

# 環境檢驗器皿清洗及校正指引

93 年 10 月 04 日環署檢字第 0930072069F 號公告修正

自 94 年 01 月 15 日起實施

NIEA-PA106

## 一、目的

提供環境檢驗室於進行一般及定容器皿清洗及校正之依循。

## 二、適用範圍

本指引適用於環境檢驗室於執行一般及定容器皿之清洗及校正，檢驗室應依據本署公告之相關檢測方法及本指引之規定為之。

## 三、器皿之清洗

- (一) 環境檢驗室為維護檢驗室內各類玻璃、塑膠或其他材質器皿及定容器皿的清潔，應依據器皿材質及檢測方法規定訂定相關清洗步驟。尤其是待測物濃度較低時，必須注意提高器皿清洗之乾淨度。若檢測方法未規定者，檢驗室可依據實際經驗或參考文獻自行訂定之。
- (二) 檢驗室建立的清洗步驟，必要時需經測試以證明其建立之清洗步驟確實有效。
- (三) 檢驗室應規定一般及定容器皿於每次使用後，即依據規定之步驟清洗之。
- (四) 在清洗前，清洗人員應將器皿內具危險或腐蝕性物質先行取出。
- (五) 一般之清洗均需先使用清潔劑洗淨，再依序以自來水及試劑水沖洗乾淨。對有機分析用容器，當有機殘餘物留在容器內時，需以最終使用之溶劑清洗之。對金屬微量分析用容器必要時需先用 10% 硝酸溶液清洗後，再依序以自來水及試劑水沖洗。清洗乾淨之器皿應適當存放，定容器皿清洗後不得以加熱方式乾燥。

## 四、定容器皿之校正

### (一) 一般原則

- 1、為確保定容器皿體積的正確性，檢驗室應針對定容器皿訂定校正程序及校正週期。建議檢驗室儘量使用 A 級（或相當等級）定容器皿。定容器皿之校正時機及校正比例至少需符合表一所定內容。
- 2、定容器皿泛指：量瓶、量筒（此類為 To Contain, TC）及移液管、滴定管（含機械式、電子式滴定設備）（此類為 To Deliver, TD）等。
- 3、校正原則如下：

- (1) 定容器皿校正前須確實清洗乾淨。
  - (2) 標示“ To Deliver ”的定容器皿校正前不必乾燥，“ To Contain ”的定容器皿則須乾燥。
  - (3) 定容器皿校正法係將容器含容的水量或移轉的水量，以重量法測定後，將之換算為 20°C 時的體積。
  - (4) 適用於校正 0.1 mL 至 2,000 mL 之定容器皿。
  - (5) 校正時，對液面位置之判讀應設定在標線之上緣，使用該器皿時，亦需採用與校正時相同之判讀方式。
- 4、非玻璃材質之定容器皿，應依據該器皿供應廠商提供之校正方式及容許誤差執行。

## (二) 玻璃球形移液管校正步驟

- 1、將試劑水置於適當容量之燒杯或其他容器中，連同欲校正的移液管，置於天平室中，使之與室溫平衡。
- 2、記錄移液管之標示體積 (V) 於移液管校正紀錄表中，校正紀錄表可依各檢驗室自行設計使用，本規定不作定義。
- 3、移液管內部需先潤濕，再利用吸球吸水至移液管標線，並將移液管尖端接觸預置的空燒杯內壁，使水由移液管中流出。
- 4、測量已與室溫平衡的水溫 (T)，記錄於校正紀錄表中。
- 5、測量大氣壓力 (P)，記錄於校正紀錄表中，或記錄並列印由官方網站 (如：氣象局) 所發布的當地海平面氣壓值，做為大氣壓力的數值。
- 6、由表二查得水的密度 ( $\rho_w$ )，由表三查得空氣的密度 ( $\rho_a$ )，若無法直接於表中查得，則以內插法計算之，記錄於校正紀錄表中。
- 7、精確稱量一個連蓋的空稱量瓶，記錄重量 ( $I_E$ ) 於校正紀錄表中。
- 8、將移液管再次吸水至稍高於標線，以長纖維紙巾從上往下擦去附著於移液管外的水。
- 9、將移液管尖端觸及燒杯內壁，以手控制 (或軟管夾或安全吸球) 水流，使緩緩洩流至標線，此時任何殘留於尖端的水，不需擦去。
- 10、垂直持握移液管，並使移液管尖端觸及稱量瓶瓶頸內壁，使水流入步驟 7 中稱過之稱量瓶內。
- 11、當洩流停止時，將移液管由稱量瓶上移開，將稱量瓶加蓋後稱重，記錄重量 ( $I_L$ ) 記錄於校正紀錄表中。
- 12、將  $I_E$ ,  $I_L$ , T,  $\rho_w$ ,  $\rho_a$  代入公式：

$$V_{20} = (I_L - I_E) [1 / (\rho_w - \rho_a)] [1 - \rho_a / 7.78] [1 - 0.000010 (T - 20)]$$

