性能在试验期间会显著降低的包装件，尤其纸质包装材料的软包装件还存在吸水的问题，容易导致检测结果的重复性差。因此该方法对不同包装材质软包装件的适用性较差。

#### 4.1.3.2浮力法

将软包装件和金属块固定在一起放在装有水的容器里（因部分软包装件的密度小于水的密度），使软包装件悬浮于一定深度的水中，放置一段时间，若出现渗漏，软包装件和铁块的浮力发生变法，即天平反映出软包装件质量发生变化，通过天平示数变化测出烟盒进水质量△m，推出软包装件的密封度。测试原理如图3所示。但是由于装件放置深度过深，软包装件在水压的作用下容易发生变形，而变形的程度各异，并且水的波动对天平的显示结果影响较大，从而导致检测结果的重复性不高，不适宜密封度的检测。



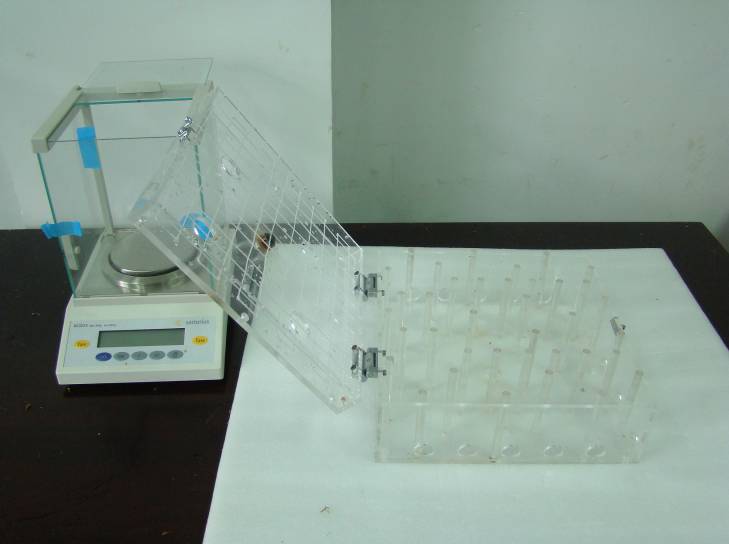
**图3浮力法测定原理**

#### 4.1.3.3水浸称重法

将软包装件在外力的作用下完全浸入一定深度的水中，在水压的作用下，液体从有缝隙的软包装件漏缝中浸入包装内，由于密封度的不同，一段时间后软包装件的质量会有不同程度的增加，单位时间内软包装件质量的增加量即可表征其密封度。图4、图5分别为原理示意图和测试平台。



**图4水浸称重法原理示意图**



**图5水浸称重法测试平台**

该方法与浮力法和体积变化法在原理上相似，但是可以避免软包装件形状的变化对测定结果的影响。该方法能够反映不同软包装件的密封度，易于找出泄漏点位，但是效率相对较低，且软包装材料可能紧贴内装填充物，影响液体的流动性，同时内装物的吸水性能也会影响测试结果。

#### 4.1.3.4 负压法

将软包装件放置于一定真空度的密封空间内，检测空间压力的变化，以单位时间内空间压力增加的速率表征密封度。测试原理如图6所示，即先将腔体A抽至一定真空度，打开气阀，A、B空间压力迅速平衡，至一定真空度，此时软包装件中的压力大于空间B的压力软包装件中的气体泄漏至空间B，从而空间B的压力逐渐上升。



