

塗料之揮發性物質含量檢測方法

中華民國 103 年 12 月 26 日環署檢字第 1030109817 號公告

自中華民國 104 年 4 月 15 日生效

NIEA A743.10C

一、方法概要

將適量之塗料樣品均勻地分散於鋁箔製秤盤中，置於 $110\pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘箱內，加熱 60 分鐘後（註 1），測定其重量損失，計算樣品中揮發性物質之重量百分率。

二、適用範圍

本方法適用於溶劑型或水性塗料之揮發性物質含量測定（註 2）。包括利用風乾、風乾氧化、熱固化乾燥之塗料及多成分組成塗料，如需計算揮發性物質含量，則需利用塗料相關標準檢測方法測定水分含量，再扣除之。

三、干擾

（略）

四、設備與材料

- （一）分析天平：可精秤至 0.1 mg。
- （二）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 30 分鐘，並置於乾燥器保存，使用鉗子或橡膠手套來拿取秤盤。
- （三）烘箱：循環送風式，附排氣設備，且可維持溫度 $110\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。（符合 ASTM E145 Type IIA 或 Type IIB 標準之烘箱，並依照該規範操作烘箱。）
- （四）乾燥器。
- （五）可棄式注射筒（不需針頭）：1 mL 或適當容積。
- （六）迴紋針。

五、試劑

- （一）試劑水：比電阻 $\geq 1\ \text{M}\Omega\text{-cm}$ 之純水。
- （二）甲苯或其他適當的溶劑：分析級。

六、採樣與保存

- (一) 於採樣前先充分混合均勻樣品，採集代表性樣品。
- (二) 對於多成分之混合塗料，依照比例分別秤取適當量後置於一個可加蓋的容器中，經充分混合均勻，採集代表性樣品。操作時需將容器蓋子關緊，以防止揮發性物質的損失。
- (三) 樣品以褐色瓶盛裝，並於常溫下保存。

七、步驟

- (一) 將秤盤精秤至 0.1 mg，並記錄其重量 (W_1)。為輔助分散樣品，可放置金屬迴紋針 (部分展開) 於秤盤中一起秤重 (W_1)：若使用迴紋針，整個程序中迴紋針都必須置於秤盤中。
- (二) 依據表 1 之分類，加入適當溶劑於秤重過的秤盤中。
- (三) 使用可棄式注射筒，吸取適量樣品。
- (四) 依據表 1 建議的取樣量，將樣品注射至秤盤中。如果秤盤中有使用溶劑，應將樣品逐滴加入盤中之溶劑上。可藉由秤盤中迴紋針將樣品均勻分布於盤中。若樣品有結塊無法分散之現象，則該樣品無法使用，重新準備新的樣品。如果沒有使用溶劑 (見表 1，方法 E)，仍藉由迴紋針平均地將樣品分布於盤中，應儘可能均勻的覆蓋整個盤底。
- (五) 樣品滴入秤盤後，精秤並記錄其重量至 0.1 mg，此重量差為樣品重量 (S_A)。
- (六) 若是多種成分組成之混合塗料，樣品製備後，需先將樣品放置於室溫一段時間再進行後續分析，放置時間參照表 1 之建議。
- (七) 將樣品秤盤置於 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘箱中加熱 60 分鐘。
- (八) 自烘箱取出乾燥後之樣品秤盤，置於乾燥器中，待秤盤冷卻至室溫後，精秤並記錄重量至 0.1 mg (W_2)。
- (九) 每個樣品須執行重複分析。

八、結果處理

- (一) 揮發性物質重量分率：利用下式計算揮發性物質重量百分率 V (%)。

$$V = (V_A + V_B) / 2$$
$$V_A = 100\% - \frac{(W_2 - W_1)}{(W_{SA} - W_1)} \times 100\%$$

其中

V_A : 樣品揮發性物質重量百分率 (%)。

W_1 : 秤盤空重。

W_2 : 加熱後秤盤與樣品之重量。

S_A : 樣品重量。

V_B : 重複分析之樣品揮發性物質重量百分率 (%)。

以重複測定的平均值 (V) 出具樣品之檢驗報告。

(二) 非揮發性物質重量分率：利用下式計算非揮發性物質重量百分率 N (%)。

$$N = \frac{N_A + N_B}{2}$$

其中

$$N_A = 100 - V_A$$

$$N_B = 100 - V_B$$

九、品質管制

若樣品重複分析其相對差異百分比 $\leq 1.5\%$ ，則以 2 次測定的平均值 (V) 出具樣品之檢測報告。若相對差異百分大於 1.5%，則需重新進行分析。固體物 $>90\%$ 之多成分塗料不適用相對差異百分 1.5% 之規定。

十、精密度與準確度

(一) 本方法設定於 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 加熱 60 分鐘，作為揮發性物質重量分率測定，其精密度是依據同一個操作者，在 15 間實驗室，分別利用兩個不同工作天，對揮發性物質含量介於 35%~72% 之市售 7 個水性塗料和 8 個溶劑型塗料進行二重複分析。實驗結果根據 ASTM E180 進行統計分析，統計結果在 95% 信賴區間，其中單一實驗室內，於自由度為 213 時，變異係數是 0.5%，不同實驗室間，於自由度為 198 時，其變異係數是 1.7%。