求得移液管在 20°C 時的體積 ( $V_{20}$ )，記錄於校正紀錄表中。

- 13、依據步驟 4 至步驟 12，重複測定 3 次，計算出 3 次重複測定所得移液管在 20°C 時體積的平均值，記錄於校正紀錄表中。

- 14、計算移液管體積之誤差值 = ( $V_{20}$  之平均值 -  $V$ ) 之絕對值，記錄於校正紀錄表中。
- 15、由表四查得該移液管之容忍誤差值，記錄於校正紀錄表，並決定該移液管是否符合規格(若容忍誤差值大於或等於移液管誤差值，則視為符合規格)。若檢驗室所使用之移液管另訂有容忍誤差值則必須符合其容忍誤差值，但其不得大於表四所定之容忍誤差值。
- 16、若符合規格，則進行編號，並將編號記錄於校正紀錄表中，且標示於移液管上，編號方式由檢驗室自行訂定。

### (三) 玻璃量瓶校正步驟

- 1、將試劑水置於適當容量之燒杯或其他容器中，連同欲校正的量瓶，在天平室中置放足夠時間，使之與室溫平衡。
- 2、記錄量瓶的標示體積 ( $V$ ) 於量瓶校正紀錄表中，校正紀錄表可依各檢驗室自行設計使用，本規定不作定義。
- 3、經清洗乾燥或風乾之量瓶，置於天平室中使之與室溫平衡。
- 4、量瓶連蓋一同精確稱重，記錄重量 ( $I_E$ ) 於校正紀錄表。
- 5、由天平中取出量瓶，在量瓶內置入適當大小的漏斗，以便注水入量瓶。
- 6、將水經由漏斗注入量瓶中，使稍低於標線，並且潤濕塞子以下的整個瓶頸，靜置兩分鐘讓水流下。
- 7、以細口滴管接觸量瓶標線上 1 公分之內壁處，徐徐注水，使恰至標線。(此步驟亦可用移液管或滴定管取代細口滴管)。
- 8、立即加蓋，精確稱重，記錄重量 ( $I_L$ ) 記錄於校正紀錄表中。
- 9、將溫度計置於量瓶中測量水溫。若量瓶口如太細，無法置入溫度計，則測量燒杯(或其他容器)中水的水溫 ( $^{\circ}\text{C}$ )，記錄水溫 ( $T$ ) 於校正紀錄表中。
- 10、測量大氣壓力 ( $P$ )，記錄於校正紀錄表中，或記錄並列印由官方網站(如：氣象局)所發布的當地海平面氣壓值，做為大氣壓力的數值。
- 11、由表二查得水的密度 ( $\rho_w$ )，表三查得空氣的密度 ( $\rho_a$ ) (若無法直接於表上查得，則以內插法計算之)，記錄於校正紀錄表中。
- 12、將  $I_E$ 、 $I_L$ 、 $T$ 、 $\rho_w$ 、 $\rho_a$  代入公式：

$$V_{20} = (I_L - I_E) [1 / (\rho_w - \rho_a)] (1 - \rho_a / 7.78) [1 - 0.000010 (T - 20)]$$

求得量瓶在  $20^{\circ}\text{C}$  時的含容體積 ( $V_{20}$ )，記錄於校正紀錄表中。

- 13、依據步驟 3 至步驟 12，重複測定 3 次，計算出 3 次重複測定所得量瓶在  $20^{\circ}\text{C}$  時體積的平均值，記錄於校正紀錄表中。
- 14、計算量瓶體積之誤差值 = ( $V_{20}$  之平均值 -  $V$ ) 之絕對值，記錄

