

## 塗料之揮發性物質含量檢測方法

中華民國 113 年 10 月 30 日環部授研字第 1135114055 號函公告

自中華民國 114 年 2 月 15 日生效

NIEA A743.11C

### 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  $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  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。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（註 2），如需計算揮發性有機物含量，則利用塗料相關標準檢測方法測定。

### 三、干擾

塗料成分中如含有非屬法規定義在一大氣壓下，測量所得初始沸點在攝氏二百五十度以下有機化合物（如：2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇單異丁酸酯(2,2,4-Trimethyl-1,3-pentanediol monoisobutyrate)等），而影響揮發性有機物含量之計算時，可選擇使用「塗料中揮發性有機物含量測定法—氣相層析法(NIEA A754.1)」（註 3）測定其含量。

### 四、設備與材料

- （一）分析天平：可精稱至 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  $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  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  $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。（符合美國材料及試驗協會方法(ASTM E145) Type IIA 或 Type IIB 標準之烘箱，並依照原廠規範操作。）
- （四）乾燥器或乾燥箱，附濕度顯示器。
- （五）一次性注射筒（不需針頭，須附注射筒蓋）：1 mL 或適當容積。
- （六）金屬迴紋針。

## 五、試劑

- (一) 試劑水：不含待測物之去離子水。
- (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，依照比例分別稱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。操作時須將容器蓋子關緊，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，並於 14 日內完成樣品分析。

## 七、步驟

- (一) 將秤盤精稱至 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）於秤盤中一起稱重( $W_1$ )：若使用迴紋針，整個程序中迴紋針都必須置於秤盤中。
- (二) 依據附表之分類，加入適當溶劑於稱重過的秤盤中。
- (三) 將適量塗料樣品吸入注射筒，並從樣品中移出注射筒，再將注射筒推桿拉起，使樣品離開注射筒頸部，擦拭注射筒的外表面（含注射筒尖端），去除多餘的樣品，蓋上注射筒蓋子並稱重。
- (四) 取下蓋子，依據附表建議的取樣量，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（見附表，方法 E），仍藉由迴紋針平均地將樣品分布於盤中，儘可能均勻覆蓋整個盤底。
- (五) 樣品滴入秤盤後，不要擦拭注射筒的尖端，拉起推桿，使樣品離開注射筒頸部，將注射筒蓋上蓋子並將其放在天平上精稱，並記錄其重量至 0.1 mg，此重量差（樣品注射前後）為樣品重量( $W$ )。
- (六) 若是多種成分組成之混合塗料，依製造商建議的比率（依重量或體積）混合各成分製備後，在加入和混合期間緊閉容器以防

止揮發性物質的損失，且須先將樣品放置於室溫一段時間再進行後續分析，放置時間參照附表之建議。

- (七) 將樣品秤盤置於  $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  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，精稱並記錄重量至  $0.1\text{ mg}$  ( $W_2$ )。
- (九) 每個樣品須執行重複分析。

#### 八、結果處理

- (一) 揮發性物質重量百分率，以 2 次重複樣品測定的平均值出具樣品之檢驗報告。

$$W_v = 100 - \left( \frac{W_2 - W_1}{W} \right) \times 100$$

其中

$W_v$ ：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。

$W$ ：樣品重量。

- (二) 非揮發性物質重量百分率，全量(100%)減去揮發性物質重量百分率。

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

$$N_A = 100 - W_{vA}$$

$$N_B = 100 - W_{VB}$$

其中

$N_A$ ：樣品非揮發性物質重量百分率(%)。

$N_B$ ：重複分析之樣品非揮發性物質重量百分率(%)。

$W_{VA}$ ：樣品揮發性物質重量百分率(%)。

$W_{VB}$ ：重複分析之樣品揮發性物質重量百分率(%)。

#### 九、品質管制

重複樣品分析：每一樣品必須執行重複分析，若兩次相對差異百分比小於 1.5 % 以內，取其平均；若在 1.5 % 以上，則須重新進行分析。

#### 十、精密度與準確度

- (一) 本方法設定於  $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  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 % 至 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) 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。

(三) 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。 8 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。

- (四) 溶劑稀釋法及未添加溶劑 (註 4) 法之精密度: 數據分析按照 ASTM E691 規範。

#### 十一、參考資料

- (一) ASTM International. Standard Test Method for Volatile Content of Coatings. ASTM D2369-20, 2020.
- (二) U.S. EPA Method. Determination of Volatile Matter Content, Water Content, Density, Volume Solids, and Weight Solids of Surface Coatings. Method 24, 2020.
- (三) ASTM International. Specification for Reagent Water. ASTM D1193-06, 2018.
- (四) ASTM International. Practice for Sampling Liquid Paints and Related Pigmented Coatings. ASTM D3925-02, 2015.
- (五) ASTM International. Standard Test Method for Determination of the Nonvolatile Content in Silanes, Siloxanes and Silane-siloxane Blends Used in Masonry Water Repellent Treatments. ASTM D5095-91, 2022.
- (六) ASTM International. Standard Test Method for Volatile Content of Sheet-fed and Coldset Web Offset Printing Inks. ASTM D6419-00, 2017.
- (七) ASTM International. Practice for Use of the Terms Precision and Bias in Astm Test Methods. ASTM E177-13, 2020.
- (八) ASTM International. Practice for Determining the Precision of Astm Methods for Analysis and Testing of Industrial and Specialty Chemicals. ASTM E180-03, 2014.
- (九) ASTM International. Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method. ASTM E691-21, 2022.
- (十) ASTM International. Standard Test Methods for Volatile Content of

Radiation Curable Materials. ASTM D5403-93, 2021.

- 註1：若加熱過程中塗料出現不尋常的分解或降解，須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 D6419。
- 註3：本文引用之所有公告方法名稱及編碼，以環境部最新公告者為準。
- 註4：分析方法採用表所列之方法 A 至 E，本次實驗分為添加溶劑與未添加溶劑兩種方法，未添加溶劑實驗為塗料進行表方法 A 至 D 時不使用溶劑稀釋。

附表 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 - 固體物大 於 90 % 多 成分塗料
溶劑種類 和添加量	3 mL ± 1 mL 試劑水	3 mL ± 1 mL 溶劑	3 mL ± 1 mL 試劑水	3 mL ± 1 mL 溶劑	毋需溶劑
取樣量 (註A)	0.3 g ± 0.1 g 若樣品揮發成分預估小於等於 40 % 0.5 g ± 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 小時

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：其它靜置時間可參閱 EPA Method 24。