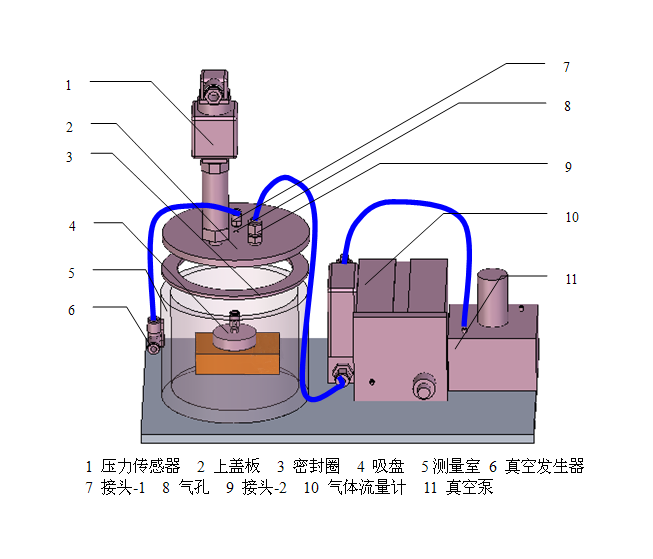
**图6负压法测试原理**

该法与充气法原理相似，其好处是在负压空间中，外包装材料膨胀，可以和内装填充物尽可能分离，软包装件内的空气流通性能好，但是需要高精度的压力传感器，目前难以实现。

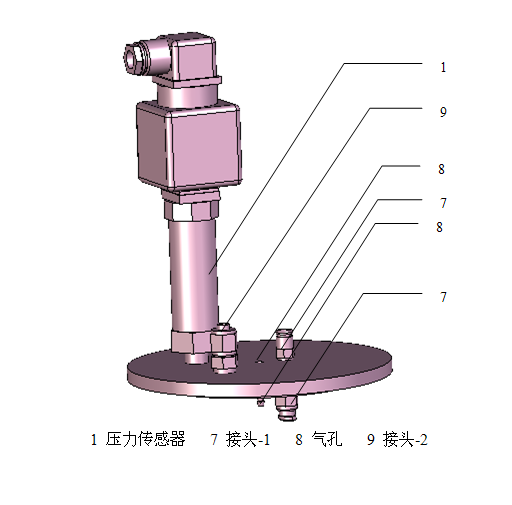
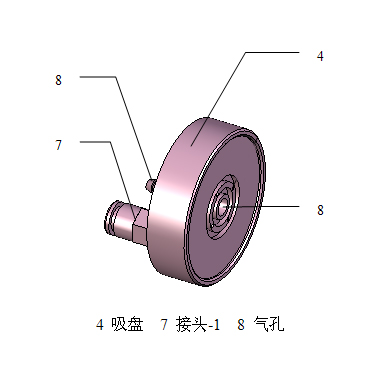
#### 4.1.3.5负压抽气法

**实验装置**

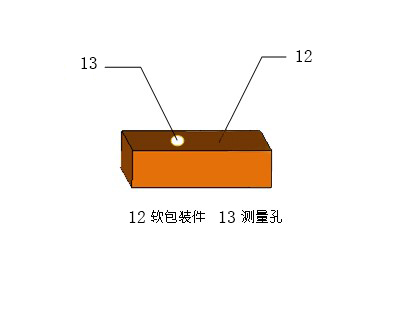
负压抽气法装置整体及拆分图如图7至图10所示。



**图7负压抽气法原理试验装置整体示意图**

**图8负压抽气法装置上盖示意图 图9负压抽气法测量头示意图**



**图10样品示意图**

根据结构示意图组装的试验原理仪器如图11所示。



**图11试验原理仪器**

**实现原理**

（1）实施方式

如图7所示，测试前将气体流量计10 调节至测量所需要的流量，被测量的软包装件用剪刀剪出测量孔13；接通压力传感器1 和气体流量计10 的电源，用气管将真空发生器6 与接头-1 （7）连接，接头-2 （9）通过气管与气体流量计10 进气口连接，气体流量计10的出气口通过气管与真空泵11的进气口连接。

如图8和图9所示，吸盘的接头通过气管与上盖下面的接头-7连接，吸盘上的气孔8通过气管与上盖下面的气孔8连接，其中吸盘右边的气孔8经与软包装件密封连接装置中的管子连接的测量孔13对接，这样空气可以通过气孔进入软包装件内部，至此准备工作已经完成。

