

液體塗料、油墨及其相關產品密度檢測方法

中華民國 104 年 4 月 22 日環署檢字第 1040031055 號公告

自中華民國 104 年 8 月 15 日生效

NIEAA748.10C

一、方法概要

使用純水在各種溫度下（表 1）的絕對密度來校正一個容器的容積。同一容器中在標準溫度（25°C）下，裝滿待測塗料液體的重量，可用以計算密度（克/毫升）。

二、適用範圍

本檢測方法適用在測量除了顏料(pigments)之外，包括液體型態的油漆(paints)、油墨(inks)、清漆(vernishes)、快乾漆(lacquers)及其成份之密度。

三、干擾

高黏度材料可能混入空氣，致使密度測值錯誤偏低。塗料或油墨液體可能堵塞分析設備配件的毛玻璃（磨砂玻璃）或金屬接頭上，致使密度測值偏高。

四、設備與材料

- （一）杯式比重計（Cup）或比重瓶（Pycnometer）：可以使用金屬杯式比重計或玻璃比重瓶，將黏稠液體加入、準確調整其加入體積、可加蓋以減少揮發性物質的損失（註 1）。
- （二）溫度計：玻璃溫度計最小刻度為 0.1°C，用來與玻璃比重瓶配合使用。
- （三）恆溫水槽：保持在 25±0.1°C。
- （四）實驗室等級分析天平（註 2）。
- （五）乾燥器和天平，或可維持恆定室溫和濕度的空間。
- （六）離心機：最大轉速可達 4000 轉/分鐘。

五、試劑

分析過程皆使用試藥級化學藥品，除特別規定外，所有的試藥都要符合美國化學會分析藥品委員會所建立的規格。其他等級的試劑也可使用，使用前先確定試劑純度可以滿足檢測的準確性。

- （一）試劑水：比電阻 $\geq 1 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 之純水。

- (二) 丙酮。
- (三) 酒精。
- (四) 殘量級溶劑或同級品。

六、採樣及保存

為了降低黏滯度和氣泡對密度測量結果的影響，可採用下列方法之一處理樣品（註3）。

- (一) 稀釋法：為了降低黏滯度和提升空氣釋出的效果，已知重量的檢測樣品可用已知密度的另一種稀釋劑加以稀釋。透過小心地攪拌混合，可使其均勻性提高並將材料中的空氣排出，稀釋後的材料密度可採用本方法中所述的技術測定。下列公式可用於計算原始材料的密度：

$$D_0 = \frac{W_0}{\frac{W_0 + W_d}{D_{d1}} - \frac{W_d}{D_{d2}}} \quad (1)$$

其中

D_0 = 未稀釋時樣品的密度。

D_{d1} = 加入稀釋劑後樣品的密度。

D_{d2} = 稀釋劑密度。

W_0 = 未稀釋時樣品的初重。

W_d = 稀釋劑重。

- (二) 離心處理法：為了降低密度檢測的變異，透過離心的方式將空氣從樣品中分離，將可獲得較好的重複分析結果。這個方式對於較高密度的樣品分析亦可大幅提高其重複性和再現性。

1. 將相關樣品倒入離心管中至其頂端（大約為杯式比重計或比重瓶容積的 150%），調整到建議的溫度 $25 \pm 1^\circ\text{C}$ ，將離心管置於離心機。
2. 打開離心機，並設定速度使其轉速控制在 2700 至 3000 轉/分之間。
3. 持續運作 15 至 20 秒之後，停止離心機。
4. 將頂層的泡沫去除。

5. 將樣品轉移到已校正的杯式比重計或比重瓶，並按照七、(二)的程序進行檢測分析。

七、步驟

(一) 杯式比重計或比重瓶的校正：

在指定溫度 ($25\pm 0.1^{\circ}\text{C}$) 下採用下列步驟測量容器體積：

1. 清洗和乾燥容器，使其達到恆重並記錄其重量。為了獲得最大的準確性，持續清洗、乾燥及稱重，直到連續兩次稱量之間的差值不超過該容器重量的 0.001%。在容器上的指紋會改變其重量，應加以避免。
2. 在略低於指定溫度 ($25\pm 0.1^{\circ}\text{C}$) 下以試劑水加入容器內，將容器蓋上，打開溢出口。立即移除溢出的水或利用吸水材料將低窪處的水吸乾，避免讓氣泡留在容器中。
3. 將容器和填充物放入指定溫度下的恆溫水槽或恆溫室。
4. 使用吸水材料仔細地將溢流擦拭移除，注意避免將水從孔口吸出，並立即將溢流管蓋上。如有必要，可用吸水材料將容器的外側擦乾。請勿移除達到指定溫度後再溢出的溢流水 (註 4)。應立即測量添加待測物質之後的容器總重，讀取重量測值最小位數，精確到總重的 0.001%，(註 5)，記錄重量。
5. 採用至少三次的測量結果計算平均值。

(二) 分析程序：

重複七、(一)的步驟，但是試劑水改為待測物質且每個樣品只做兩次重複測定即可，並以適當的殘量級溶劑或同級品取代丙酮或酒精 (註 6)，記錄填充樣品後的容器重量以及空容器的重量。