於校正紀錄表中。

- 15、由表五查得該量瓶之容忍誤差值，記錄於校正紀錄表中，並決定該量瓶是否符合規格（若容忍誤差值大於或等於量瓶誤差值，則視為符合規格）。若檢驗室所使用之量瓶另訂有容忍誤差值則必須遵守其容忍誤差值，但不得大於表五所定之容忍誤差值。
- 16、若符合規格，則進行編號，並將編號記錄於校正紀錄表，且標示於量瓶上，編號方式由檢驗室自行訂定。

#### （四）玻璃滴定管校正步驟

- 1、將試劑水置於適當容量之燒杯或其他容器中，連同欲校正的滴定管，置於天平室中，使之與室溫平衡。
- 2、記錄滴定管欲校正之體積刻度範圍（V）於玻璃滴定管校正紀錄表中，校正紀錄表可依各檢驗室自行設計使用，本規定不作定義。
- 3、精確稱量一個連蓋的空稱量瓶，記錄重量（ $I_E$ ）於校正紀錄表中。
- 4、填充水於已清潔之滴定管至稍高於標線（零點），（注意此時任何地方不應有氣泡存在）以長纖維紙巾從上往下擦去附著於滴定管外壁的水。
- 5、將溫度計置於滴定管中測量水溫。滴定管口如太細，無法置入溫度計，則將試管裝水穩置於支架上（試管置放位置儘量靠近滴定管的位置），並插入溫度計，使之與室溫平衡，測量水溫（T）並記錄於校正紀錄表中。
- 6、將燒杯內壁觸及滴定管尖端，小心控制滴定管活栓，讓水緩緩流至標線（零點）位置。
- 7、將已稱重之稱量瓶置於滴定管下方，稱量瓶內壁觸及滴定管尖端。
- 8、滴定管活栓全開，讓水流入已稱過之稱量瓶內，直至水位達到欲校正之刻度上方數公厘處，再緩緩設定正確之水位。（如滴定管有“等待時間”則此時需配合時間以設定正確之水位）。
- 9、將稱量瓶加蓋後稱重，記錄重量（ $I_L$ ）於校正紀錄表中。
- 10、測量大氣壓力（P），記錄於校正紀錄表中，或記錄並列印由官方網站（如：氣象局）所發布的當地海平面氣壓值，做為大氣壓力的數值。
- 11、由表二查得水的密度（ $\rho_w$ ），由表三查得空氣的密度（ $\rho_a$ ），若無法直接於表中查得，則以內插法計算之，記錄於校正紀錄表中。
- 12、將  $I_E$ 、 $I_L$ 、T、 $\rho_w$ 、 $\rho_a$  代入公式：
$$V_{20} = (I_L - I_E) [1 / (\rho_w - \rho_a)] [1 - \rho_a / 7.78] [1 - 0.000010 (T - 20)]$$
求得滴定管在 20°C 時的體積（ $V_{20}$ ），記錄於校正紀錄表中。
- 13、欲校正之滴定管應作全量及分成五等分體積校正【例如：25 mL

之滴定管需作 0 ~ 25 mL 及區分成 0 ~ 5 mL, 5 ~ 10 mL, 10 ~ 15 mL, 15 ~ 20 mL, 20 ~ 25 mL 五等分之校正。在作五等分體積校正時，必須以相同之稱量瓶作“繼續滴加操作”，即每一次將前一等分之水保留在稱量瓶做為已稱重之稱量瓶，並將其連蓋之重量記錄於下一等分 IE 欄位內，依步驟 10 至步驟 13 進行校正。

- 14、依據步驟 4 至步驟 12，重複測定 3 次，計算出 3 次重複測定所得滴定管在 20°C 時體積的平均值，記錄於校正紀錄表中。
- 15、計算滴定管在各刻度體積之誤差值 =  $(V_{20} \text{ 之平均值} - V)$  之絕對值，記錄於校正紀錄表中。
- 16、由表六查得該滴定管之容忍誤差值，記錄於校正紀錄表中，並決定該滴定管是否合格（若容忍誤差值大於或等於滴定管誤差值，則視為符合規格）。若檢驗室所使用之滴定管另訂有容忍誤差值則必須遵守其容忍誤差值，但不得大於表六所定之容忍誤差值。
- 17、若全量校正及部分體積校正所得之數據皆合於規定，則將編號標示於滴定管上，並將編號記錄於校正紀錄表，編號方式由檢驗室自行訂定。

## 五、參考資料

- (一) ISO 648-1977 (E), Laboratory glassware—One-mark pipettes, 1st edition, 1977.
- (二) ISO 1042 : 1998 (E), Laboratory glassware—One-mark volumetric flasks, 4th edition, 1998
- (三) ISO 385/1-1984(E), Laboratory glassware—Burettes—Part 1 : General requirements, 1st edition, 1984.
- (四) ASTM E542-01, Standard Practice for Calibration of Laboratory Volumetric Apparatus, 2001.
- (五) ASTM E969-95 ( Reapproved 1999 ), Standard Specification for Glass Volumetric ( Transfer ) Pipettes.

