

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿原子發射光譜法 上機術科評分表

檢驗室名稱：_____ NIEA-PE-W15

術科地點：_____

檢測方法：

NIEA W311

壹、查核內容

一、人員

1.從事本項檢測之人員：(實際具檢測能力者至少應有兩名)

姓 名					
學 歷					
檢測年資					
人員訓練紀錄	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D
方法熟悉程度	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D
方法操作技術	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D
品保品管觀念	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D
綜合評量					

2.檢驗室主管及檢測報告簽署人：

職 務	檢驗室主管	檢測報告簽署人	檢測報告簽署人	
姓 名				
學 歷				
方法熟悉程度	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D
品保品管觀念	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D	<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> D
綜合評量				

說明：1.各欄之 A 表示非常熟悉或非常完整、B 表示熟悉或完整、C 表示普通或尚可、D 表示差。

2.方法熟悉程度係指對方法原理(包括儀器設備原理)、適用範圍、干擾、檢測步驟與流程及數據處理等之了解程度。

3.方法操作技術係指儀器設備操作、數據處理等之實作技術。

4.品保品管觀念係指對儀器設備校正檢量線及相關品質管制規範之了解或實作。

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿原子發射光譜法 上機術科評分表

檢驗室名稱：_____

NIEA-PE-W15

壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
一、人員	詳壹、人員。	詳壹、人員。
二、儀器、設備及材料	<p>1. 感應耦合電漿原子發射光譜儀是否符合檢測之需求？如：可調速蠕動幫浦、背景校正及波長校正功能、電漿焰炬材質等。</p> <p>2. 設備及器具之材質功能是否符合規定？如：天平（精稱至 0.1 mg）、加熱消化裝置（如：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整功能之加熱板或所有電子元件具防腐蝕保護、具有溫控與溫度壓力監控功能之微波消化裝置）。</p> <p>3. 所使用之容器材質，是否選擇適當之惰性材質（如：硼玻璃、石英、聚乙烯或鐵氟龍等）？清洗方式是否適當？如：若前處理是使用微波加熱消化，其消化瓶內層建議先以熱的 1：1 鹽酸（溫度超過 80°C，但未沸騰）浸泡或淋洗至少 2 小時，接著以熱的 1：1 硝酸（溫度超過 80°C，但未沸騰）浸泡或淋洗至少 2 小時，最後再以試劑水沖洗，並置於乾淨環境中晾乾。塑膠或玻璃的定量容器及儲液容器則可以較為稀釋的酸（約 10% v/v）進行浸泡及清洗步驟。此外，為預防銀離子沈澱，必須確定消化瓶中殘留之鹽酸皆已清洗乾淨。</p> <p>4. 電漿最適化目的在於獲得待測元素最大訊號對背景的比值（S/N ratio），此調校並不需每日執行，但在儀器安裝、維修、更換配件（例如更換焰炬管或噴霧腔等）或更改操作條件（例如更改功率、霧化氣體流速等）後，則需重新進行調校。</p>	<p><input type="checkbox"/>是 <input type="checkbox"/>否 <input type="checkbox"/>不完整 <input type="checkbox"/>不適用</p>

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿原子發射光譜法 上機術科評分表

檢驗室名稱：_____

NIEA-PE-W15

項 目	內 容	查 核 結 果
三、試劑	<p>1. 試劑等級是否符合方法規定？如：檢測時使用試劑的等級是分析級以上。</p> <p>2. 標準儲備溶液是否自行以超高純度之金屬或化合物（純度至少為 99.99%）溶解配製而得，或購買具可追溯濃度確認證明文件之 ICP 用市售標準儲備溶液？</p> <p>3. 檢量線混合標準溶液是否使用標準儲備溶液配製（在配製此溶液之前，需預先分析所配製標準儲備溶液中不純物的含量，並確認其濃度在可接受的範圍，配製時須注意各元素間之相容性、穩定性及光譜干擾等問題，並選擇合適的分析波長及背景校正位置。）或購買具可追溯濃度確認證明文件之市售標準儲備溶液？是否定期（約一週）以品管樣品來檢查混合標準溶液的濃度？</p> <p>4. 空白溶液配製是否正確？（檢量線空白溶液及洗滌空白溶液：試劑水經酸化所得之溶液，所加入之酸液濃度，需與檢量線標準溶液之酸液濃度相同；方法空白溶液：於試劑水中加入與樣品前處理同量之酸，並經由與樣品相同之前處理程序後所得的溶液）</p> <p>5. 是否依據儀器操作手冊或方法，配製適當之電漿溶液？</p>	<p><input type="checkbox"/>是 <input type="checkbox"/>否 <input type="checkbox"/>不完整 <input type="checkbox"/>不適用</p>
四、採樣及保存	<p>1. 執行檢測前是否事先確認樣品保存條件？如：總量分析之水樣，採樣後水樣不經過濾，應立即添加硝酸使水樣之 pH 值 ≤ 2；溶解量分析之水樣，則需於採樣後，先經 0.45 μm 孔徑的濾膜過濾，再行以硝酸酸化水樣至 pH 值 ≤ 2。</p> <p>2. 採樣容器之材質與使用方式是否適當？如：石英、鐵氟龍、聚丙烯或直鏈聚乙烯材質且具聚乙烯蓋之容器。分析銀時，水樣應以棕色容器貯存。採樣容器及過濾器於使用前應預先酸洗。</p> <p>3. 加酸後之水樣是否貯藏於 $4\pm 2^\circ\text{C}$？是否於保存期限內完成檢驗？（經酸化之水樣可保存 180 天，但汞元素分析，則保存時間最多為 14 天）</p>	<p><input type="checkbox"/>是 <input type="checkbox"/>否 <input type="checkbox"/>不完整 <input type="checkbox"/>不適用</p> <p><input type="checkbox"/>是 <input type="checkbox"/>否 <input type="checkbox"/>不完整 <input type="checkbox"/>不適用</p> <p><input type="checkbox"/>是 <input type="checkbox"/>否 <input type="checkbox"/>不完整 <input type="checkbox"/>不適用</p>