（2）测试原理

真空泵对测量室进行抽气，抽气的流量由气体质量流量计控制，当测试达到一种平衡，即压力传感器示数稳定时，测量得到的测量室的压力差值可以用于表征软包装件密封度的大小。压力差值越大，密封性越好，反之密封性越差。

采用负压抽气法，选取4个典型软包装件样品，每个软包装件重复测试20次，分析该方法对于软包装件的重复性，变异系数最大为2.5%，最小为0，说明负压抽气法在测试软包装件时，重复性较好。

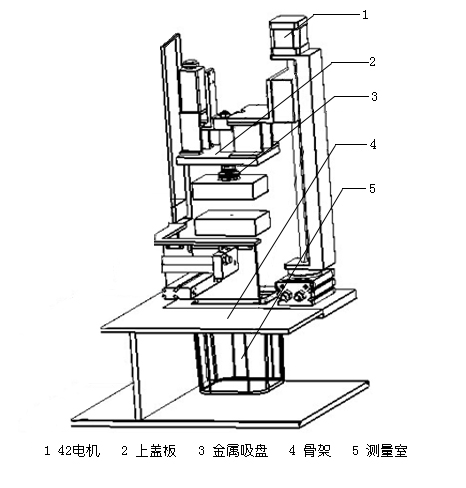
通过上述分析，可以看出应用于软包装件密封度测试的方法可以有水浸称重法和负压抽气法，其中负压抽气法在测试密封度方面为最优可行方法，并且具有较好的测试重复性，效率较高；而水浸称重法具有一定的可行性，能够反映不同软包装件的密封性，但是效率相对较低，且软包装材料可能紧贴内装填充物，影响液体的流动性，从而影响测试结果。因此为了量化表征密封度，综合各方法的优缺点，确定采用负压抽气法作为软包装件密封度的测试方法，可以提高测量的精准性。

## 4.2 检测装置的结构与测评

根据密封性能检测方法研究结果确定了软包装件密封度测定的方法，即负压抽气法。在其试验原理检测仪器的基础上，应用一套运行可靠、操作方便的检测装置，为负压抽气法测定软包装件密封度检测方法的建立提供试验平台和配套设备。

### 4.2.1 仪器主机结构

根据负压抽气法的检测原理设计并制造软包装件密封性能检测装置，如图12、图13所示分别为其关键机构结构图和外观结构图。



**图12软包装件密封性能检测装置关键机构结构图**



**图13软包装件密封性能检测装置外观结构图**

其中，吸附单元主要由移动气缸、吸盘、测量室密封盖和升降导轨组成。吸盘固定于测量室密封盖上，升降导轨控制测量室密封盖上下移动，测量时升降导轨将传动测量室密封盖下降连动吸盘和软包装件一起放入测量室中，并确保密封盖密封测量室；

测量单元用于负压抽气对软包装件密封性能进行测量。主要由气体质量流量计（简称流量计）、压力传感器、电磁阀和真空泵组成。真空泵连接流量计，流量计控制抽气的流量大小，电磁阀通过气路切换来控制真空泵是否对测量室进行抽气；压力传感器实时采集测量室中的压力。测量时，电磁阀切换气路，真空泵开始对测量室进行定流量抽气。外界空气通过软包装件测量口位置进入包装件内部，然后由包装内部透过包装材料泄漏处进入测量室被真空泵抽出。测量室的压力会持续下降并达到一个稳定值后保持不变，此时稳定不变的压力即为最终测量的密封度值。软包装件包装材料封装处的密封度越好，测量室压力越低；反之，压力越大。测量完成后，电磁阀切换气路，真空泵停止对测量室进行抽气，待测量室中的压力恢复到大气压力时，吸附单元的升降导轨开始上升，传动测量室密封盖向上移动，完成检测。

### 4.2.2 测量口连接密封装置设计

样品打孔处与设备的连接是影响测试结果关键因数之一，可以应用橡胶管等软管进行连接，为保持接口的密封，可应用密封胶，也可参考本方法设计的密封连接装置，实现软包装件内部与大气的密封连通。该装置通过一截软管与测量头连接，完成测量前的准备工作，其外观示意图如图14所示：



