

嵌入式樣品瓶蓋墊

磁性螺紋蓋-化學測試



105年度協助傳統產業技術開發計畫

測試人員：

彰化師範大學

林泱蔚老師 實驗室

日期：2017-11-03

化學測試之實施方法

PTFE/silicon墊片溶出測試

實驗1溫度溶出測試

查核指標：Septa_{FT}總訊號峰面積不能超過其它國際大廠10%。

實驗2 pH溶出測試

查核指標：Septa_{FT}總訊號峰面積不能超過其它國際大廠10%。

PTFE/silicon墊片頂空測試(GPC寡聚合物分析)

實驗3頂空GC測試

查核指標：(1) Septa_{FT}總訊號峰面積不能超過其它國際大廠10%。(2) Septa_{FT}在低分子量範圍(50-2000 m/z)成份鑑定不能超過其它國際大廠分析結果。

PTFE/silicon墊片吸附力測試

實驗4吸附效率測試

查核指標：Septa_{FT}吸附效率(斜率)不能超過其它國際大廠10%。

實驗5吸附力測試

查核指標：Septa_{FT}遺失百分比(loss%)不能超過其它國際大廠10%。

PTFE/silicon墊片氣密合度測試

實驗6瓶蓋組鬆緊氣密合度測試

查核指標：Septa_{FT}樣品遺失率(loss%)不能超過其它國際大廠10%。

實驗7取樣氣密度測試

查核指標：Septa_{FT}樣品遺失率(loss%)不能超過其它國際大廠10%。

實驗8高溫氣密度測試

查核指標：Septa_{FT}樣品遺失率(loss%)不能超過其它國際大廠10%。

實驗9 pH值氣密度測試

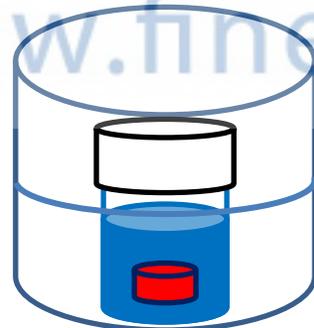
查核指標：Septa_{FT}樣品遺失率(loss%)不能超過其它國際大廠10%。

上機儀器檢測最終查核確效

- GC-FID墊片組成溶出物、pH值測試、頂空測試：本研究所生產之墊片比較其它廠牌所測得的溶劑訊號總面積相當或相差異<10%
- GC-MS墊片組成分子量試驗： $m/z \leq 2000$ 成份數量小於其它廠牌所測得，適於 $\mu\text{g/mL}$ 濃度級的分析物樣品瓶
- LC-UV墊片組成溶出物、pH值測試：本研究所生產之墊片比較其它廠牌所測得的溶劑訊號總面積相當或相差異<10%
- 吸附測試：利用分析物測試(1 ng/mL)之濃度(遺失率<10%)
- 密合度測試：利用分析物測試之訊號強度及時間再現性(相對標準偏差<10%)

- 實驗 1. 溫度溶出測試：將 FT 生產的墊片浸泡在 dichloromethane:methanol (50:50) 以及 ethyl ethanoate (EA) 有機溶劑中，並以 4，25，及 60°C 水浴鍋進行萃取 30 分鐘，再利用 GC-FID 進行萃取溶劑總訊號面積比較。總訊號峰面積增減百分比愈小，代表墊片不易受溫度影響而溶出干擾物質。
- 標準規範：目前國際大廠並未訂定出統一檢測標準規範，故將 鈺泰公司所研發蓋墊和國際大廠蓋墊（W 牌，T 牌，B 牌）實驗結果相比較。

隔水加熱



計畫執行上之困難
及因應對策

預估期末之重要與
目標達成

重要檢討

計畫執行內容

技術移轉進度及成果說明

- 實驗結果

Septa _{White-Final}	DCM:MeOH = 1:1			EA		
Temperature (°C)	4	25	60	4	25	60
Area ratio %	99.7	99.8	99.9	99.8	99.9	100.1
±Area %	-0.3	-0.2	-0.1	-0.2	-0.1	+0.1

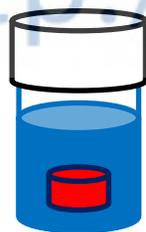
Septa _{Red-Final}	DCM:MeOH = 1:1			EA		
Temperature (°C)	4	25	60	4	25	60
Area ratio %	100.2	100.3	99.9	100.1	99.3	100.1
±Area %	+0.2	+0.3	-0.1	+0.1	-0.7	+0.1

- 結論

1. Septa_{White-Final}和Septa_{Red-Final}以溶劑訊號面積比值百分比檢測墊片溶出，發現溶劑面積增減百分比皆不大於10%，代表FT所生產的蓋墊為良好的蓋墊。

- 實驗2.pH溶出測試**：將FT生產的墊片浸泡在pH 3.0, 7.0, 10.0 磷酸緩衝溶液中浸泡24小時，再以dichloromethane:methanol (50:50)及ethyl ethanoate (EA)有機溶劑在4, 25, 及60°C水浴鍋進行萃取30分鐘，最後以GC-FID進行萃取溶劑總訊號面積比較。總訊號峰面積增減百分比愈小，代表墊片不易受溫度與pH值影響而溶出干擾物質。
- 標準規範**：目前國際大廠並未訂定出統一檢測標準規範，故將鈺泰公司所研發蓋墊和國際大廠蓋墊（WATER, THERMO, BRUKER）實驗結果相比較。

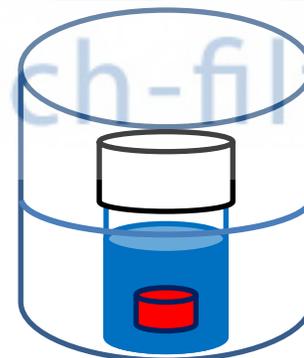
浸泡磷酸緩衝溶液



蓋墊清洗



隔水加熱



- 實驗結果(GC-FID)

Solvent	DCM:MeOH = 1:1								
Septa _{White-Final}	pH 3.0			pH 7.0			pH 10.0		
Temperature (°C)	4	25	60	4	25	60	4	25	60
Area ratio %	99.6	99.5	99.9	99.5	99.6	99.9	99.2	99.5	99.8
±Area %	-0.4	-0.5	-0.1	-0.5	-0.4	-0.1	-0.8	-0.5	-0.2

Solvent	EA								
Septa _{White-Final}	pH 3.0			pH 7.0			pH 10.0		
Temperature (°C)	4	25	60	4	25	60	4	25	60
Area ratio %	99.6	99.6	99.7	99.6	99.7	99.8	99.6	99.5	99.3
±Area %	-0.4	-0.4	-0.3	-0.4	-0.3	-0.2	-0.4	-0.5	-0.7

- 實驗結果(GC-FID)

Solvent	DCM:MeOH = 1:1								
Septa _{Red-Final}	pH 3.0			pH 7.0			pH 10.0		
Temperature (°C)	4	25	60	4	25	60	4	25	60
Area ratio %	100.2	101.0	100.7	100.5	100.6	100.1	100.4	100.2	101.0
±Area %	+0.2	+1.0	+0.7	+0.5	+0.6	+0.1	+0.4	+0.2	+1.0