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿原子發射光譜法 上機術科評分表

檢驗室名稱：_____

NIEA-PE-W15

項 目	內 容	查 核 結 果
五、檢測步驟	<p>1. 總量與溶解量分析之前處理步驟是否正確？</p> <p>2. 消化步驟是否適當？加熱板（塊）或微波消化（參考 NIEA W312 方法並符合相關品質管制規範）操作是否正確？</p> <p>3. 分析人員在操作過程中，是否穿戴保護手套及防護面具？</p> <p>4. 添加酸液或消化是否於排煙櫃中操作？</p> <p>5. 將消化後樣品倒入經酸洗過之容器內，若發現殘存有粒狀物時，是否靜置或利用離心及過濾等方法去除之？</p> <p>6. 溶解量分析樣品是否取經過濾及酸化保存的水樣添加適量硝酸，混合均勻後即逕行分析？若在分析前發現有沉澱物產生，是否依總量分析消化步驟，進行樣品之前處理？</p> <p>7. 是否執行感應耦合電漿原子發射光譜儀電漿最適化儀器調校？是否適切並有紀錄？如：無線電頻輸入功率選擇與調整、調整霧化氣體之流速或壓力，使產生的藍色電漿大致出現在工作線圈上方約 5 至 20 mm 範圍，記錄此時的霧化氣體流量或壓力設定，以作為未來實驗的參考、霧化器自然方式平均吸取速率、設定電漿最佳觀測高度等。</p> <p>8. 感應耦合電漿原子發射光譜儀使用前之準備是否正確？如：(1)每日開機後，至少熱機 30 分鐘、完成光學系統及炬管位置等相關校正、霧化氣體流速調整至最適化流速、設定所欲測定元素之分析波長及背景校正位置等。</p> <p>9. 檢量線製備是否配製 1 個空白和至少 5 種不同濃度的檢量線標準溶液？範圍是否適當？檢量線製作完成是否即以第 2 來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認？</p> <p>10. 樣品溶液導入後，是否待系統達成平衡穩定後，才讀取訊號？導入不同的溶液之間，是否以洗滌空白溶液清洗管路足夠時間？同一標準溶液或樣品是否進行至少 3 重複測定，最後再以平均值進行計算？</p>	<p><input type="checkbox"/>是<input type="checkbox"/>否<input type="checkbox"/>不完整<input type="checkbox"/>不適用</p>

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿原子發射光譜法 上機術科評分表

檢驗室名稱：_____

NIEA-PE-W15

項 目	內 容	查 核 結 果
六、結果處理	1. 水樣分析結果是否以 $\mu\text{g/L}$ 或 mg/L 為表示單位？濃度低於方法偵測極限之數值，是否以無法偵測 (Not detected, N.D.) 表示，並註明方法偵測極限值？ 2. 樣品經稀釋或濃縮之倍數是否加以校正？ 3. 檢測報告位數表示是否取至小數點以下三位，最多有效數字取三位？ 4. 方法偵測極限之計算，是否以 NIEA-PA107 之方法執行？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用 <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用 <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用 <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿原子發射光譜法 上機術科評分表

檢驗室名稱：_____

NIEA-PE-W15

項 目	內 容	查 核 結 果
七、品質管制	1. 檢量線線性相關係數是否大於或等於 0.995？ 檢量線確認相對誤差值是否在 $\pm 10\%$ 以內？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	2. 檢量線查核相對誤差值是否在 $\pm 10\%$ 以內？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	3. 空白樣品分析之結果是否小於二倍方法偵測極限值？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	4. 重複樣品分析相對差異百分比是否在 20 %以內？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	5. 查核樣品分析之回收率是否落於規定範圍內 (80~120%)？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	6. 添加樣品分析回收率是否介於 80~120 %？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	7. 是否依環境檢驗品質管制圖建立指引之規定，建立各項品質管制圖？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	8. 若超出管制範圍，是否再分析一次？若仍超出管制範圍，是否停止分析並查明記錄其原因，捨棄此批次結果，重取樣品進行前處理及分析？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	9. 是否了解如何求得光譜干擾校正係數與校正後濃度計算？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	10. 添加樣品分析回收率超出管制範圍，且分析元素又不能以稀釋方式測得時，是否改用標準添加法來進行樣品之分析？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	11. 完成樣品分析後，是否以洗滌空白溶液徹底清洗樣導入系統才關機？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿原子發射光譜法 上機術科評分表

檢驗室名稱：_____ NIEA-PE-W15

貳、現場評鑑評分表

項目	配分	得分
一、人員	10	
二、儀器、設備及器材	10	
三、試劑	10	
四、採樣與保存	5	
五、檢測步驟	30	
六、結果處理	5	
七、品質管制	30	
總 分	100	

備註：最高得分為 100 分；得分達 60 分以上，且各分項目得分均高於該項目配分之 50% 者為合格。

現場評鑑專家簽名：

日期：

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿原子發射光譜法 上機術科評分表

檢驗室名稱：_____ NIEA-PE-W15

參、現場評鑑意見

項目	代碼	評鑑意見	備註

註:代碼說明 C:主要缺失 M:次要缺失 R:建議事項

現場評鑑專家簽名：

日期：