注：1——圆孔；2——上夹块；3——弧面胶条；4——硅胶软管；5——导管；6——半圆孔；7——弧面胶条；8——下夹块；9——螺孔。

**图14 样品密封连接装置示意图**

该装置具体由上下两个夹块构成，上下夹块一端固定连接在一起并在90°范围内可旋转，另一端上夹块开圆孔、下夹块为螺纹设计，通过内六角螺丝旋紧固定上下夹块，在上、下夹块中部开等径半圆形孔，放入一小节圆柱体导管，其两端为楔形，同时为了增强密封性，在导管外层套入一节硅胶软管（软管直径大于圆孔直径1mm），并在上、下夹块圆孔两端开槽，嵌入两截圆弧形胶条。测量时，导管一端与软管连接至测量头，另一端插入测量口，利用胶条压住测量开口处，通过内六角螺丝锁紧后实现测量口的密闭测量要求。

### 4.2.3 检测原理示意

待测软包装件通过检测口密封连接装置与测量头连接后置于检测室，通过通气孔道使软包装件内部与大气连通，以恒定流量对检测室进行抽气，当检测室的压力达到稳定时，大气与检测室之间的压力差值即为软包装件密封度。密封度越大，密封性能越好，反之，密封性能越差。

测量原理如图15所示。



说明：1——抽气口；2——软包装件；3——检测室；4——压力计；5——通气孔道；6——密封连接装置。

**图15 测量原理图**

## 4.3 关键检测参数的确定

### 4.3.1检测方法的适用范围

本方法适用于以纸、软塑料为材质可内装外形规则一致固体的小型盒状或袋状软包装件的密封度检测。

### 4.3.2抽气流量优化

抽气流量是本检测方法的关键测试参数之一，在不同抽气流量条件下进行测试，考察6个不同样品在不同抽气流量条件下检测结果的变化特性，为关键测试参数的优化提供依据，抽气流量分别为50 mL/min、100 mL/min、150 mL/min、200 mL/min、250 /min、300 mL/min、350 mL/min。

图16为不同抽气流量条件下软包装件样品密封度测试结果的比较，如图所示，随着测试流量的增加，对于同一样品，密封度测试值逐渐增大，对于不同密封度样品，密封度测试值区分度逐渐扩大，且100 mL/min流量以上条件下分辨度更为明显。

**图16 不同流量条件下不同软包装件密封度的测试结果**

图17所示为不同流量条件下软包装件样品密封度测试结果重复性的比较，如图可知，，随着流量的增加，密封度测试结果变异系数整体上呈减小的趋势，且多为5%以内；当测试气体流量高于300 mL/min流量，不同密封度样品测试结果变异系数变化较小。综上所述，为了保证密封度测试结果具有较好的分辨度和重复性，适宜的测试抽气流量为300 mL/min。



**图17 不同流量条件下软包装件密封度重复性的比较**

### 4.3.3检测室体积优化

为便于研究，利用具有一定透气性材料制作了具有固定压差参考件，如图18所示。该参考件由不透气材质和透气材质构成，不透气材质用来设计接口配合仪器使用；透气材质使用粉末冶金，可以控制其透气性在最大程度上不受大气环境条件变化影响。



**图18 参考件实物图**

取两个压差值分别为0.72 kPa和1.5 kPa的参考件（参考件A、参考件B），参考件使用前用压力计检测压差值（下同）。分别在3个不同的容量大小1000 mL、1260 mL、1500 mL的测量室中重复测量10次。测量相对误差均在5.0%以内，变异系数均在1.0%范围内，都满足测定需求，即三个不同体积的测量室均可用于密封度测定。

分析不同体积的测量室对密封度检测的测量时间的影响，结果发现上述3个测量室体积，对于参考件A的时间分别为11 s、 13 s、 14 s ；对于参考件B的时间分别为23 s、 31 s、 35 s。可以看出测量室体积越小，测定时间越短，效率越高。

