



**DIRECTION GÉNÉRALE DES PRODUITS DE SANTÉ ET DES ALIMENTS**

**OTTAWA**

**MÉTHODE SERVANT À LA DÉTECTION DE FUITES MICROSCOPIQUES  
DANS DES CONTENANTS DE MÉTAL OU DE VERRE SCELLÉS HERMÉTIQUEMENT**

**Dev C. Nundy  
Laboratoire des aliments  
Laboratoire d'Ottawa (Carling)  
Agence canadienne d'inspection des aliments  
Ottawa (Ontario), K1A 0C6**

**Courriel : [dnundy@inspection.gc.ca](mailto:dnundy@inspection.gc.ca)**

**1. APPLICATION**

L'objectif de la présente méthode est de détecter les fuites dans des contenants par l'application d'un vide connu ou d'une pression connue. La méthode s'applique à toutes les boîtes métalliques faites de deux ou trois pièces et aux contenants de verre scellés hermétiquement. Pour déceler les fuites microscopiques, il est recommandé d'utiliser la méthode du vide, par contre on peut également utiliser des colorants spéciaux. Ces épreuves peuvent être utilisées pour déterminer la présence de défauts du serti, de l'agrafe latérale, du trait de coupe, de l'anneau de préhension et du corps de la boîte, et leur gravité, s'il y a lieu, qu'ils soient cachés ou visuellement apparents. Dans les contenants de verre avec couvercle, un défaut de l'émail à l'intérieur du couvercle, du joint, la formation incorrecte de crans des couvercles « quart de tour », et la profondeur de ces crans, des taches, de la saleté ou des matières étrangères sur les couvercles et les fractures possibles du verre sont tous des défauts qui peuvent être détectés par la méthode de détection des micro-fuites. Cette méthode révisée remplace la méthode MFHPB-25E datée d'octobre 1991.

**2. PRINCIPE**

Il s'agit de créer un vide connu ou une pression connue à l'intérieur d'un contenant métallique ou de verre vide, nettoyé et asséché. Les fuites sont décelées par l'observation de la formation de bulles d'air à un point de fuite. L'application de colorants spéciaux permet la détection de fuites au travers du site analysé et l'observation visuelle.

**3. DÉFINITION DES TERMES**

Voir annexe A du volume 2.

**4. PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS**

Voir annexe B du volume 2.

## 5. MATÉRIEL ET ÉQUIPEMENTS SPÉCIAUX

### Épreuve de détection des fuites microscopiques par la méthode du vide :

- 1) Détecteur de fuites microscopiques  
La préparation du système d'analyse par la méthode du vide est décrite à l'annexe A.
- 2) Joints d'étanchéité  
On a besoin d'un joint d'étanchéité pour chaque format (diamètre) ou forme de contenant (assez gros pour accommoder les contenants les plus larges à être analysés); ces joints peuvent être découpés dans des feuilles de caoutchouc ou de néoprène de ¼ de pouce (6,35 mm). Le diamètre interne de chaque joint doit être d'environ ½ pouce plus petit (12,7 mm) que celui du contenant et le diamètre externe plus grand d'environ ½ pouce (12,7 mm). On peut également acheter ces joints sous forme de rondelles, de fabrication et de taille semblables, correspondant au diamètre de toutes les boîtes couramment utilisées.
- 3) Source de vide  

On peut utiliser une pompe à vide ou à pression de laboratoire, ou un appareil équivalent, pouvant maintenir un vide constant de  $25 \pm 1$  pouces de mercure.

3.1 L'étalonnage de la source de vide doit être effectué annuellement, ou au besoin, à l'aide d'un appareil d'étalonnage certifié étalonné N.I.S.T. (National Institute of Standards and Technology).
- 4) Valves et tuyauterie  

On peut raccorder les valves et la tuyauterie de la façon illustrée à la figure 2. La tuyauterie doit être de ¼ de pouce (6,35 mm) R.P.T. et être munie de raccords filetés de 1/8 de pouce (3,175 mm) à chaque bout, permettant l'adaptation de tubes de caoutchouc, supportant la pression, servant à connecter le système de valves à la source de vide et au plateau du détecteur. La disposition peut légèrement varier selon l'équipement disponible.
- 5) Source lumineuse  

Lampe au quartz et à l'iode de 100 watts, fixée sur un support flexible d'une longueur d'un pied et demi (45 cm) (un support de fibre de verre est considéré comme étant adéquat). On peut également utiliser une lampe halogène disponible sur le marché.
- 6) Ouvre-boîte de type Bacti-Disc (Wilkens-Anderson Co., Dixie Canner Equipment Co.).
- 7) Réservoir rond en verre ou aquarium rectangulaire.

