

# 水中甲基汞檢測方法上機術科考試評分表

檢驗室名稱：\_\_\_\_\_

NIEA-PE-W51

術科地點：\_\_\_\_\_

檢測方法：NIEA W540

## 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。

# 水中甲基汞檢測方法上機術科考試評分表

檢驗室名稱：\_\_\_\_\_

NIEA-PE-W51

## 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、設備與材料	<p>1、器皿是否依規定程序清洗？例如新購與使用過之低濃度汞採樣瓶、或已清洗附證明但抽驗其空白值超出標準之批次採樣瓶：以 4M 鹽酸浸泡加熱至 65 至 75°C，至少 48 小時（使用過之低濃度汞採樣瓶 6 至 12 小時）後，冷卻並用試劑水淋洗 3 次，最後以 1% (v/v) 稀鹽酸裝滿後，瓶子蓋緊放入乾淨的烘箱中以 60 至 70°C 加熱隔夜，待冷卻後再用試劑水淋洗至少 3 次，最後以 0.4% (v/v) 稀鹽酸裝滿，靜置於無汞環境中直到瓶身表面乾燥，再將瓶蓋旋緊後置於雙層的 PE 夾鏈袋中備用。</p> <p>2、採樣瓶是否為含氟聚合物或玻璃材質，並附含氟聚合物之瓶蓋？</p> <p>3、過濾設備是否包括塑膠、玻璃或鐵氟龍固定座及濾膜（濾膜孔徑為 0.45 μm，供分析溶解性水樣過濾）？</p> <p>4、採樣瓶和玻璃容器清洗設備之材質及控溫功能是否符合規定？</p> <p>5、冷蒸氣原子螢光光譜儀之各項裝置如低壓汞蒸氣燈、遠紫外光石英螢光樣品偵測槽、紫外-可見光光電倍增管、光度計及光電倍增管電源供應器、光學基座、流量計等規格或功能是否符合規定？</p> <p>6、手動或自動批次式吹氣系統規格或功能是否符合規定？</p> <p>7、等溫氣相層析系統之冷蒸氣原子螢光光譜儀偵測系統中氣相層析介面、捕捉管、加熱裝置、碼表或計時器、等溫氣相層析儀管柱與等溫箱、裂解管柱等規格或功能是否符合規定？</p> <p>8、蒸餾單元之隔離加熱箱、加熱元件、熱電偶偵測器、溫度控制器、蒸餾瓶與蓋、吹氣蓋、蒸餾器蓋、PE 容器、流量計與針閥等元件之規格或功能是否符合規定？蒸餾瓶與蓋是否標記？</p> <p>9、紀錄器、微量移液管、天平等規格或功能是否符合規定？</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> <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> <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> <p><input type="checkbox"/>是 <input type="checkbox"/>否 <input type="checkbox"/>不完整 <input type="checkbox"/>不適用</p>

# 水中甲基汞檢測方法上機術科考試評分表

檢驗室名稱：\_\_\_\_\_

NIEA-PE-W51

## 壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
三、試劑	<p>1、試劑水是否為比電阻<math>\geq 18 \text{ M}\Omega\text{-cm}</math> 不含汞之去離子水？</p> <p>2、是否為低汞含量或超純濃鹽酸或濃硫酸(鹽酸汞濃度小於 50 pg/mL，硫酸汞濃度小於 100 pg/mL)？</p> <p>3、配製完成之標準品是否均有適當之標示？(例：標準品名稱、配製日期、使用期限、儲存方式等)</p> <p>4、購置之市售甲基汞標準儲備溶液是否有濃度確認及保存期限之證明文件？</p> <p>5、各類試劑、標準儲備溶液、標準工作溶液是否適當儲存，且未超過使用期限？例如氯化鉀/L-半胱氨酸溶液、檸檬酸緩衝溶液、四乙基硼化鈉等以 PFA 瓶保存。溶化之四乙基硼化鈉保存 3 小時、未溶化四乙基硼化鈉 1 個月。甲基汞標準工作溶液 B 與起始精密度與回收率溶液當天配製。</p> <p>6、氮氣與氫氣純度是否符合規定，且是否以金汞齊管淨化去除汞？</p> <p>7、各類試劑及標準工作溶液，每次配製是否均有完整之配製紀錄可供查詢？</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> <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>
四、採樣與保存	<p>1、採樣瓶使用前是否預先洗淨，並蓋緊瓶蓋置於雙層 PE 夾鏈袋？</p> <p>2、樣品加酸種類、量、濃度是否正確？例如 1 L 樣品中添加 4 mL 12 M 低汞鹽酸，高鹽度樣品(氯離子濃度大於 500 ppm)，1 L 樣品中添加 2 mL 9 M 超純硫酸溶液？</p> <p>3、樣品分析前樣品容器是否貯藏於乾淨的 PE 袋中？</p> <p>4、若用含氟聚合物材質之採樣瓶，是否將樣品充滿採樣瓶且將瓶蓋旋緊，保存於 <math>4\pm 2^\circ\text{C}</math>，並於採樣後 48 小時內送回實驗室加酸冷藏保存？</p> <p>5、溶解量之水樣分析，是否於採樣後，先經 0.45 <math>\mu\text{m}</math> 孔徑的濾膜過濾再加酸保存？</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> <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>