综上，检测室体积主要对检测效率有明显影响，因此，应视软包装件检测样品选用适宜的检测室体积，原则上软包装件体积占比检测室容积最高不超过1/2，以免负压抽气检测期间，检测室选用过小，由于负压的作用试样外包装材料膨胀后与检测室壁挤压后影响检测精准性，又或检测室选用过大，导致检测用时过长、影响检测效率。

## 4.4 方法学评价

### 4.4.1、检测方法的准确性评价

为了评价方法的准确性， 选取压差值分别为0.37 kPa、0.94 kPa、1.88 kPa的三个参考件（参考件1、参考件2、参考件3），利用前述的方法进行密封度检测（每个参考件共测20次），检测结果的平均值与参考件的压差值进行比较，计算检测误差，对检测方法的准确性进行评价，结果见表1。由检测结果可知，检测误差均在1.1%以内，且重复较好，检测方法的准确性较好。

**表1准确性检测结果**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 项目 | | 参考件1 | 参考件2 | 参考件3 |
| 实测结果/kPa | 1 | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 2 | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 3 | 0.37 | 0.95 | 1.90 |
| 4 | 0.37 | 0.94 | 1.89 |
| 5 | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 6 | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 7 | 0.37 | 0.95 | 1.88 |
| 8 | 0.37 | 0.94 | 1.89 |
| 9 | 0.37 | 0.94 | 1.89 |
| 10 | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 11 | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 12 | 0.37 | 0.95 | 1.88 |
| 13 | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 14 | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 15 | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 16 | 0.37 | 0.95 | 1.90 |
| 17 | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 18 | 0.37 | 0.94 | 1.89 |
| 19 | 0.37 | 0.94 | 1.89 |
| 20 | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 平均值/kPa | 0.37 | 0.95 | 1.89 |
| 标准偏差/kPa | 0.000 | 0.004 | 0.005 |
| 变异系数/% | 0.00 | 0.42 | 0.26 |
| 标准值/kPa | | 0.37 | 0.94 | 1.88 |
| 误差（%） | | 0.00 | 1.06 | 0.53 |

### 4.4.2、检测方法的重复性和再现性评价

为分析本检测方法的重复性与再现性，由南京卷烟厂、徐州卷烟厂、淮阴卷烟厂、江苏中烟、合肥众沃5家实验室采用相同测定参数分别对6个典型软包装件样品（P1、P2、 P3、 P4、 P5、 P6 ）。P1为内装圆柱形墨囊的盒状包装， P2为内装方形饼干的盒状包装， P3为内装方形防霉剂的袋状包装， P4为内装圆形蛋糕的袋状包装， P5为内装椭圆形糖块的袋状包装， P6为某软包装香烟盒。按GB/T 6379.2-2004/ISO 5725-2:1994《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》评价该测试方法的重复性与再现性。