### Épreuve de détection des fuites microscopiques par application de pression :

Liste du matériel et de la préparation de l'épreuve par application de pression tel que décrit à l'annexe B.

### Épreuve de détection des fuites microscopiques à l'aide de colorants :

- 1) Colorant liquide Ardrex (Ardrex P134D, liquides fluorescents lavables à l'eau. Oakite Ltd., 115 East Drive, Bramlea, Ont., L6T B17, 1 (800) 668-4318)
- 2) Révélateur (Ardrex 9D1B, Oakite Ltd., 115 East Drive, Bramlea, Ont., L6T B17, 1 (800) 668-4318)
- 3) Colorant fluorescent vert liquide Magnaflux zyglo (ZL-4B Magnaflux Corporation, Chicago, IL)
- 4) Érythrosine B (Sigma Ltd. Cat. N° E886)
- 5) Rodamine B (Sigma Ltd. Cat. N° R662)

## 6. PROCÉDURE

**MESURES DE SÉCURITÉ : Suivre toutes les consignes de sécurité décrites dans la méthode MFHPB-01 et la MFHPB-06 pour les aliments dans des contenants scellés hermétiquement.**

### 6.1 Préparation des unités d'échantillonnage

- 6.1.1 S'assurer que l'identification du contenant a été faite comme décrit dans la MFHPB-06.
- 6.1.2 Retirer et identifier l'étiquette comme décrit dans la MFHPB-06.
- 6.1.3 Choisir l'extrémité qui sera ouverte. Ce sera habituellement l'extrémité non codée (extrémité du fabricant de la boîte).
- 6.1.4 Localiser et identifier clairement tout défaut visible à l'aide du manuel « Défauts des boîtes métalliques - caractérisation et classification », Agence canadienne d'inspection des aliments, 1999.
- 6.1.5 Nettoyer toute trace de poussière ou de saleté adhérant à la surface de la boîte qui sera ouverte. Si le contenant est très sale, frotter à fond avec de l'eau et un détergent au besoin.
- 6.1.6 Ouvrir les boîtes à l'aide d'un ouvre-boîte de type Bacti-Disc, ou de tout autre instrument permettant de découper un trou à une extrémité de la boîte, à environ ¼ de pouce (6,35 mm) du serti, au centre du contenant, de façon qu'il soit assez gros pour voir au travers et pour retirer le contenu par l'ouverture. Le trou doit être assez large pour installer la fiche de connexion utilisée pour l'épreuve de la pression si l'épreuve de la pression est effectuée sur le même contenant. Prendre les précautions appropriées lors de l'ouverture et des manipulations des boîtes dont le contenu peut être contaminé.
- 6.1.7 Examiner le contenu pour y déceler toute odeur ou tout autre indice de détérioration, comme par exemple la présence de mousse, de grumeaux, de décoloration, etc., immédiatement après l'ouverture du contenant et avant de vider le contenu.
- 6.1.8 Vider le contenu et rincer le contenant sous un jet d'eau tiède du robinet pour enlever toute trace de produit.
- 6.1.9 Pour nettoyer, immerger le contenant pendant au moins 30 minutes dans un récipient contenant une solution d'Extran 300 à 5 % tiède (40 - 45 °C) (ou tout autre détergent d'usage domestique pour laver la vaisselle qui enlève la graisse). On peut se servir d'une brosse douce pour faciliter le nettoyage. Rincer soigneusement le contenant sous un jet d'eau tiède du robinet.
- 6.1.10 Faire sécher la boîte pendant toute la nuit à 35°C. On peut accélérer le séchage en utilisant un four à air pulsé, réglé à une température de 60°C ± 10°C pendant deux heures. Après le séchage, laisser refroidir la boîte à la température de la pièce.