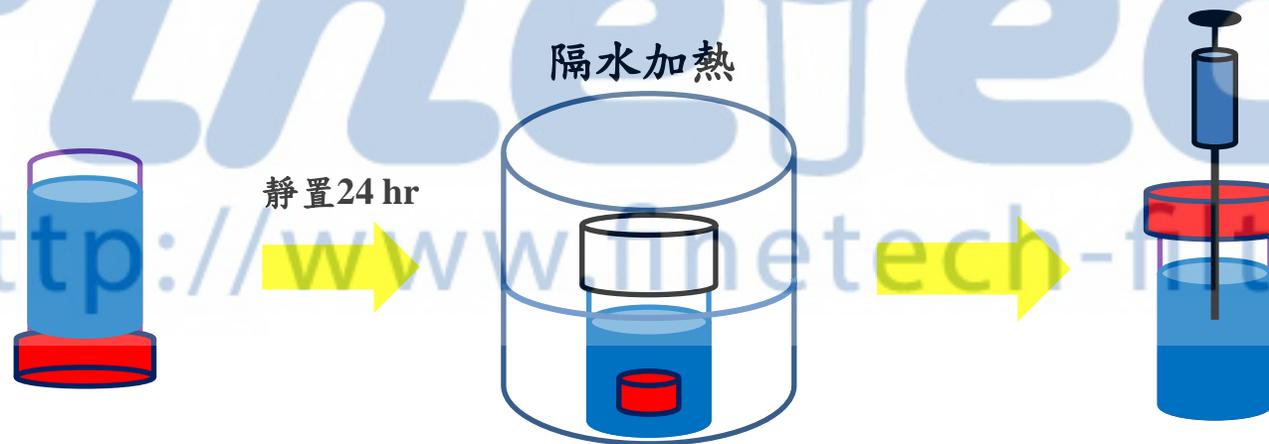
Solvent	EA								
Septa _{Red-Final}	pH 3.0			pH 7.0			pH 10.0		
Temperature (°C)	4	25	60	4	25	60	4	25	60
Area ratio %	101.7	101.1	103.7	102.5	104.1	103.3	102.3	102.5	99.3
±Area %	+1.7	+1.1	+3.7	+2.5	+4.1	+3.3	+2.3	+2.5	-0.7

- 結論

1. Septa_{White-Final}和Septa_{Red-Final} 以溶劑訊號面增減百分比檢測墊片溶出，發現面積增減百分比皆低於10%，代表FT所生產的墊片不會受到pH值的影響，為良好的墊片。

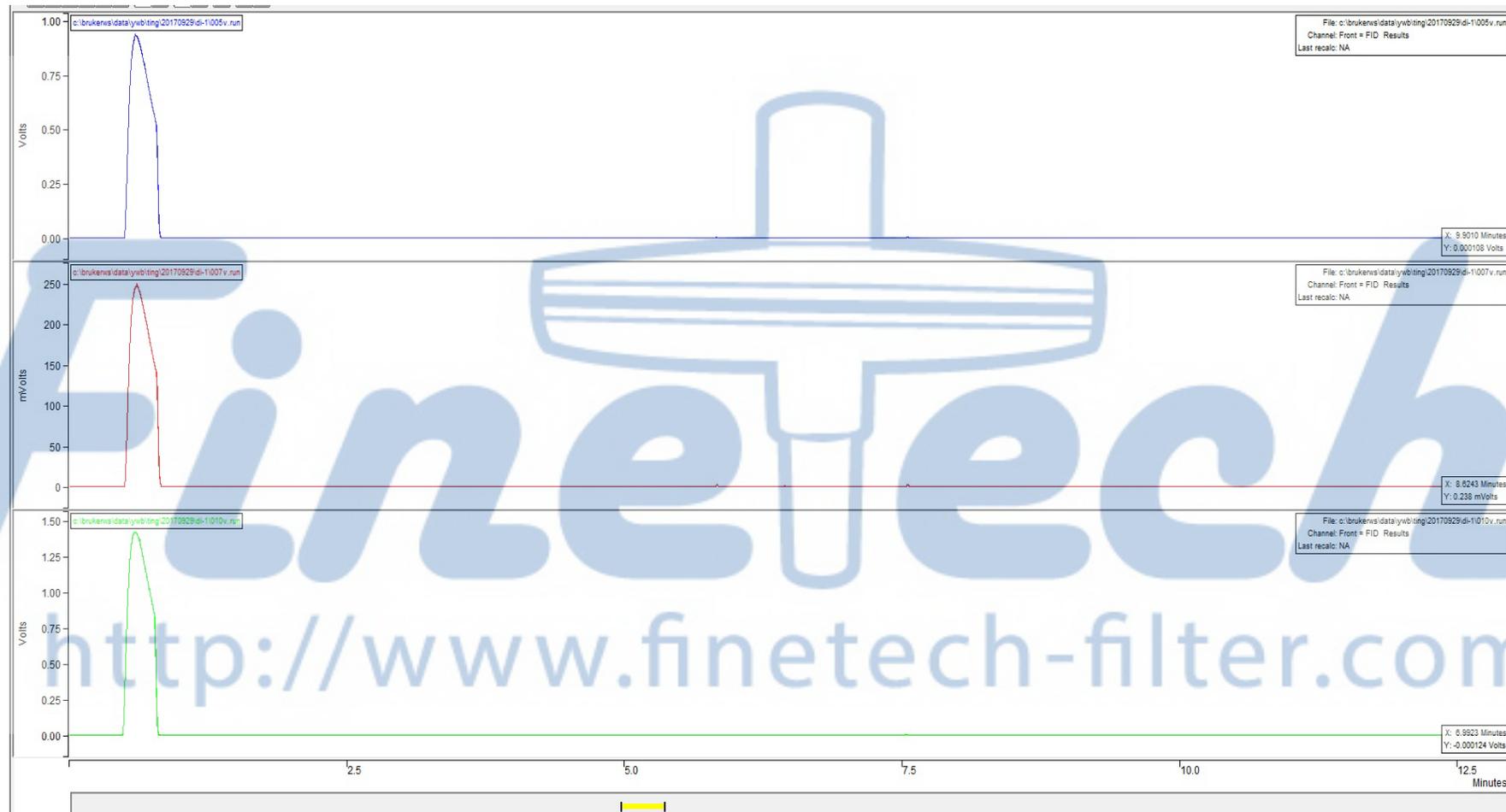


- 實驗3.頂空GC測試：將FT生產的墊片含蓋浸泡在 dichloromethane:methanol (50:50)有機溶劑中24小時，以 GC-FID進行有機溶劑總訊號面積量測及比較。最後再以 GC-MS進行在低分子量範圍(50-300 m/z)定性分析工作。
- 標準規範：目前國際大廠並未訂定出統一檢測標準規範，故將鈺泰公司所研發蓋墊和國際大廠蓋墊（W牌，T牌，B牌）實驗結果相比較。



