

## 液态奶黑白膜包装重点卫生性能的监测及解决方案

**摘要：**液态奶黑白膜主要是以 PE 类树脂、黑白色母料为主要原料，并根据需要加入阻隔性树脂共挤而成的复合膜，其在使用过程中采用油墨表印工艺，因此由制膜过程及印刷过程引入的不溶物等有害成分在酸性、油脂性环境中极易迁移至液态奶中，进而危害消费者健康。所以，需及时采用蒸发残渣等测试设备监测包装接触材料的重点卫生性能。本文介绍了鲜牛奶黑白膜中高锰酸钾消耗量、蒸发残渣、重金属、脱色试验这四重点卫生性能，并详细介绍了蒸发残渣仪的检测原理、试验步骤及应用，可为行业内包装材料蒸发残渣的测试提供参考。

**关键词：**液态奶、黑白膜、包装材料、卫生性能、蒸发残渣、高锰酸钾消耗量、重金属、蒸发残渣仪、干燥冷却、恒重

### 测试意义：

液态奶黑白膜是采用 LDPE、LLDPE 为主要树脂原料，再加入黑、白色母料，采用共挤工艺吹制而成的复合膜，一般为三层或三层以上结构。液态奶黑白膜又分为阻隔类与非阻隔类，非阻隔类即不再添加任何具有较高阻隔性的树脂原料，而阻隔类的黑白膜会另外加入 EVOH、PA 等阻隔性树脂共挤成膜，高阻隔类的液态奶黑白膜在低温环境下的氧气透过率可达到  $2.0 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot 0.1\text{MPa})$ 。另外，为了获得良好柔韧性及热封口效果，有些种类的液态奶黑白膜会加入 mLLDPE 树脂。因此，鉴于 PE 类液态奶黑白膜可具有优异的阻隔性、热封性、避光性以及柔韧性，是目前液态奶生产行业广为采用的一种包装材料。

液态奶黑白膜多采用表面印刷工艺，即利用专用耐水耐高温的表印油墨印刷在黑白膜包装外表面，因此油墨层是直接暴露在外。鉴于液态奶黑白膜的制造工艺及印刷工艺，树脂原料及油墨极易出现有害的小分子物质或有机溶剂残留，而这些残留物质采用何种手段进行严格监控，则需要进行相关卫生化学性能指标的检测。BB/T 0052-2009 《液态奶共挤包装膜、袋》产品标准中规定了 PE 类液态奶黑白膜中相关卫生性能参考 GB 9687-1988 《食品包装用聚乙烯成型品卫生标准》，即严格检测“蒸发残渣”、“高锰酸钾消耗量”、“重金属”、“脱色试验”这四重点卫生性能指标。这些指标可准确反映包装材料中有机小分子成分或重金属等有害物质的含量，有效降低在制膜或印刷过程中因工艺参数控制不当或油墨成分使用不当而产生的有害物质，最大程度的减轻因包装材料引起的液态奶污染。



图 1 液态奶黑白膜

#### 检测方法:

液态奶黑白膜重点卫生性能指标均按照 GB/T 5009.60-2003《食品包装用聚乙烯、聚苯乙烯、聚丙烯成型品卫生标准的分析方法》中规定的相应检测方法，这四项目标在试验前需在特定的温度下在特殊的溶液中浸泡 2 h，再按照不同的测试方法进行各指标的检测。

- **蒸发残渣:** 将试样分别经由不同溶液浸泡后，将浸泡液分别放置在水浴上蒸干，于 100℃左右的环境下干燥 2 h 后，冷却称重。该指标即表示在不同浸泡液中的溶出量。不同浸泡液可分别模拟接触水、酸、酒、油不同性质食品的情况。
- **高锰酸钾消耗量:** 将浸泡后的试样，用高锰酸钾标准滴定溶液进行滴定，通过测定其高锰酸钾消耗量，再计算出可溶出有机物质的含量。该指标是表征包装材料中小分子有机物及制膜过程中高温分解的小分子有机物质的总含量。
- **重金属:** 将浸泡液中重金属（以铅计）与硫化钠作用后，在酸性溶液中形成黄棕色硫化铅，再与铅标准溶液比较颜色，如不深于标准溶液，即为重金属含量符合标准。该指标表征包装材料中重金属，如铅、镉、汞等的含量。
- **脱色试验:** 上述四种浸泡液不得在浸泡时染有颜色，同时将沾有冷餐油、乙醇的棉花反复擦拭试样接触食品的部位 100 次，棉花上不得染有颜色。此指标表征包装材料中油墨在食品环境中向食品内容物的迁移程度。