### 6.2 Épreuve de détection des fuites microscopiques à l'aide de la pression négative contrôlée (vide)

- 6.2.1 Verser au maximum environ 1 pouce d'eau (2,5 cm), désaérée juste avant l'utilisation, dans le fond du contenant. L'addition d'une très faible quantité d'agent tensio-actif peut faciliter l'observation des bulles apparaissant à un point de fuite possible. La quantité d'agent tensio-actif utilisée doit être bien contrôlée afin de prévenir la formation excessive de mousse

pouvant ainsi cacher une fuite.

- 6.2.2 Placer la plaque de plexiglas, munie d'un joint d'étanchéité approprié, sur l'extrémité ouverte du contenant et créer un vide suffisant pour bien sceller le joint. En humidifiant les deux surfaces du joint, on peut obtenir une meilleure étanchéité.
- 6.2.3 Augmenter le vide lentement jusqu'à 5 pouces de mercure. Maintenir le vide constant pendant une minute avant de chercher pour la formation de bulles d'air.
- 6.2.4 Diriger une source de lumière extérieure sur la plaque de plexiglas de manière à éclairer les surfaces internes de la boîte. En tournant et en inclinant lentement le contenant, recouvrir progressivement d'eau toute la surface interne de la boîte en faisant particulièrement attention aux sertis. Observer les endroits où se forment des bulles d'air et identifier chacun de ces endroits. Selon la dimension de la fuite, les bulles d'air prendront la forme d'une chaîne de bulles provenant d'un seul endroit ou d'une seule bulle statique se gonflant graduellement. Au début, lorsque le vide est appliqué à l'intérieur du contenant, il arrive souvent que l'air emprisonné dans les sertis se libère sous forme de bulles. Ceci n'est pas un indice de fuite.
- 6.2.5 Augmenter le vide jusqu'à 25 pouces de mercure, en intervalles de 5 pouces à la fois, et répéter l'étape 6.2.4 à chaque augmentation. Le niveau de vide utilisé pour cette épreuve dépendra du format et du modèle de la boîte suivant les spécifications du fabricant.

### **6.3 Épreuve de détection des fuites microscopiques à l'aide de la pression positive contrôlée**

Le corps des boîtes doit être entièrement sec et le joint doit être exempt d'huile et d'eau avant et pendant la mise sous pression.

- 6.3.1 À l'aide de l'alésoir (figure 2), aplanir toute irrégularité sur le contour de l'ouverture de la boîte. Prendre bien soin de tenir l'alésoir en position verticale (à angle droit avec la surface de l'extrémité du contenant) afin d'éviter de faire saillir à l'extérieur le métal découpé autour de l'ouverture.
- 6.3.2 Insérer la fiche de connexion dans l'ouverture jusqu'à ce qu'elle y soit fermement engagée et assurer l'étanchéité en serrant l'écrou (papillon) sur la tige de la fiche.
- 6.3.3 Relier le bec de la tige de la fiche de connexion à une source d'approvisionnement d'air par l'intermédiaire de la valve de contrôle (Annexe A, figure 1) ou directement à une pompe à pression et à vide avec une valve de contrôle.
- 6.3.4 Ouvrir la ou les valves afin d'obtenir une pression interne de 1 à 2 livres par pouce carrée (psi) à l'intérieur du contenant. Attendre une minute puis immerger le contenant dans un bain d'eau sans agitation à température de la pièce. Veiller à ce que la boîte soit entièrement submergée pour permettre aux endroits critiques d'être exposés à la pression, y compris la ligne d'amincissement, le serti et le rivet de la languette d'arrachage. (L'addition d'une petite quantité d'agent tensio-actif (détergent) réduit la tension de surface de l'eau et favorise la formation de bulles d'air aux points de fuite).
- 6.3.5 Pendant que le contenant est immergé dans l'eau, brosser toutes les bulles d'air adhérant à sa surface à l'aide d'un petit pinceau d'artiste.
- 6.3.6 Observer et enregistrer l'apparition de toute bulle d'air apparaissant sur la surface ou de toute série de bulles s'échappant du contenant. Marquer de façon indélébile l'endroit d'où s'échappent les bulles afin de déterminer la cause des fuites, comme par exemple défauts du serti, corrosion, etc. Encore une fois, enlever les bulles de la surface à l'aide du pinceau et confirmer la présence de fuites en observant la réapparition de bulles au même endroit. Maintenir le contenant dans l'eau pendant au moins une minute à ce niveau de pression.
- 6.3.7 Augmenter la pression interne du contenant à 5 psi et répéter l'étape 6.3.6 ci-dessus.