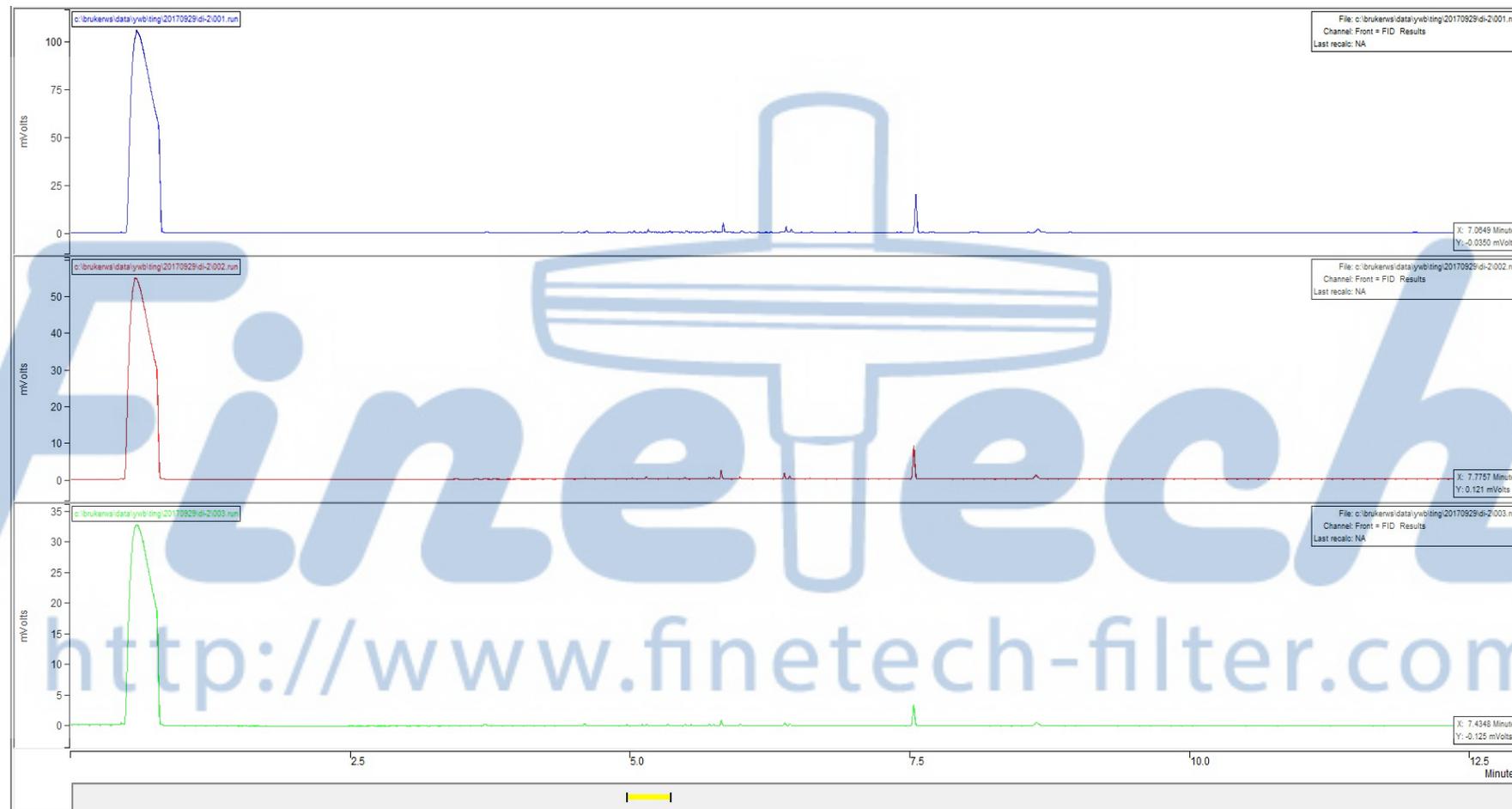
- 實驗結果

頂空測試(氣體)- Septa_{White}-Final



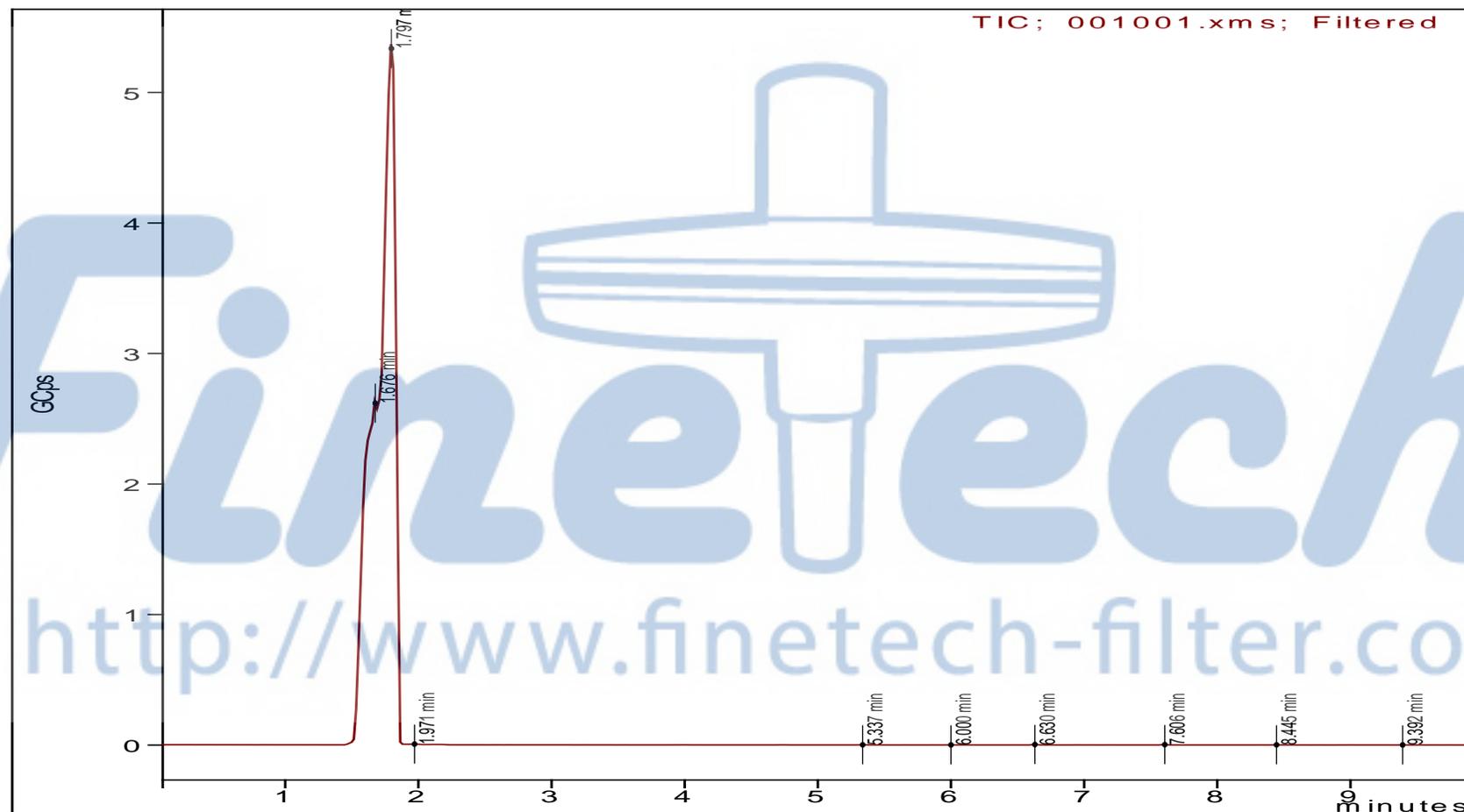
- 實驗結果

頂空測試(氣體)- Septa_{Red}-Final



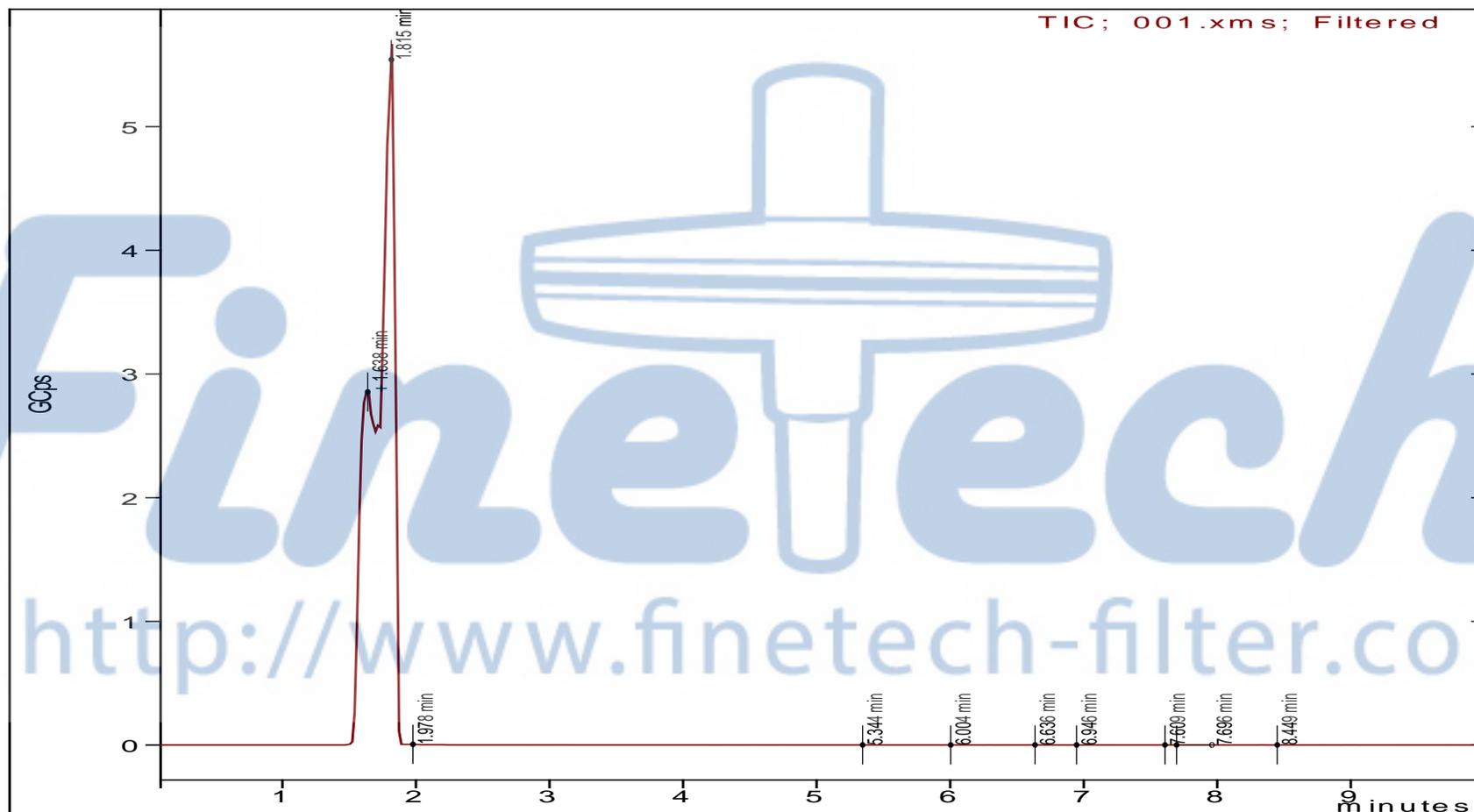
- 實驗結果

GC-MS(液體)- Septa_{White}-Final



- 實驗結果

GC-MS(液體)- Septa_{Red}-Final

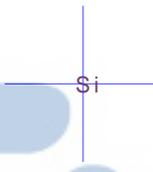


- 結論

1. 將Septa_{White-Final}和Septa_{Red-Final}墊片進行頂空測試，觀察所得圖譜除了有溶劑訊號之外並有其他物質溶出。
2. 利用GC-MS進行低分子量掃描，觀察所得圖譜除了有溶劑訊號之外並有其他物質溶出，溶出物質訊號面積如附表所示。
3. 其它溶出物質訊號強度Septa_{White-Final}約0.0021~0.0079%；Septa_{Red-Final}約0.0023~0.0055%，並不會干擾有機溶劑訊號。

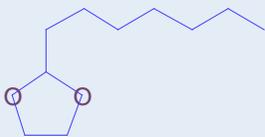
<http://www.finetech-filter.com>

GC-MS(液體)- Septa_{Red-Final}

分析物名稱	結構式	化學式	滯留時間	面積	與溶劑訊號比值(%)
十二烷		C ₁₂ H ₂₆	5.337	4.348e6	0.0079%
四甲基矽烷		C ₄ H ₁₂ Si	6.000	1.821e6	0.0033%
十二烷		C ₁₂ H ₂₆	6.630	1.150e6	0.0021%
十五烷		C ₁₅ H ₃₂	7.606	3.942e6	0.0071%
十六烷		C ₁₆ H ₃₄	8.445	3.882e6	0.0070%
十六烷		C ₁₆ H ₃₄	9.392	1.682e6	0.0030%