密封度测试结果原始数据（5个实验室（*p*=5），6个水平（*j*=6），5次重复测量（*n*=5））如表2所示。

**表2 5家实验室密封度原始数据（单位：kPa）**

| 实验室*i* | 水平*j* | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| P1 | P2 | P3 | P4 | P5 | P6 |
| 1 | 0.23 | 0.74 | 1.06 | 1.95 | 2.25 | 3.24 |
| 0.25 | 0.72 | 1.09 | 2.01 | 2.11 | 3.11 |
| 0.24 | 0.73 | 1.09 | 2.02 | 2.19 | 3.31 |
| 0.25 | 0.72 | 1.07 | 1.97 | 2.16 | 3.19 |
| 0.24 | 0.74 | 1.06 | 1.93 | 2.23 | 3.23 |
| 2 | 0.22 | 0.73 | 1.09 | 2.10 | 2.15 | 3.27 |
| 0.23 | 0.71 | 1.11 | 2.01 | 2.14 | 3.18 |
| 0.24 | 0.72 | 1.12 | 2.04 | 2.19 | 3.21 |
| 0.23 | 0.74 | 1.09 | 1.98 | 2.18 | 3.19 |
| 0.24 | 0.75 | 1.08 | 1.99 | 2.23 | 3.23 |
| 3 | 0.22 | 0.76 | 1.08 | 1.96 | 2.23 | 3.24 |
| 0.24 | 0.74 | 1.06 | 2.04 | 2.21 | 3.14 |
| 0.23 | 0.74 | 1.11 | 2.02 | 2.16 | 3.21 |
| 0.22 | 0.74 | 1.07 | 1.99 | 2.16 | 3.19 |
| 0.24 | 0.75 | 1.09 | 1.96 | 2.22 | 3.22 |
| 4 | 0.24 | 0.75 | 1.11 | 1.99 | 2.25 | 3.34 |
| 0.25 | 0.74 | 1.09 | 2.01 | 2.21 | 3.21 |
| 0.25 | 0.75 | 1.10 | 2.05 | 2.29 | 3.33 |
| 0.25 | 0.76 | 1.08 | 1.99 | 2.26 | 3.24 |
| 0.24 | 0.74 | 1.10 | 1.98 | 2.23 | 3.33 |
| 5 | 0.24 | 0.74 | 1.08 | 2.1 | 2.25 | 3.24 |
| 0.25 | 0.75 | 1.09 | 2.04 | 2.17 | 3.19 |
| 0.25 | 0.75 | 1.07 | 2.07 | 2.19 | 3.26 |
| 0.25 | 0.74 | 1.07 | 2.03 | 2.18 | 3.19 |
| 0.24 | 0.76 | 1.08 | 2.04 | 2.22 | 3.21 |

**单元平均值的计算**



**表3 密封度单元平均值（kPa）**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验  室  i | 水平j | | | | | | | | | | | |
| 1 | | 2 | | 3 | | 4 | | 5 | | 6 | |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 1 | 0.242 | 5 | 0.730 | 5 | 1.074 | 5 | 1.976 | 5 | 2.188 | 5 | 3.216 | 5 |
| 2 | 0.232 | 5 | 0.730 | 5 | 1.098 | 5 | 2.024 | 5 | 2.178 | 5 | 3.216 | 5 |
| 3 | 0.230 | 5 | 0.746 | 5 | 1.082 | 5 | 1.994 | 5 | 2.196 | 5 | 3.200 | 5 |
| 4 | 0.246 | 5 | 0.748 | 5 | 1.096 | 5 | 2.004 | 5 | 2.248 | 5 | 3.290 | 5 |
| 5 | 0.246 | 5 | 0.748 | 5 | 1.078 | 5 | 2.056 | 5 | 2.202 | 5 | 3.218 | 5 |

**标准差sij的计算**

**表4 密封度单元标准差（kPa）**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验  室i | 水平j | | | | | | | | | | | |
| 1 | | 2 | | 3 | | 4 | | 5 | | 6 | |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 1 | 0.0084 | 5 | 0.0100 | 5 | 0.0152 | 5 | 0.0385 | 5 | 0.0559 | 5 | 0.0733 | 5 |
| 2 | 0.0084 | 5 | 0.0158 | 5 | 0.0164 | 5 | 0.0483 | 5 | 0.0356 | 5 | 0.0358 | 5 |
| 3 | 0.0100 | 5 | 0.0089 | 5 | 0.0192 | 5 | 0.0358 | 5 | 0.0336 | 5 | 0.0381 | 5 |
| 4 | 0.0055 | 5 | 0.0084 | 5 | 0.0114 | 5 | 0.0279 | 5 | 0.0303 | 5 | 0.0604 | 5 |
| 5 | 0.0055 | 5 | 0.0084 | 5 | 0.0084 | 5 | 0.0288 | 5 | 0.0327 | 5 | 0.0311 | 5 |