表一 定容器皿校正時機及校正比例

校正時機	校正比例
(1) 新購入之定容器皿 (A 級) 新購入之定容器皿 (B 級)	抽校 (比例自行訂定) 全數校正
(2) 定容器皿可能產生體積變化之情況	預期產生變化之器皿全數校正
(3) 每年定期校正 (A 級)  每年定期校正 (B 級)	由檢驗室自行訂定之，至少 10% (若有不符合規定，則全數校正) 全數校正
(3) 滴定管每年定期校正	全數校正

註：\*新購入之定容器皿附有校正證明者，得免抽校。

表二 去空氣水的密度

溫度 (°C)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
15	0.999098
16	0.998941
17	0.998773
18	0.998593
19	0.998403
20	0.998202
21	0.997990
22	0.997768
23	0.997536
24	0.997294
25	0.997043
26	0.996782
27	0.996511
28	0.996232
29	0.995943
30	0.995645
31	0.995339
32	0.995024
33	0.994701
34	0.994369
35	0.994030

註：來源 ASTM E542 TableX1.1 Density of Air-free Water ( $\rho_w$ )

表三 空氣在 50 % 相對濕度下的密度 ( $\rho_a$ , g/cm<sup>3</sup>)

壓 力			溫 度 (°C)					
kPa	mbar	mmHg	18	20	22	24	26	28
77.33	773	580	0.00092	0.00092	0.00091	0.00091	0.00090	0.00090
79.99	800	600	0.00095	0.00095	0.00094	0.00093	0.00093	0.00092
82.66	827	620	0.00099	0.00098	0.00097	0.00096	0.00096	0.00095
85.33	853	640	0.00102	0.00101	0.00100	0.00100	0.00099	0.00098
87.99	880	660	0.00105	0.00104	0.00103	0.00103	0.00102	0.00101
90.66	907	680	0.00108	0.00107	0.00107	0.00106	0.00105	0.00104
93.33	933	700	0.00111	0.00110	0.00110	0.00109	0.00108	0.00107
95.99	960	720	0.00114	0.00114	0.00113	0.00112	0.00112	0.00110
98.66	987	740	0.00118	0.00117	0.00116	0.00115	0.00114	0.00113
101.32	1013	760	0.00121	0.00120	0.00119	0.00118	0.00117	0.00117
103.99	1040	780	0.00124	0.00123	0.00122	0.00121	0.00121	0.00120
106.66	1067	800	0.00127	0.00126	0.00125	0.00124	0.00124	0.00123

註：來源 ASTM E542 TableX1.2 Density of Air Water

表四 玻璃移液管的容忍誤差  
(ISO 648)

標示體積 (mL) (小於或等於)	容忍誤差 (mL)
0.5	0.005
1	0.008
2	0.01
5	0.015
10	0.02
20	0.03
25	0.03
50	0.05
100	0.08
200	0.1

註：來源 ISO 648 Table 1 Limits of errors one mark pipettes

表五 量瓶的容忍誤差  
(ISO 1042)

標示體積 (mL) (小於或等於)	容忍誤差 (mL)
5	0.025
10	0.025
25	0.04
50	0.06
100	0.10
200	0.15
250	0.15
500	0.25
1000	0.40
2000	0.60

註：來源 ISO 1042 Table 1 one-mark volumetric flasks

表六 玻璃滴定管的容忍誤差  
(ISO 385/1)

標示體積 (mL)	最小刻度 (mL)	容忍誤差 (mL)
1	0.01	0.01
2	0.01	0.01
5	0.02	0.01
10	0.02	0.02
10	0.05	0.02
25	0.05	0.03
25	0.1	0.05
50	0.1	0.05
100	0.2	0.1

註：來源 ISO 385/1 Table 1 Capacities, sub-divisions and limits of error