<http://www.finetech-filter.com>

GC-MS(液體)- Septa_{Red-Final}

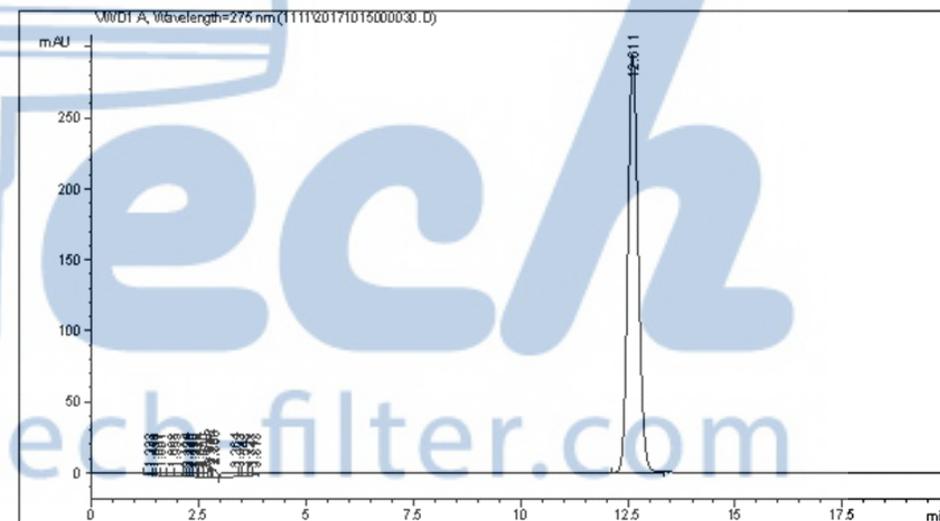
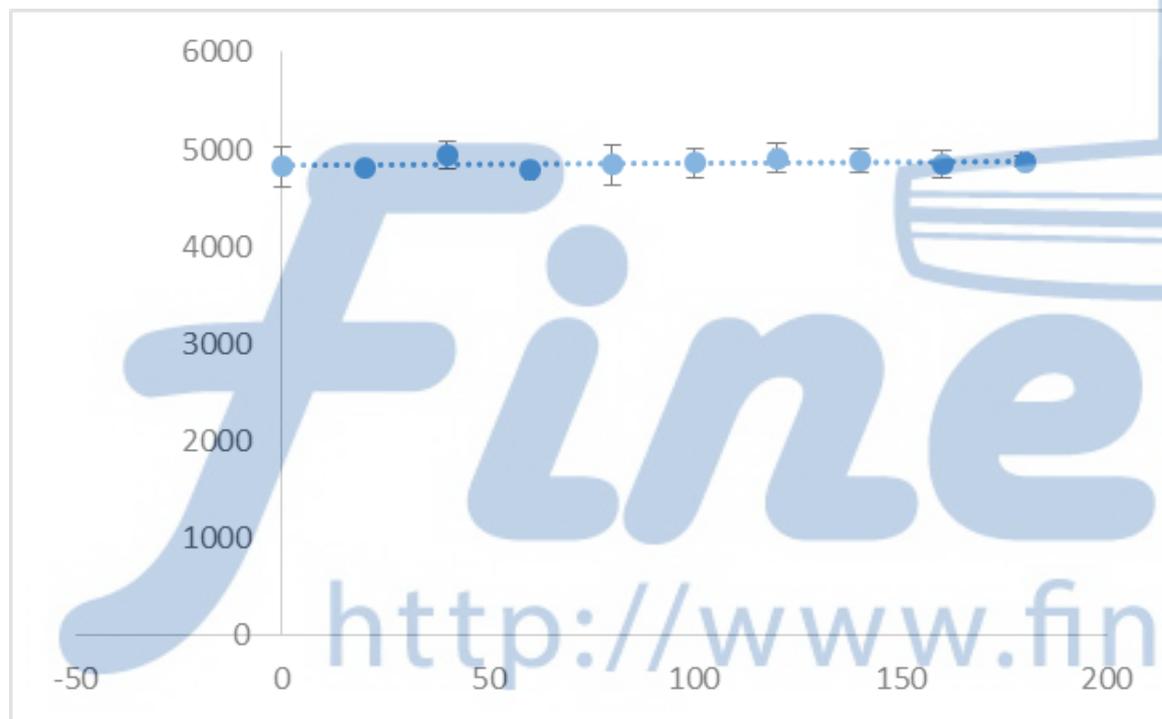
分析物名稱	結構式	化學式	滯留時間	面積	與溶劑訊號比值(%)
癸酸		C ₁₀ H ₂₀ O ₂	6.004	1.368e6	0.0023%
十二烷		C ₁₂ H ₂₆	6.636	3.242e6	0.0055%
十六烷		C ₁₆ H ₃₄	7.609	1.904e6	0.0032%



- **實驗4.吸附效率測試**：檢測相同樣品瓶/蓋墊組，在3小時時間內（每20分鐘進行一次HPLC-UV檢測），吸附標準樣品的能力。以標準樣品訊號面積對時間關係圖表示，此圖中斜率愈小表示蓋墊吸附效率較差。
- 實驗目的：為改良樣品瓶蓋墊，將墊片浸泡在有機溶劑中倒放，使用高效能液相層析儀—紫外／可見光偵測器分析之，並於其中添加標準品，探討溶出物是否影響其標準品的滯留時間與峰面積值大小。
- 標準規範：目前國際大廠並未訂定出統一檢測標準規範，故將鈺泰公司所研發蓋墊和國際大廠蓋墊（W牌，T牌，B牌）實驗結果相比較。

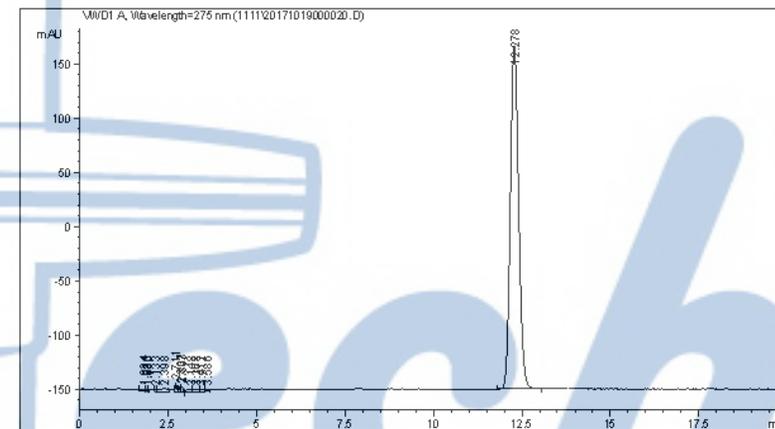
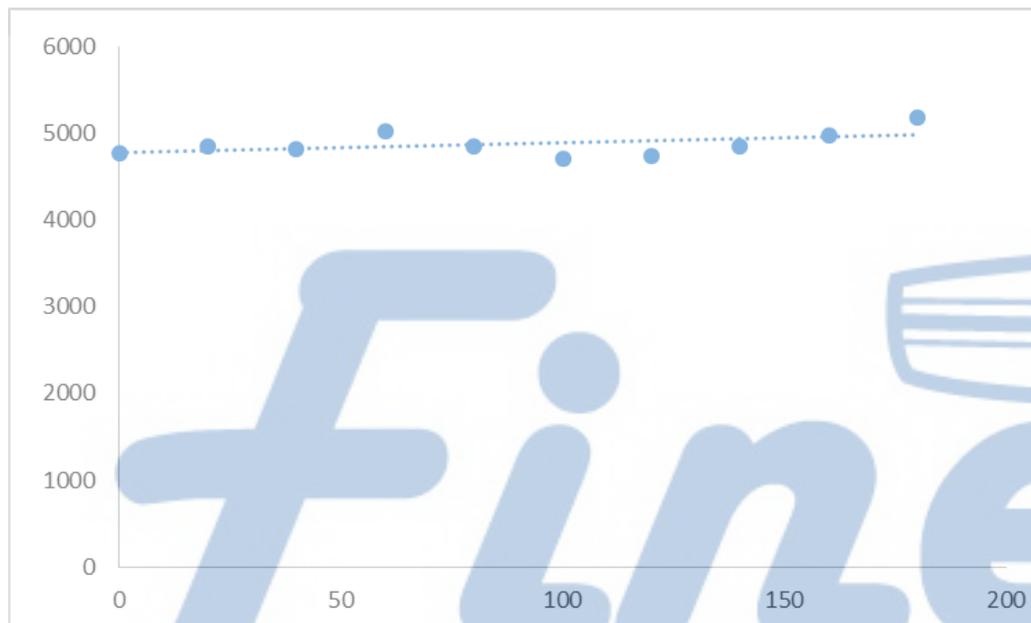