6.3.8 Continuer d'augmenter la pression interne dans le contenant en intervalles de 5 psi, jusqu'à un maximum de 20 psi, en répétant l'étape 6.3.6 à chaque augmentation. Dans le cas des boîtes qui ne sont pas prévues pour conserver un vide, boîtes non rondes et boîtes à ouverture facile par la ligne d'amincissement, une pression maximale de 48 KPa (7 psi) devrait être utilisée. Si une augmentation de pression entraîne un flambage du contenant, il faut interrompre l'épreuve. Pour les boîtes de dimension égale ou supérieure au format 603, ne pas appliquer de pression supérieure à 10 psi.

#### **6.4 Épreuve de détection des fuites microscopiques à l'aide de colorants visibles et fluorescents**

Déterminer l'endroit sur la boîte où l'épreuve doit être effectuée. Couper en deux le contenant et garder la moitié que vous voulez utiliser pour l'épreuve.

##### 6.4.1 Colorant liquide Ardrex P134D Type I (fluorescent)

Appliquer le colorant à l'endroit de l'épreuve (serti, anneau de préhension, trait de coupe ou autres endroits sous examen) et observer le colorant au fur et à mesure qu'il passe à travers le point de fuite. Le temps de contact maximal est de 120 minutes.

Étape facultative : le colorant liquide Ardrex peut être utilisé avec un révélateur. La fonction du révélateur est d'aider à identifier le colorant lorsqu'il s'écoule à travers le point de fuite analysé.

Si vous utilisez un révélateur, vaporisez-le sur le côté opposé de l'endroit de l'épreuve et attendez que le révélateur sèche, conformément aux directives du fabricant (le séchage nécessite entre trois et cinq minutes).

##### 6.4.2 Colorant fluorescent vert liquide Magnaflux zyglo :

Appliquer le colorant à l'endroit de l'épreuve (serti, anneau de préhension, trait de coupe, etc.).

Inspecter au départ la boîte après avoir appliqué le colorant, puis l'inspecter ensuite toutes les quinze minutes, jusqu'à une période de deux heures, pour déterminer si le résultat de l'épreuve au colorant est positif ou négatif.

La période de deux heures est décrite dans le Bacteriological Analytical Manual du United States Food and Drug Administration (USFDA) publié par l'AOAC International, 7<sup>e</sup> édition, 1992. Il est à noter qu'une plus longue période peut être utilisée si on le juge nécessaire.

##### 6.4.3 Rhodamine B (Facultatif)

##### 6.4.4 Érythrosine B (Facultatif)

**Nota :** Tous les colorants et révélateurs devraient être utilisés dans des endroits aérés et conformément aux directives de sécurité du fabricant.

#### **6.5 Inscription de résultats**

Noter les points de fuite et les pressions auxquelles se sont produites les fuites ainsi que tout défaut associé à la fuite. Les résultats de l'épreuve avec colorant sont inscrits comme étant positifs ou négatifs : les résultats sont positifs lorsque le colorant s'écoule au travers du site de l'épreuve dans un délai de deux heures ou moins; les résultats sont négatifs si le colorant n'a pas été détecté à l'endroit de l'épreuve après une période de deux heures.

## **7. RÉFÉRENCE**

7.1 Bacteriological Analytical Manual publié par AOAC International. (1992). 7<sup>e</sup> édition.

- 7.2 Agence canadienne d'inspection des aliments, Gouvernement du Canada. (1999). Défauts des boîtes métalliques - caractérisation et classification.
- 7.3 National Canners Association. (1972). « Construction and use of a Vacuum Micro-Leak Detector for Metal and Glass Containers ».