(二) 重複性：若同一操作者在不同工作天，分別對同一樣品進行重複分析，若分別測得之平均值其差異應小於 1.5%。

(三) 對多成分塗料分析精密度，是依據同一操作者，在兩個不同工作天，分別於 5 間實驗室，對 4 個市售多成分水性塗料與溶劑

型塗料進行二重複分析。實驗結果根據 ASTM E180 進行統計分析。結果如下：

1. 多成分溶劑型塗料重複性分析

變異係數	0.5%
自由度	6
因子 (95%信賴區間)	3.46
精密度	1.74%

同一操作者在不同工作天，分別對同一樣品進行分析，若分別測得之平均值，其相對差異百分大於 1.74%，則需重新進行分析。

2. 多成分溶劑型塗料再現性分析

變異係數	1.46%
自由度	5
因子 (95%信賴區間)	3.46
精密度	5.31%

不同操作者，在不同實驗室，對同一樣品進行分析，若分別測得之平均值，其相對差異百分大於 5.31%，則需重新進行分析。

3. 多成分水性塗料重複性分析

變異係數	0.53%
自由度	6
因子 (95%信賴區間)	3.46
精密度	1.84%

同一操作者，在不同工作天，分別對同一樣品進行分析，若分別測得之平均值，其相對差異百分大於 1.84%，則需重新進行分析。

4. 多成分水性塗料再現性分析

變異係數	0.94%
自由度	5
因子 (95%信賴區間)	3.64
精密度	3.43%

不同操作者，在不同實驗室，對同一樣品進行分析，若分別測得之平均值，其相對差異百分大於 3.43%，則需重新進行分析。

(四)固體物大於 90% 之多成分塗料精密度：此測試的準確度，係 2009 年針對分析方法 E 進行數據收集和分析。八個實驗室測試了 5 種固體物大於 90% 之多成分塗料。每一個“測試結果”皆以重複測定的平均值表示。每個實驗室分析報告皆為 3 次重複測試結果。數據分析按照 ASTM E691 規範；詳細研究報告請參照 ASTM 研究報告 D01-1152。

1. 重複性限值 (Repeatability Limit (r))：同一實驗室分別對同一種塗料進行重複分析，若分別測得之平均值其相差大於該塗料「r」值，則結果應被判斷為不一致。「r」值代表同一操作者，對同一種材料，使用相同的設備，在同一實驗室同一天所獲得測試結果的臨界差值。表 2 為不同材料的重複性限值。重複性限值說明詳見 ASTM E177。
2. 再現性限值 (Reproducibility Limit (R))：不同操作者在不同實驗室分別針對同一樣品進行分析，若分析測得之平均值其相差大於塗料”R”值，則各實驗室結果視為不一致。”R”值代表不同操作者，在不同實驗室所測，測試相同樣品所得臨界值。表 2. 為個測試樣品所得再現性限值。再現性限值詳細說明請見 ASTM E177。

十一、參考資料

- (一) ASTM. Standard test method for volatile content of coatings. D2369-10, 2011.
- (二) U.S. EPA. Determination of volatile matter content, density, volume solids, and weight solids of surface coatings. EPA Reference Method 24, 1991.
- (三) ASTM. Specification for reagent water. D1193-06, 2011.
- (四) ASTM. Practice for sampling liquid paints and related pigmented coatings.

D3925-02, 2010.

- (五) ASTM. Test method for determination of the nonvolatile content in silanes, siloxanes and silane-siloxane blends used in masonry water repellent treatments. D5095-91, 2013.
- (六) ASTM. Test method for volatile content of sheet-fed and coldset web offset printing inks. D6419-00, 2009.
- (七) ASTM. Practice for use of the terms precision and bias in ASTM test methods. E177-13, 2014.
- (八) ASTM. Practice for determining the precision of ASTM methods for analysis and testing of industrial and specialty chemicals. E180-03, 2009.

註 1：若加熱過程中塗料出現不尋常的分解或降解，需註明加熱溫度與時間。

註 2：用於建築外牆防水之含矽烷，矽氧烷和矽烷 - 矽氧烷混合物塗料，其非揮發成分測定適用 ASTM D5095；用於輻射物固化之塗料、油墨和黏著劑，其非揮發成分測定適用 ASTM D5403；單紙和冷固捲筒膠印使用之油墨，其揮發性物質含量測定適用 ASTM D6491。

表 1 不同組成塗料建議分析條件

塗料種類	方法A – 單一組成水性塗料	方法B – 單一組成溶劑型塗料	方法C – 多成分水性塗料	方法D – 多成分溶劑型塗料	方法E – 多成分塗料，固體物>90%
溶劑種類和添加量	3 ± 1 ml 試劑水	3 ± 1 ml 溶劑	3 ± 1 ml 試劑水	3 ± 1 ml 溶劑	毋需溶劑
取樣量 (註A)	0.3 ± 0.1 g 若樣品揮發成分預估小於等於 40% 0.5 ± 0.1 g 若樣品揮發成分預估大於 40%				
靜置時間	毋需靜置	毋需靜置	1 小時 (註B)	1 小時 (註B)	24 hr

A:取樣量可參考塗料生產商所建議之最低塗布厚度來決定

B:靜置時間可參閱 EPA Reference Method 24

表 2 固體物>90% 之多成分塗料精密度 (註 A)

塗料種類	平均值(註 B) V (%)	重複性標準差 S _r	再現性標準差 S _R	重複性限值 r	再現性限值 R
A	3.25	0.17	1.15	0.47	3.21
B	1.87	0.15	0.34	0.41	0.95
C	2.67	0.18	1.59	0.52	4.46
D	0.64	0.12	0.20	0.32	0.56
E	0.15	0.05	0.11	0.14	0.30

註 A：本研究不同塗料精密度的差異性主要來自於塗料特定配方和組成，而非塗料的特定化學性質。

註 B：不同實驗室的平均結果。