Septa_{White-Final} 吸附力測試



<http://www.finetech-filter.com>

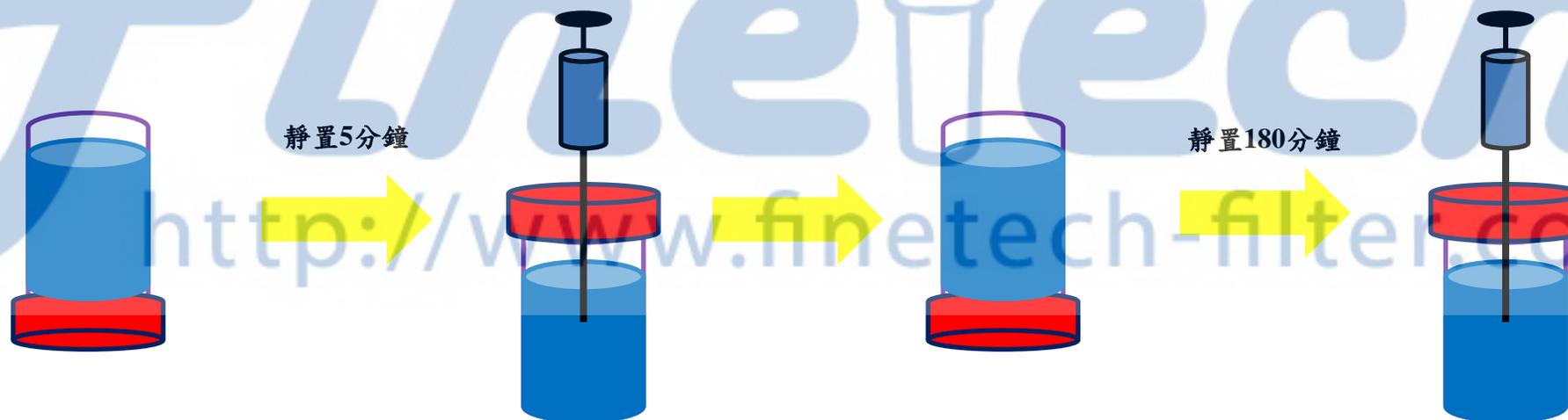
Septa_{Red-Final} 吸附力測試



結論

1. 將Septa_{White-Final}與Septa_{Red-Final}結果與其他大廠比較，發現吸附效率結果相差不大，且皆小於5%以內。
2. 斜率越小表示墊片吸附效率越差，判定為不影響檢測效果。

- **實驗5.吸附力測試**：檢測10個相同樣品瓶/蓋墊組，以HPLC-UV測量標準樣品存放於樣品瓶蓋組5分鐘及3小時之訊號面積，以訊號面積比值百分比表示檢測樣品遺失率（loss%），此值愈小表示蓋墊吸附力較差。
- 標準規範：目前國際大廠並未訂定出統一檢測標準規範，故將鈺泰公司所研發蓋墊和國際大廠蓋墊（W牌，T牌，B牌）實驗結果相比較。



Septa _{White-Final}	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Area ratio %	88.99	97.03	97.59	100.50	96.28	106.85	98.85	105.27	105.91	108.64
Loss %	-11.01	-2.97	-2.41	0.50	-3.72	6.85	-1.15	5.27	5.91	8.64

結論

1. 以訊號面積比值百分比測得檢測樣品遺失率，並從10個Septa_{White-Final}樣品中檢測其遺失率，其中一個蓋墊之遺失率大於10%，另有四個Septa超過±5%，表示鈳鈦蓋墊吸附效率高，遺失百分比亦較大。
2. 因Septa_{FT}做比較若遺失百分比（loss%）些微超過其它國際大廠，因此判定此款墊片尚有改良空間。

Septa _{Red-Final}	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Area ratio %	99.73	95.88	104.87	94.76	96.36	102.17	108.60	103.37	99.34	104.48
Loss %	-0.27	-4.12	+4.87	-5.24	-3.64	+2.17	+8.60	+3.37	-0.66	+4.48

結論

1. 以訊號面積比值百分比測得檢測樣品遺失率，並從10個Septa_{Red-Final}樣品中檢測其遺失率，一個Septa超過±5%，表示鈳鈦蓋墊良率高。
2. 因Septa_{FT}做比較若遺失百分比（loss%）無超過其它國際大廠5%，即可判定為良好墊片。

- 實驗6.瓶蓋組鬆緊氣密合度測試**：將樣品瓶蓋進行重覆鎖緊及打開樣品瓶動作50次，以 100 ppm 咖啡因為標準樣品，進行氣密合度測試。以GC-FID（HPLC-UV）測量標準樣品存放於樣品瓶蓋組進行第1次及第50次之訊號面積，以訊號面積比值百分比表示檢測樣品遺失率（loss%），此值愈小表示蓋墊氣密度較佳。
- 標準規範**：目前國際大廠並未訂定出統一檢測標準規範，故將鈺泰公司所研發蓋墊和國際大廠蓋墊（W牌，T牌，B牌）實驗結果相比較。



- 實驗結果

Septa _{White-Final}	GC-FID			HPLC-UV		
Sample	1	2	3	1	2	3
Area ratio %	108.8	100.5	99.7	101.4	107.3	91.2
Loss %	8.8	0.5	-0.3	1.4	7.3	-8.8