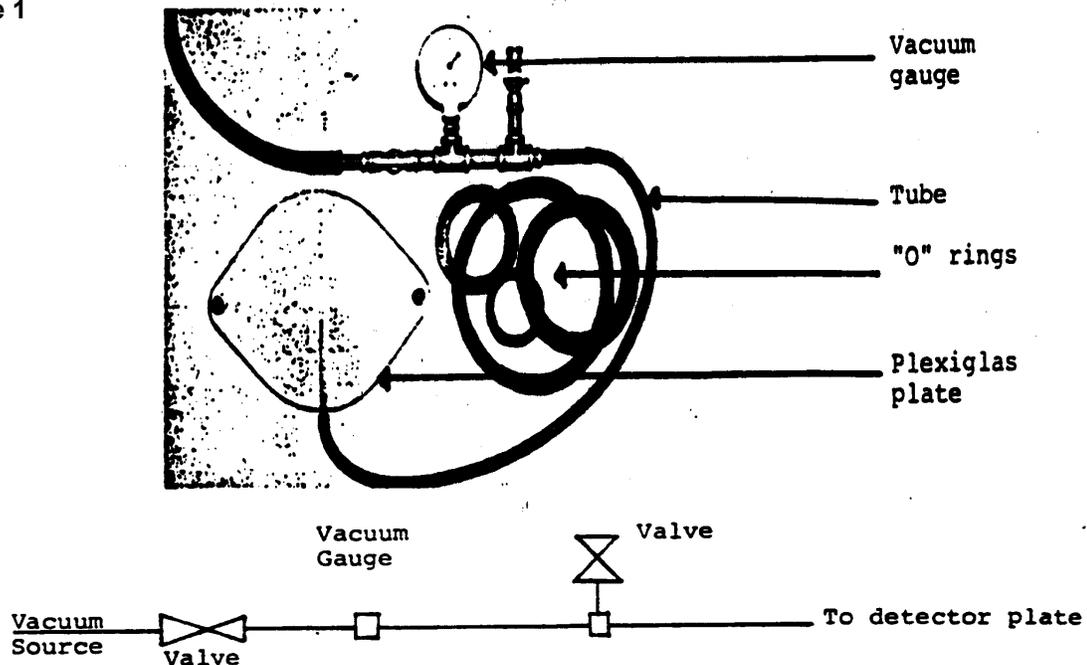
## ANNEXE A

### Détecteur de fuites microscopiques par la méthode du vide

La plaque de plexiglas peut être fabriquée de la façon suivante :

- a) Déterminer le centre d'une feuille de plexiglas de 3/8 de pouce (9,5 mm) d'épaisseur et de 7 pouces (18 cm) sur 7 pouces (18 cm).
- b) Tracer un cercle de 7 pouces (18 cm) de diamètre et couper la plaque le long de cette ligne de façon à n'enlever que les deux coins opposés.
- c) Arrondir légèrement les deux autres coins.
- d) Percer un trou de 3/32 de pouce (2,4 mm) de diamètre dans l'épaisseur de la plaque à partir du côté extérieur jusqu'au centre.
- e) Percer un trou de 3/32 de pouce (2,4 mm) de diamètre à partir de la surface inférieure de la plaque afin de rejoindre le trou déjà percé et de terminer le canal requis pour la circulation du vide.
- f) Agrandir l'ouverture du trou situé sur le côté de la plaque jusqu'à 1/4 de pouce (6,35 mm) afin de pouvoir y installer un tube de plastique d'un diamètre externe de 1/4 de pouce (6,35 mm).
- g) Coller le tube en place avec un solvant ou une colle adéquate.
- h) Pour éviter d'égratigner le plexiglas au contact de la surface du compteur, au laboratoire, fixer des capsules en caoutchouc au-dessus et au-dessous des deux coins arrondis.
- i) La préparation des joints d'étanchéité (rondelles) pour la plaque de plexiglass est décrite à la section 5.

Figure 1



Légende :

Manomètre à vide (Vacuum gauge)  
Tube (Tube)  
Joints d'étanchéité (O rings)  
Plaque de plexiglass (Plexiglass plate)  
Source de vide (Vacuum source)  
Valve (Valve)  
Manomètre (Gauge)  
Vers la plaque du détecteur (To detector plate)

**ANNEXE B**

**Détecteur de fuites microscopiques par application de pression**

**1. Appareillage et matériel**

1.1 Système de fiche de connexion pour la détection des fuites sous pression dans les boîtes tel qu'illustré à la figure 3.

1.1.1 L'épreuve sous pression peut être réalisée à l'aide de pompe à pression et à vide permettant une émission d'air de 0 à 30 psi en intervalles de 1 psi, et qui devrait posséder une seule valve de contrôle qui permet une augmentation ou diminution en intervalles de la pression.