**一致性和离群性检查**

一致性检查过程如下：首先对样品密封度的曼德尔统计量h和k值计算结果分别在同一水平下对不同实验室进行分组，然后与相应h和k临界值对比。结果如图19和图20所示，当n=5、p=5、显著性水平为1%或5%时，h临界值分别为1.72或1.57，k临界值分别为1.65或1.46。从图中可见各实验室在不同水平下h、k值均低于相应临界值，这说明应用本标准方法测试出的样品密封度结果一致性较好。



**图19 密封度曼德尔统计量*h***



**图20 密封度曼德尔统计量*k***

采用柯克伦检验和格拉布斯检验进行离群性检查。*n*=5，*p*=5，显著性水平为1 %或5 %时，柯克伦检验统计量*C*的临界值分别为0.633或0.544。本标准方法的柯克伦检验结果如表5所示：各实验室在不同水平下科克伦C统计量均小于1%或5%的临界值，各实验室在不同水平下均未发现歧离值。

**表5 不同水平下柯克伦检验统计量C值**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平*j* | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| C值 | 0.333 | 0.439 | 0.346 | 0.348 | 0.415 | 0.423 |

当*n*=5，*p*=5时，对单元平均值进行格拉布斯检验，结果如表6所示：各实验室在不同水平下没有单个或成对的离群值存在。

**表6不同水平下格拉布斯检验统计量**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平*j* | | 单个低值 | 单个高值 | 两个低值 | | 两个高值 | 检验类型 |
| 密封度 | 1(5) | | 1.196 | 0.884 | 0.045 | | 0.349 | 格拉布斯检验统计量 |
| 2(5) | | 1.091 | 0.798 | 0.007\* | | 0.470 |
| 3(5) | | 1.073 | 1.147 | 0.325 | | 0.068\* |
| 4(5) | | 1.136 | 1.475 | 0.366 | | 0.107 |
| 5(5) | | 0.903 | 1.687 | 0.554 | | 0.056 |
| 6(5) | | 0.791 | 1.751\* | 0.709 | | 0.034 |
| 歧离值 | | 1.715(5) | | | | 0.0090(5) | | 格拉布斯检验临界值 |
| 离群值 | | 1.764(5) | | | | 0.0018(5) | |
| 注：括号内的数字为实验室数。 | | | | | | | | |

**总平均值j、重复性标准差和再现性标准差**



各水平下密封度总平均值*j*、重复性标准差和再现性标准差如表7所示。重复性标准差和再现性标准差总体随着总平均值*j*增大而增加，对其进行函数拟合（如图21所示）得到相应的经验公式如下：



重复性标准差：

*Sr*=0.0118m + 0.0025，(相关系数*R2*=0.9917)；

再现性标准差：

*SR*= 0.0162m + 0.0035，(相关系数*R2*=0.9518)。

**表7 重复性与再现性试验结果(kPa)**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 |  |  | | 实验室编号 | | | | | 总平均值 | | 重复性  标准偏差 | | 再现性  标准偏差 | |
| 1 | | 2 | | 3 | 4 | 4 | ***j*** | |  | |  | |
| 1 | 0.240 | | 0.228 | | 0.232 | 0.246 | 0.246 | 0.238 | | 0.007 | | 0.010 | |
| 2 | 0.730 | | 0.730 | | 0.740 | 0.748 | 0.748 | 0.739 | | 0.010 | | 0.013 | |
| 3 | 1.074 | | 1.098 | | 1.082 | 1.082 | 1.090 | 1.085 | | 0.014 | | 0.016 | |
| 4 | 1.968 | | 2.008 | | 1.988 | 2.004 | 2.056 | 2.005 | | 0.027 | | 0.041 | |
| 5 | 2.158 | | 2.208 | | 2.190 | 2.248 | 2.202 | 2.201 | | 0.028 | | 0.042 | |
| 6 | 3.204 | | 3.208 | | 3.210 | 3.290 | 3.218 | 3.236 | | 0.041 | | 0.053 | |