- 結論

利用GC-FID跟LC-UV檢測訊號面積比值百分比檢測樣品遺失率，發現遺失率百分比均小於10%，表示蓋墊鬆緊氣密度佳。

<http://www.finetech-filter.com>

- 實驗結果

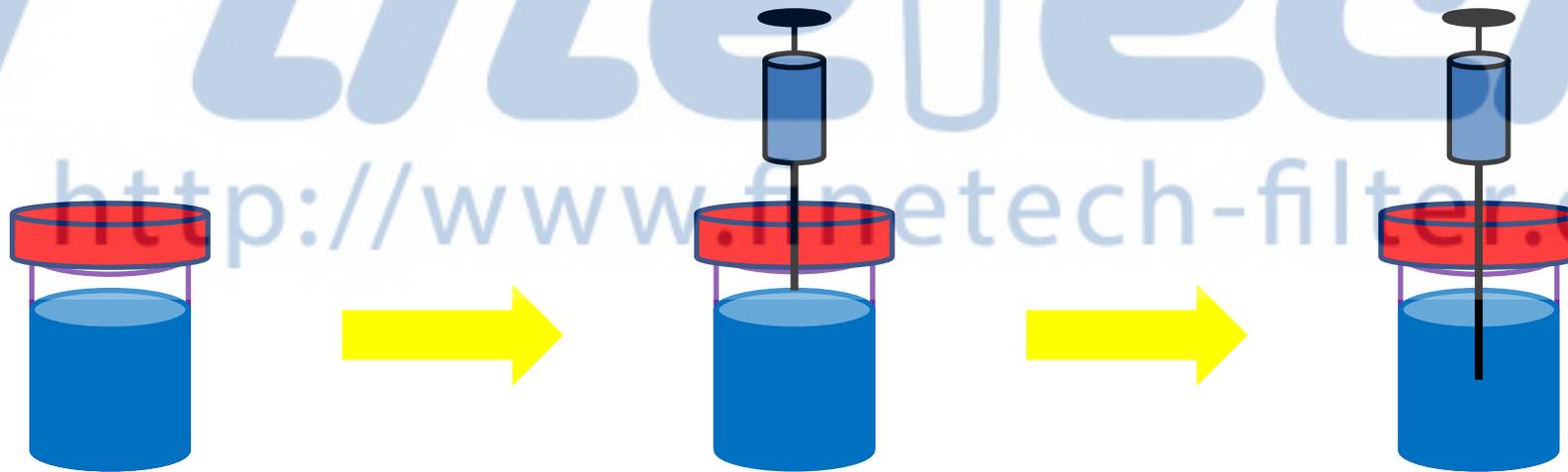
Septa _{Red-Final}	GC-FID			HPLC-UV		
Sample	1	2	3	1	2	3
Area ratio %	103.7	99.6	92.8	103.2	98.9	98.4
Loss %	3.7	-0.4	-7.2	3.2	-1.1	-1.6

- 結論

利用GC-FID跟LC-UV檢測訊號面積比值百分比檢測樣品遺失率，發現遺失率百分比均小於10%，表示蓋墊鬆緊氣密度佳。

<http://www.finetech-filter.com>

- **實驗7.取樣氣密度測試**：利用取樣針進行重覆50次取樣動作，進行氣密合度測試。以GC-FID（HPLC-UV）測量標準樣品存放於樣品瓶蓋組進行第1次及第50次取樣後之標準樣品訊號面積，以訊號面積比值百分比表示檢測樣品遺失率（loss%），此值愈小表示蓋墊氣密度較佳。
- 標準規範：目前國際大廠並未訂定出統一檢測標準規範，故將鈺泰公司所研發蓋墊和國際大廠蓋墊（W牌，T牌，B牌）實驗結果相比較。



- 實驗結果

Septa _{White-Final}	GC-FID			HPLC-UV		
Sample	1	2	3	1	2	3
Area ratio %	97.1	100.6	98.0	99.3	105.4	97.0
Loss %	-2.9	0.6	-2.0	-0.7	5.4	-3.0

- 結論

利用GC-FID跟LC-UV檢測訊號面積比值百分比檢測樣品遺失率，發現遺失率百分比均小於10%，表示蓋墊氣密度佳。

<http://www.finetech-filter.com>

- 實驗結果

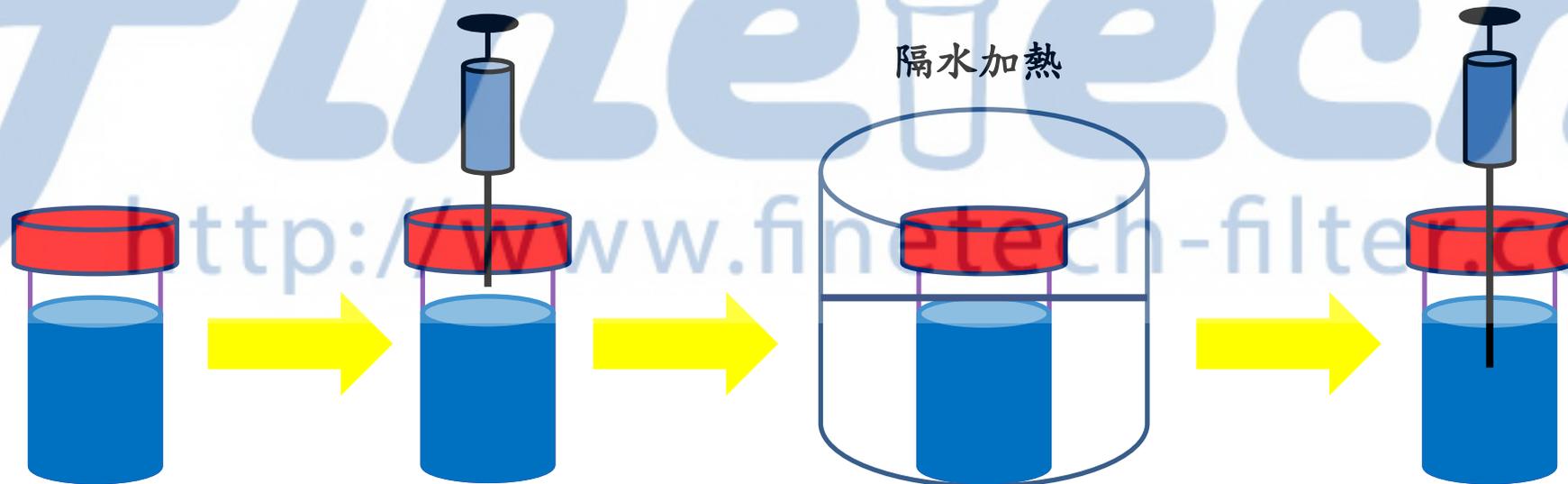
Septa _{Red-Final}	GC-FID			HPLC-UV		
Sample	1	2	3	1	2	3
Area ratio %	108.7	95.9	102.1	113.8	99.7	100.0
Loss %	8.7	-4.1	2.1	13.8	-0.3	0.0

- 結論

利用GC-FID跟LC-UV檢測訊號面積比值百分比檢測樣品遺失率，發現遺失率百分比只有一個大於10%，表示蓋墊氣密度佳。

<http://www.finetech-filter.com>

- **實驗8.溫度氣密度測試**：將樣品瓶組置於4，25，及60°C水浴鍋內30分鐘，進行氣密合度測試。以GC-FID（HPLC-UV）測量標準樣品之訊號面積，以訊號面積比值百分比表示檢測樣品遺失率（loss%），此值愈小表示蓋墊氣密度較佳。
- 標準規範：目前國際大廠並未訂定出統一檢測標準規範，故將鈺泰公司所研發蓋墊和國際大廠蓋墊（W牌，T牌，B牌）實驗結果相比較。



- 實驗結果(HPLC-UV)

Septa _{White-Final} /Temperature (°C)	4			25			60		
Sample	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Area ratio %	102.2	105.7	102.4	105.6	98.2	102.6	100.5	100.9	106.2
Loss %	+2.2	+5.7	+2.4	+5.6	-1.8	+2.6	+0.5	+0.9	+6.2