本文将采用 Labthink 兰光公司自主研发的新型 ERT-01 蒸发残渣恒重仪结合上述标准对鲜牛奶黑白膜样品的“蒸发残渣”指标性能的检测进行重点介绍。

## 1、试验仪器

ERT-01 蒸发残渣恒重仪 (Labthink 兰光), 可测试 0 ~ 80 g 残渣质量, 测试精度 0.3 mg; 控温范围 100 ~ 130°C, 控温精度 $\pm 0.2^\circ\text{C}$ ; 热风循环风速 0.2 m/s, 试样容积 0 ~ 200 mL; 单机八个试样独立测试及全自动试验过程, 大大提高检测效率。采用自动升降机构设计和间歇称重测量方法, 有效降低系统误差。试验腔热风循环系统, 自动控温和排湿的独特设计。设备可在高温条件下直接进行称量, 避免人为因素造成的影响, 保证测试结果的准确性。比例、模糊、差值三种试验模式, 满足用户不同的测试需求。搭配了具有人性化的操作界面和智能化数据处理功能的操作软件, 可连接 Lystem™ 实验室数据共享系统, 统一管理试验结果和试验报告。

该仪器满足多种国家标准: GB/T 5009.60-2003、GB/T 5009.64-2003、GB/T 5009.68-2003、GB/T 5009.69-2008、GB/T 5009.203-2003、GB/T 9740-2008。可适用于以聚乙烯、聚苯乙烯、聚丙烯、过氯乙烯树脂为原料制作的各种食具、容器及食品用包装薄膜、罐头或其他各种食品用工具、管道等制品在不同浸泡液中的溶出量的测定。



图 2 ERT-01 蒸发残渣恒重仪

## 2. 试样的制备

按照试样的接触面积每平方厘米加 2 mL 的液体量倒入浸泡液。分别浸泡在以下四种溶液中:

水: 60°C, 浸泡 2h; 乙酸(4%): 60°C, 浸泡 2h; 乙醇(65%): 室温, 浸泡 2h; 正己烷: 室温, 浸泡 2h。

## 3. 试验条件

地点：济南兰光包装安全检测中心

试验条件：实验室环境

试验方法：水浴蒸干 + 蒸发残渣仪干燥、称重

## 4. 试验步骤

### 4.1 试验原理

试样经由特殊要求的溶液浸泡后，取一定数量的浸泡液，置于预先在高温烘箱中干燥至恒量的蒸发皿中，在水浴上蒸干，于高温干燥后冷却称量，再干燥冷却称量，直至恒重。该质量减去空皿的质量即为蒸发残渣质量。

蒸发残渣是表征包装材料中人为添加以及制膜过程中高温氧化裂解产生的不溶性物质在使用过程中遇酸、酒、油等不同性质液体析出的总含量。

### 4.2 试验步骤

ERT-01 蒸发残渣恒重仪可将繁琐的干燥、冷却、恒重等步骤转为由智能化设备一次性完成，仅采用这一台设备即可完成水浴锅、烘箱、干燥器三种仪器的工作，操作简单快捷：

- 取试样正己烷浸泡液 200 mL，分多次置于预先在  $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  干燥至恒量的 50 mL 玻璃蒸发皿中，在水浴上蒸干。
- 将蒸发残渣仪设置好试验参数，包括温度、称重间隔时间、试验模式等。
- 将蒸干后的蒸发皿放入蒸发残渣仪中，由仪器自行完成对蒸发皿的干燥、恒重称量。
- 同时将未加试样的空白浸泡液按照上述步骤同时进行干燥、恒重称量。
- 由仪器软件自行计算蒸发残渣质量及含量。
- 关闭软件程序与仪器电源。
- 按照上述步骤，分别测试水、乙醇、乙酸浸泡液中试样的蒸发残渣。



图 3 蒸发皿在 ERT-01 中的干燥过程

鲜牛奶黑白膜在正己烷中的蒸发残渣含量分别为 12.1 mg/L、12.6 mg/L，两次平行试验的检测结果的差值为算术平均值的 4.0%，完全满足不超过 10%的精密度的计算要求。

#### 总结：

从本研究的试验过程及数据可以看出，ERT-01 蒸发残渣仪在替代以往干燥、冷却、恒重的繁杂试验过程中，既能保证试验过程的便捷性，也可满足良好的数据稳定性及精密度。在面对高频率监测包装材料卫生性能方面，蒸发残渣仪可提供高效率、高准确性的检测过程，极力防止有害物质迁移到食品内容物中，杜绝其危害消费者健康。鲜牛奶黑白膜仅是各种包装材料的典型代表，其他如塑料复合膜、内壁涂料、容器等材质的蒸发残渣测试皆可采用此检测仪器进行验证。Labthink 兰光一直致力于为全球客户提供专业、便捷、智能化的检测服务与设备，涉及包装材料阻隔性、机械性能强度等性能，您可以登陆 [www.labthink.cn](http://www.labthink.cn) 查看具体信息或致电 0531-85068566 咨询。Labthink 兰光期待与行业中的企事业单位增进技术交流与合作。

版权声明：文章版权所有 济南兰光机电技术有限公司，未经许可禁止转载！