**图21 重复性与再现性拟合曲线图**

由表7可知，密封度检测方法的重复性标准偏差、再现性标准偏差分别在0.007～0.041 kPa与0.010～0.053 kPa范围内，表明该方法精密度较好。

五、重大分歧意见的处理过程和依据

本次标准的制定过程采用发出书面征求意见稿和召开座谈会的形式进行意见征集，对收集到的意见进行归纳整理，未出现重大意见分歧，对于其他意见分别作了处理。征求意见汇总表见附件 1。

六、与有关法律法规和国家标准的关系

本标准内容与现行法律、法规和强制性国家标准的要求一致，不存在违背问题。

首先，标准的起草和制定符合相关基础标准规定，如：GB/T1.1-2020《标准化工作导则》系列标准，严格遵守《中华人民共和国标准化法》、《江苏省地方标准管理办法》等相关法律法规文件规定。其次，本标准方法的制定是对现行国标GB/T15171-94《软包装件密封性能试验方法》的重要补充，可与之有机衔接。负压抽气法定量检测软包装件密封性能，具有准确性高、稳定性优、效率高等优点，可进一步提升密封性能检测的指导作用。

七、实施推广建议

本次制定的《软包装件密封度检测方法》地方标准，具有较强的可行性和可操作性，能够满足软包装件密封度检测的要求。

本标准检测方法的制定，能用于快速检测软包装的密封度，为提高产品储存时间和保证产品品质提供有力的技术指导。同时，本标准检测方法可用于改进和提升软包装件包装技术，提高产品质量安全，从而有效维护消费者利益。

地方标准发布实施后，可通过集中培训、专题解读等方式对相关人员进行培训，使其了解标准、熟悉标准，推动标准的推广、应用，并对实施过程中存在的问题进行协调处理；对标准所涉及的检测方法、检测仪器等操作进行培训讨论。

八、起草单位和起草人信息及分工

本文件起草单位为江苏省产品质量监督检验研究院（统一社会信用代码123200004660013476）、江苏中烟工业有限责任公司（统一社会信用代码 913200001347645408）。江苏省产品质量监督检验研究院作为标准项目负责单位，组织并负责了标准的申报、起草、试验以及审定等过程。江苏中烟工业有限责任公司作为标准项目的共同负责单位主导了标准的编制和试验等过程。

主要起草人及其所作工作：

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 人员 | 工作内容 | 单位 |
| 张晓强 | 标准起草负责人，组织标准起草，总体负责标准审定撰写等具体工作 | 江苏省产品质量监督检验研究院 |
| 朱成文 | 标准起草负责人，组织标准起草，总体负责标准审定撰写等具体工作 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 沈晓晨 | 负责标准起草，组织和开展试验研究 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 芮金生 | 负责标准起草，组织和开展试验研究 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 徐如彦 | 协助组织标准编写，确定标准框架 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 闫新可 | 协助标准起草和试验研究 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 王春丽 | 协助讨论标准编写和制定框架 | 江苏省产品质量监督检验研究院 |
| 边姜 | 协助组织讨论标准编制 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 王珂清 | 协助标准起草和试验研究 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 倪永标 | 负责标准审核、修改、报批等工作 | 江苏省产品质量监督检验研究院 |
| 唐敏敏 | 负责标准审核、修改、报批等工作 | 江苏省产品质量监督检验研究院 |
| 王鸣 | 协助相关试验研究 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 王仰勋 | 协助相关试验研究 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 张佰明 | 协助标准文本的修改和相关试验 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 王雷 | 协助标准文本的修改和相关试验 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 张兰晓 | 协助标准文本的修改 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 李建英 | 协助标准文本的审核和相关试验 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 游敏 | 协助研究标准审核、报批和相关试验 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 吴恺 | 协助研究标准审核、报批和相关试验 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 赵国梁 | 协助标准相关试验 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 陈思蒙 | 协助标准相关试验和文本的编制 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 张志松 | 协助标准文本的修改 | 江苏中烟工业有限责任公司 |
| 王平平 | 协助标准相关资料的整理和修改 | 江苏中烟工业有限责任公司 |