八、結果處理

(一) 利用下式計算容器體積：

$$V = \frac{(N - M)}{\rho} \quad (2)$$

其中

V = 容器體積 (mL)。

N = 容器和水的總重 (g)。

M = 乾燥容器重 (g)。

ρ = 水在特定溫度下的絕對密度(見表 1)。

(二) 利用下式計算密度：

$$D_m = \frac{(W - w)}{V} \quad (3)$$

其中

D_m = 密度 (g/mL)。

w = 空容器重 (g)。

W = 樣品添滿容器總重 (g)。

九、品質管制

(一) 油漆：

1. 重複性 (Repeatability)：同一操作者在不同日所做的重複分析結果平均值相差須小於 0.6%。
2. 再現性 (Reproducibility)：分別由不同的實驗室操作者所得到的重複分析結果平均值相差須小於 1.8%。
3. 偏差：由於沒有公認的油漆密度標準品，無法確定偏差。

(二) 油墨：

1. 重複性：如果由同一個操作者二次的檢測分析結果相差須小於 0.0100 克/毫升 (0.084 磅/加侖，1%)。
2. 再現性：如果分別由不同的實驗室操作者所得到的檢測分析結果相差須小於 0.0150 克/毫升 (0.125 磅/加侖，1.5%)。
3. 偏差：由於沒有公認的油墨密度標準品，無法確定偏差。

(三) 離心處理法樣品：

1. 重複性：如果由同一個操作者二次的檢測分析結果相差須小於 0.0054 克/毫升 (0.045 磅/加侖)。
2. 再現性：如果分別由不同的實驗室操作者所得到的檢測分析結果相差須小於 0.0080 克/毫升 (0.067 磅/加侖)。

十、精密度與準確度

油漆和油墨之精密度準則分別如下：

- (一) 油漆：本檢測方法精密度是依據跨實驗室研究結果為基礎，由六間不同實驗室各派一名操作者，在二個不同工作天對密度範圍介於 1.0 至 1.5 克/毫升（8.5 至 12.5 磅/加侖）的 5 個樣品進行二重複分析。實驗結果依據 ASTM 作業規範 E180 加以統計分析。其中單一實驗室內於自由度為 25 時變異係數是 0.20%，不同實驗室間於自由度為 20 時其變異係數是 0.61%。
- (二) 油墨：本檢測方法是依據跨實驗室比較，在 7 間實驗室對密度範圍介於 1.0 至 1.5 克/毫升（8.4 至 8.9 磅/加侖）之間的 4 個糊狀油墨（Paste ink samples）進行三重複分析。實驗結果根據 ASTM E691 進行統計分析，其中單一實驗室內標準偏差（Within-laboratory standard deviation）為 0.0036 克/毫升（0.030 磅/加侖），合併實驗室標準偏差（The pooled laboratory standard deviation）為 0.0054 克/毫升（0.045 磅/加侖）。
- (三) 離心處理法樣品：由某個公司不同實驗室間的研究結果顯示，離心步驟將可使密度分析結果在重複性和再現性方面獲得 2 倍的改善，以及更高的準確度。

十一、參考資料

- (一) ASTM. Standard Test Method For Density of Liquid Coatings, Inks, and Related Products, D1475, 2013.
- (二) ASTM. Standard Specification for Reagent Water, D1193, 2011.
- (三) ASTM. Practice for Determining the Precision of ASTM Methods for Analysis and Testing of Industrial and specialty Chemicals, E180, 2009.
- (四) ASTM. Standard Test Method for Specific Gravity of Drying Oils, Varnishes, Resins, and Related Materials at 25/25°C, D1963, 2004.
- (五) ASTM. Standard Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter, D4052, 2011.
- (六) ASTM, Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method, E691, 2014.

- 註 1：對於包含快速蒸發溶劑的檢測物質，應使用具有窄瓶塞和瓶蓋焊縫類型的玻璃比重瓶。
- 註 2：杯式比重計和比重瓶可能超過一般實驗室常用的分析天平量測範圍。在這種情況下，可使用最小刻度到 0.01 g 的三臂天平（吊鍋）。
- 註 3：如果樣品在操作過程中捕獲一些氣泡，將導致密度測值偏低。樣品捕獲的空氣量會隨著樣品本身黏滯度的增加而增加。如果樣品包含氣泡或泡沫時，則不應進行密度檢測。可將樣品透過緩慢攪拌、靜置或抽真空等方式將氣泡去除。如果這些方法皆不可行，可能需要將樣品加以稀釋。
- 註 4：以手處理比重瓶會使其溫度升高，產生溢流，並留下指紋，所以最好使用鉗子、或乾淨、乾燥的吸收物質包在手外面。
- 註 5：建議立刻且快速地量測添加待測物質後的容器重量，以減少水分經由溢流管孔口蒸發，以及在第一次移除溢流水後，因昇溫到指定溫度後再溢出的待測物質，因未加蓋所減少的重量而造成之誤差。
- 註 6：毛玻璃或金屬接頭裝填液體塗料或油墨可能導致密度測值偏高，且其幅度會隨著樣品的黏滯度和密度的增加而增加；這類誤差可藉由將接頭緊緊固定將其最小化。

表1 水的絕對密度

溫度(°C)	密度(克/毫升)
15	0.999127
16	0.998971
17	0.998772
18	0.998623
19	0.998433
20	0.998231
21	0.998020
22	0.997798
23	0.997566
24	0.997324
25	0.997072
26	0.996811
27	0.996540
28	0.996260
29	0.995972
30	0.995684