Septa _{Red-Final} /Temperature (°C)	4			25			60		
Sample	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Area ratio %	99.3	101.1	94.5	98.3	98.1	98.6	99.4	93.9	94.9
Loss %	-0.7	+1.1	-5.5	-1.7	-1.9	-1.4	-0.6	-6.1	-5.1

- 結論

利用HPLC-UV檢測訊號面積比值百分比檢測樣品遺失率，發現遺失率百分比均小於10%，表示蓋墊溫度氣密度佳。

- 實驗結果(GC-FID)

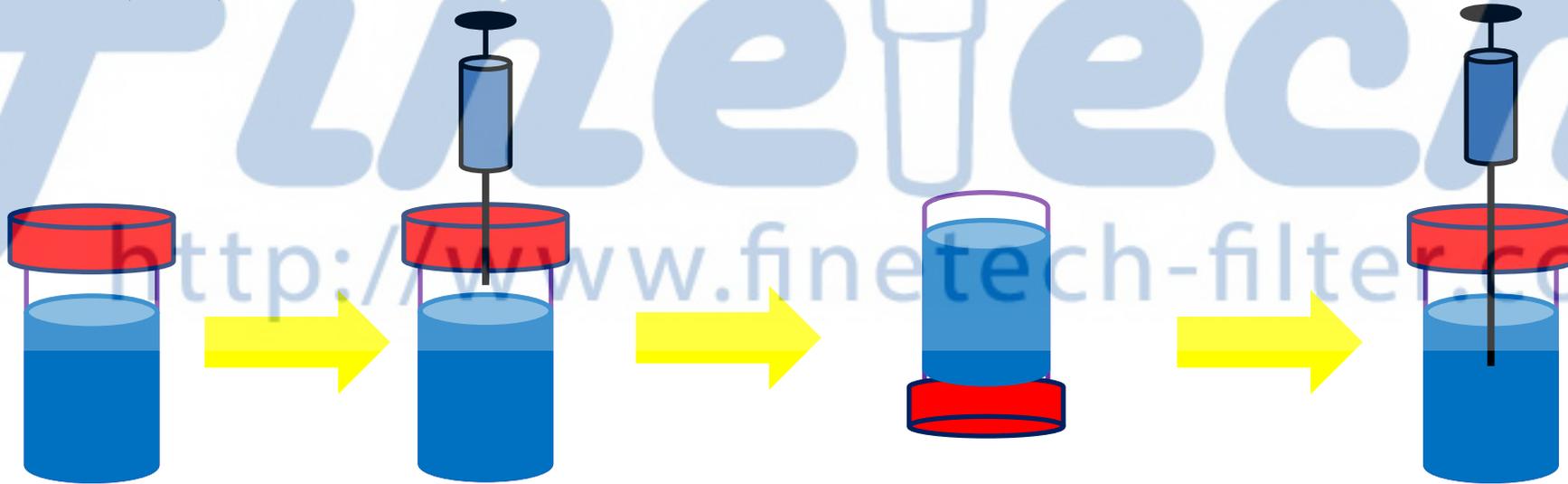
Septa _{White-Final} /Temperature (°C)	4			25			60		
Sample	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Area ratio %	109.4	104.6	98.1	96.1	103.6	97.5	110.2	112.5	109.0
Loss %	+9.4	+4.6	-1.9	-3.9	+3.6	-2.5	+10.2	+12.5	+9.0

Septa _{Red-Final} /Temperature (°C)	4			25			60		
Sample	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Area ratio %	105.4	91.4	100.7	104.7	99.4	96.6	114.7	108.9	109.4
Loss %	+5.4	-8.6	+0.7	+4.7	-0.6	-3.4	+14.7	+8.9	+9.4

- 結論

利用GC-FID檢測訊號面積比值百分比檢測樣品遺失率，發現紅色蓋墊跟白色一體成形蓋墊在高溫的時候遺失率百分比接近10%甚至超大於10%，表示高溫時會影響蓋墊氣密度。

- 實驗9.pH值氣密度測試：以咖啡因(caffeine)為標準樣品，並配製於pH 3.0, pH 7.0及pH 10.0溶液中30分鐘，進行氣密合度測試。以GC-FID (HPLC-UV) 測量標準樣品之訊號面積，以訊號面積比值百分比檢測樣品遺失率 (loss%)，此值愈小表示蓋墊氣密度較佳。。
- 標準規範：目前國際大廠並未訂定出統一檢測標準規範，故將鈺泰公司所研發蓋墊和國際大廠蓋墊 (W牌，T牌，B牌) 實驗結果相比較。



- 實驗結果 (GC-FID)

Septa _{White-Final}	pH 3.0			pH 7.0			pH 10.0		
Sample	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Area ratio %	98.5	104	96.5	93.5	98.7	97.3	101	91.4	97.3
Loss %	-1.5	4.0	-3.5	-6.5	-1.3	-2.7	1.0	-8.6	-2.7

- 結論

1. 測試Septa_{White-Final} 墊片觀察所得圖譜面積，發現未有墊片訊號溶出。
2. 以訊號面積比值百分比檢測樣品遺失率，發現遺失率百分比只有兩個大於5%，表示蓋墊氣密度較佳。

<http://www.finetech-filter.com>

- 實驗結果 (GC-FID)

Septa _{Red-Final}	pH 3.0			pH 7.0			pH 10.0		
Sample	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Area ratio %	103	100	104	99.2	99.6	103	106	103	100
Loss %	3.0	0.0	4.0	-0.8	-0.4	3.0	6.0	3.0	0.0

- 結論

1. 測試Septa_{Red-Final} 墊片觀察所得圖譜面積，發現未有墊片訊號溶出。
2. 以訊號面積比值百分比檢測樣品遺失率，發現遺失率百分比只有一個大於5%，表示蓋墊氣密度較佳。

<http://www.finetech-filter.com>

- 實驗結果(HPLC-UV)

Septa _{White-Final}	pH 3.0			pH 7.0			pH 10.0		
Time (min)	30	60	90	30	60	90	30	60	90
Area ratio %	103.27	106.39	102.03	109.30	103.76	101.44	93.35	94.84	95.67
Loss %	+3.27	+6.39	+2.03	+9.30	+3.76	+1.44	-6.65	-5.16	-4.33

- 結論

1. 測試Septa_{White-Final} 墊片觀察所得圖譜面積，發現並未有墊片訊號溶出。
2. 以訊號面積比值百分比檢測樣品遺失率，發現遺失率百分比皆小於10%，表示蓋墊氣密度較佳。

- 實驗結果(HPLC-UV)

Septa _{Red-Fnal}	pH 3.0			pH 7.0			pH 10.0		
Time (min)	30	60	90	30	60	90	30	60	90
Area ratio %	99.58	99.58	99.24	95.66	96.63	95.79	102.52	99.82	96.34
Loss %	-0.42	-0.42	-0.76	-4.34	-3.37	-4.21	+2.52	-0.18	-3.66

- 結論

1. 測試Septa_{Red-Final} 墊片觀察所得圖譜面積，發現並未有墊片訊號溶出。
2. 以訊號面積比值百分比檢測樣品遺失率，發現遺失率百分比皆小於10%，表示蓋墊氣密度較佳。