

揮發性總有機物檢測方法－重量法

中華民國 102 年 9 月 9 日環署檢字第 1020077866 號公告
自中華民國 102 年 12 月 15 日生效
NIEA M701.00C

一、方法概要

樣品經 $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，恆溫加熱 1 小時 ± 10 分鐘內測定重量損失，計算樣品中揮發性總有機物之含量。

二、適用範圍

本方法適用於採用質量平衡計算固定污染源之空氣污染物排放量計量方式之規定，可用於測定含有機溶劑之原物料、中間製品及各類廢液樣品之揮發性總有機物重量百分率。

三、干擾

- (一) 樣品中若含有水分，秤重時會因為揮發性成分中水分蒸發，將造成揮發性有機物含量之測值高估。
- (二) 樣品中若含有其他非有機揮發性成分，將造成揮發性總有機物含量之測值高估。
- (三) 樣品中若含有反應性成分，可能因藥劑、溫度及溼度等環境因子，產生反應而干擾測試。

四、設備與材料

- (一) 秤盤：鋁箔製，直徑約 58 mm，高 18 mm，有一平面底部。使用前應先經 $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 溫度下乾燥調理至少 30 分鐘，儲存在乾燥器中冷卻至室溫備用，使用時以鉗子或橡膠手套處理。
- (二) 可棄式注射筒（不需針頭）：5 mL 注射筒或適當容積。
- (三) 分析天平：可秤至 0.1 mg。
- (四) 烘箱：循環送風式，附排氣設備，且可維持溫度 $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。
- (五) Karl Fischer 裝置：參考 ASTM D4017 方法（選用）。

(六) 氣相層析儀：參考 ASTM D3792 方法 (選用)。

五、試劑

(略)

六、採樣與樣品保存

參考事業廢棄物採樣方法(NIEA R118)，採集代表性樣品 3 件，使用 100 mL 以上褐色瓶盛裝，並於常溫下保存。

七、步驟

(一) 揮發性總有機物重量百分率測定 W_V (溶劑型, Solvent-borne)

1. 先確認樣品不含水分或樣品經吸附劑及適當方式除水 (註)。
2. 將秤盤標示編號，精秤至 0.1 mg，記錄重量 (M_0)。
3. 將樣品充分搖晃並混合，如有固形物使其呈懸浮狀態。以可棄式注射筒抽取約 5 mL 樣品，注射 3 ± 1 mL 的樣品至秤重過的秤盤，精秤至 0.1 mg，並記錄重量 (M_W)。
4. 將樣品秤盤置於溫度 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 之送風式烘箱內加熱 1 小時 ± 10 分鐘。
5. 自烘箱取出乾燥後之樣品秤盤置於乾燥器中，待秤盤冷卻，精秤至 0.1 mg，並記錄重量 (M_V)。
6. 依下列算式計算樣品中的揮發性總有機物重量百分率。

$$W_V = [(M_W - M_V) / (M_W - M_0)] \times 100\%$$

W_V : 揮發性總有機物重量百分率 (%)

M_0 : 秤盤空重 (g)

M_W : 樣品重 + 秤盤空重 (g)

M_V : 乾燥後樣品重 + 秤盤空重 (g)

7. 每一樣品須執行 3 重複分析，取其平均值計算揮發性總有機

物重量百分率，須符合相對標準偏差百分比須小於 20% 之規範，否則須再行重新取樣量測。

(二) 揮發性總有機物量重量分率 W_0 (水相型, Water-borne)

1. 樣品水含量 W_w 之測定 (參考下列方式測定) :

(1) Karl Fischer 法來測量含水量(可參考 ASTM D4017 方法)。

卡爾·費休法 (Karl Fischer, 簡稱 KF) 比 ASTM D3792-05 水含量測定有較廣範圍，包含可測至非常低的含水濃度範圍。使用庫倫法 (Coulometric) 和容量法 (Volumetric) 滴定原理作為含水量之測定，可使用商品化的 KF 自動滴定儀，KF 試劑，通常是樣品中加入幾毫升無水甲醇中，並混合在 KF 槽。然後將樣品用適當的試劑，滴定至終點，由反應中總消耗電流量，求得樣品中含水量。

(2) 直接注入氣相層析儀測定含水量(可參考 ASTM D3792 方法)。

使用直接進樣氣相層析法測定水分含量。取少量樣品於無水二甲基甲醯胺 (Dimethylformamide, DMF) 稀釋混合。振盪 15 分鐘後，注入 1 ~ 2 μL 至氣相層析儀，偵測器使用熱導檢測器 (Thermal conductivity detector, TCD) 或其他可偵測水分含量之偵測器，管柱可參考 ASTM D3792-05 材料製備，或選擇適用於水分測定用之商品化管柱。

2. 重複上節七、(一) 2. ~ 7. 步驟進行量測含水分之揮發性總有機物重量百分率 W_v 。

3. 計算樣品中揮發性總有機物重量百分率 W_0 。

$$\text{揮發性總有機物量重量分率 } W_0 = W_v - W_w$$

八、結果處理

(一) 揮發性總有機物重量分率 (溶劑型, Solvent-borne)

$$W_0 = W_v$$

(二) 揮發性總有機物量重量分率 (水相型, Water-borne)

$$W_0 = W_v - W_w$$

九、品質管制

每一樣品須執行 3 重複分析，相對標準偏差百分比 (RSD) 須小於 20%。

十、精密度與準確度

(略)

十一、參考文獻

- (一) ASTM, Standard Test Method for Volatile Content of Coatings, D2369-10 e1, 2010.
- (二) ASTM, Standard Test Method for Water Content of Coatings by Direct Injection Into a Gas Chromatograph, D3792-05, 2005.
- (三) ASTM, Standard Test Method for Water in Paints and Paint Materials by Karl Fischer Method, D4017-02, 2002.
- (四) U.S. EPA, Determination of Volatile Matter Content and Density of Publication Rotogravure Inks and Related Publication Rotogravure Coatings, Method 24A, CFR 40 Part 60,2000.

註：1.取均勻廢液樣品，加入已含至少約 5 g 無水硫酸鈉或適當水分吸附劑於玻璃漏斗或器皿中，以刻度試管收集經去水之樣本，約至 5 mL，此樣本視為溶劑型之樣品。

2.廠商若提供該原物料、中間製品及各類廢液樣品不含水分，可直接依七、步驟(一)2.~7.進行測定，並依八、結果處理(一)計算揮發性總有機物重量分率。