1.2 Pour régler la pression de l'air pour les pressions excédant 300 psi et les bonbonnes à air comprimé, utiliser un système de régulation à deux valves, permettant une émission d'air de 0 à 25 psi en intervalles de 1 psi. Par ailleurs, pour les pressions inférieures à 300 psi, on peut utiliser une seule valve de contrôle du genre de celle fabriquée par Brass & Bronze Work Inc., 128 Mognolia Avenue, Long Island, N.Y., 11590 (n° BL-4260-1), ou l'équivalent.

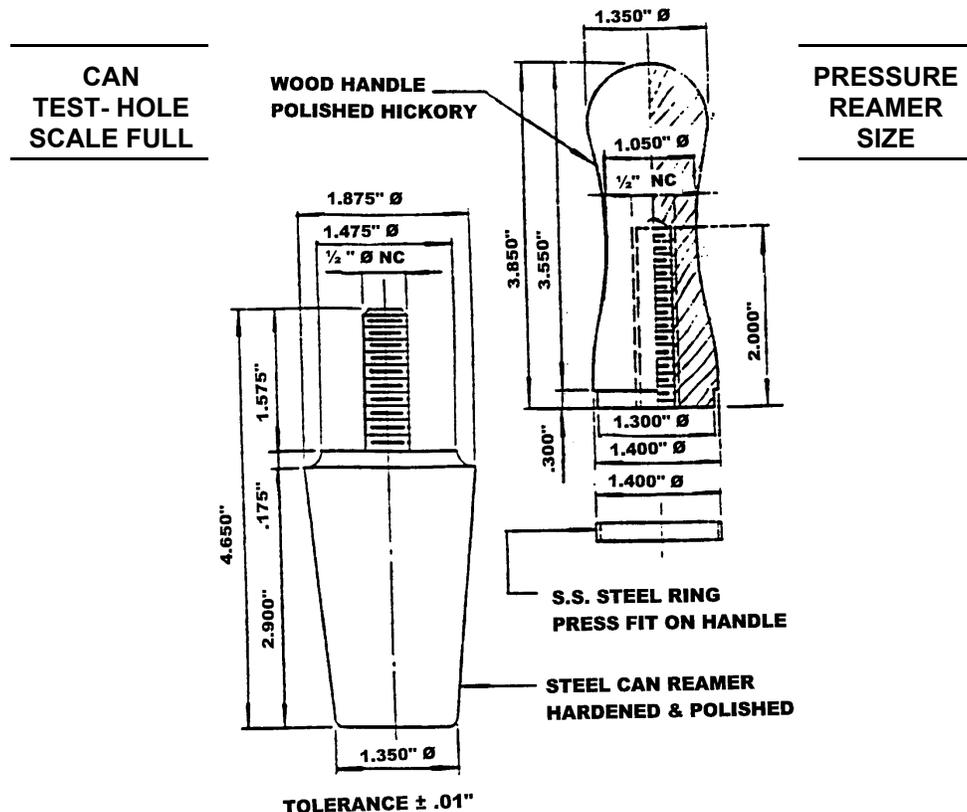
1.2.1 Régulateur de pression (Watts R10-02C M3). Figure....

1.3 Utiliser une cuve transparente (récipient ou aquarium cylindrique ou rectangulaire à parois épaisses) de dimensions permettant l'immersion complète d'une boîte de conserve n° 10 scellée. (N° 1-260-50 dans le catalogue Fischer Scientific, ou l'équivalent).

1.4 Les pinceaux devraient être souples de type poils de chameau et d'une largeur n'excédant pas 1/4 de pouce (6,35 mm) (n° 3-670 dans le catalogue Fisher Scientific, ou l'équivalent).

1.5 Alésoir illustré à l'échelle, à la figure 2.

**Figure 2**



Légende :

Épreuve par application de pression (Can pressure test)

Alésoir illustré à l'échelle (Hole reamer scale full size)

Manche de bois d'hickory poli (Wood handle polished hickory)

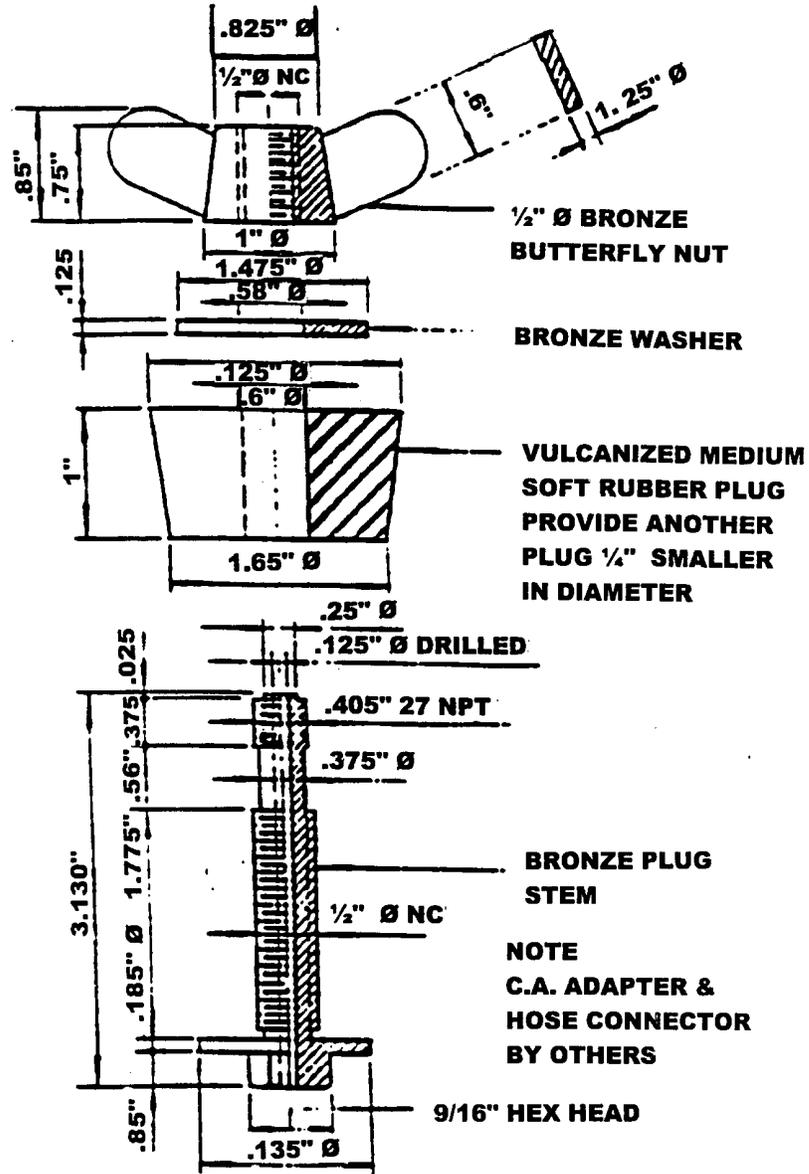
Rondelle d'acier inoxydable montée sous pression sur le manche (s.s. steel ring press fit on handle)

Alésoir pour boîte de conserve, en métal durci et poli (Steel can reamer hardened & polished)

Tolérance (Tolerance)

Figure 3

ÉPREUVE PAR APPLICATION DE PRESSION -  
FICHE DE CONNEXION ILLUSTRÉE À L'ÉCHELLE



TOLERANCE ± .005"

NOTE  
ALL SURFACES TO BE  
SMOOTH & FREE OF BURRS

Légende :

Écrou papillon en bronze de 1/2 " (1/2 " bronze butterfly nut)

Rondelle de bronze (Bronze washer)

Bouchon de caoutchouc vulcanisé mi-dur; prévoir un autre bouchon d'un diamètre de 1/4 pouce plus petit (Vulcanized medium soft rubber plug provide another plug 1/4 " smaller in diameter)

Trou de 0,125" (0.125" drilled)

Tige de la fiche en bronze (Bronze plug stem)

Note: adaptateur pour air comprimé et tube de raccord à obtenir par d'autres fabricants (Note: c.a. adapter & hose conector by others)

Tête hexagonal de 9/16 " (9/16" hex head)

Note : toutes les surfaces doivent être lisses et exemptes de bavures (Note: all surfaces to be smooth & free of burrs)

Tolérance (Tolerance)

**Figure 4**

**Assemblage de l'épreuve par application de pression dans la boîte**



**Figure 5**

**Cuve d'eau transparente**