# 水中甲基汞檢測方法上機術科考試評分表

檢驗室名稱：\_\_\_\_\_

NIEA-PE-W51

## 壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
五、步驟	<p>1、樣品蒸餾</p> <p>(1) 蒸餾用之蒸餾瓶及接收瓶是否用鹼性洗劑清洗，再用試劑水清洗？使用前是否酸洗，將瓶子與管子用 10%鹽酸充滿並放置於 65°C烘箱隔夜？</p> <p>(2) 是否精取已充分混合酸化之水樣於蒸餾瓶中，分別加入 20% KCl/0.2% L-Cysteine 溶液及 9 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>，每一樣品並準備一個接收瓶，並加入 15 mL 試劑水？</p> <p>(3) 蒸餾器之 N<sub>2</sub> 流量是否為 60±20 mL/min？加熱控制器溫度是否為 125±3°C？</p> <p>(4) 蒸餾瓶是否放入對應之蒸餾器中？接收瓶是否放入冰浴槽中？樣品瓶瓶蓋是否蓋緊？連接氣體管線及接收瓶管線，所有樣品連接完成後，是否將蒸餾器之蓋子蓋妥？</p> <p>(5) 當接收瓶之蒸出液到達 50 mL 標線時，是否用 pH 試紙測試 pH 值？若小於 3.5，是否增加緩衝溶液使用量，使 pH 值大於 3.5？</p> <p>(6) 完成蒸餾之樣品，是否儲存於室溫黑暗處，且於 48 小時內完成上機分析？</p> <p>2、檢量線製備</p> <p>(1) 是否先製備 4 個乙基化空白，再精取適當量之甲基汞標準工作溶液，由高濃度至低濃度序列稀釋成至少五組不同濃度溶液（不含空白），配製於試劑水中？</p> <p>(2) 校正因子是否為將各檢量線標準溶液測得的訊號減去平均之乙基化空白之訊號後與各檢量線標準溶液配製濃度做比值？</p> <p>(3) 是否確認低濃度（檢量線第 1 及第 2 點）之淨濃度（扣除乙基化空白）回收率必須在 65 至 135%範圍內，才進行樣品分析？</p> <p>(4) 檢量線製作完成是否即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品作確認？相對誤差值是否在±20%以內？</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> <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> <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> <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>

# 水中甲基汞檢測方法上機術科考試評分表

檢驗室名稱：\_\_\_\_\_

NIEA-PE-W51

## 壹、查核內容

項目	內容	查核結果
五、步驟	<p>3、乙基化及吹氣捕捉</p> <p>(1) 批次式乙基化及吹氣捕捉程序是否正確？例如捕捉管柱正確連接方向。接收瓶之樣品，倒入各反應瓶中，加入 0.4 mL 之檸檬酸緩衝溶液，再加入 0.04 mL 之 1% 四乙基硼化鈉溶液，蓋緊反應瓶及吹氣蓋，輕輕的搖動使混合均勻，反應 17 分鐘。氬氣吹氣流量 <math>200 \pm 20</math> mL/min 吹氣 17 分鐘，將甲基乙基汞蒸氣攜帶至捕捉管。將捕捉管柱於反應瓶中移除，並連接在氬氣管線上，流量同上步驟，吹氣 5 分鐘（將管柱中之水氣吹乾）。管柱在 6 小時內分析完成。</p> <p>(2) 全自動式乙基化及吹氣捕捉程序是否正確？例如將蒸餾完成之樣品移入樣品瓶中。加入適量之緩衝溶液及四乙基硼化鈉。樣品瓶以試劑水充滿。將氣泡去除。蓋上瓶蓋並檢查是否有氣泡再置於自動取樣器中。依據儀器操作說明上機分析。</p> <p>4、熱脫附</p> <p>(1) 批次式熱脫附程序是否正確？例如關閉 GC 上的氬氣氣流活塞 30 秒，使系統卸除壓力，並將先前分析之捕捉管從 GC 上移除。將樣品捕捉管由吹氣系統中取下，繼架於鎳鉻線圈中，並將之連接於分析系統中無汞的氬氣氣流及 GC 管柱中之間。打開氬氣氣流活塞並讓氣體先流 30 秒到加熱管，打開 GC 裂解管之加熱溫度控制開關，並確認裂解線圈是紅熱的（約 <math>700^{\circ}\text{C}</math>）。將纏繞於樣品捕捉管上的線圈加熱 45 秒，使捕捉管管柱中的乙基化汞物種熱脫附到 GC 管柱。打開圖形紀錄器或數據擷取系統開始收集數據。等到第三個波峰回復到基線後最少 1 分鐘分析才算完成分析。</p> <p>(2) 全自動式熱脫附程序是否當系統背景穩定後，才依儀器所設定之條件進行捕捉、熱脫附之程序，分析甲基汞含量？</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> <p><input type="checkbox"/>是 <input type="checkbox"/>否 <input type="checkbox"/>不完整 <input type="checkbox"/>不適用</p>

# 水中甲基汞檢測方法上機術科考試評分表

檢驗室名稱：\_\_\_\_\_

NIEA-PE-W51

## 壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
六、結果處理	樣品中甲基汞淨濃度、甲基汞濃度（扣除乙基化空白）、方法空白中甲基汞濃度計算是否正確？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
七、品質管制	<p>1、檢驗室在建立水中汞之分析技術及能力時，是否執行起始精密度與回收率？是否執行四重複之起始精密度與回收率溶液（0.5 ng/L）分析？平均回收率是否在 80 至 120%範圍內，相對標準偏差是否在 20%以內？</p> <p>2、是否每次執行樣品分析前重新製備檢量線？</p> <p>3、每 10 個樣品或每 12 小時分析結束時，是否以檢量線中間濃度附近的標準溶液執行 1 次檢量線查核？相對誤差值是否在±20%以內？</p> <p>4、乙基化空白樣品製備方式是否正確？每一條檢量線是否分析四個乙基化空白？高濃度樣品分析後及每批次或每 10 個樣品，是否執行乙基化空白樣品分析？分析值是否小於 2 pg？</p> <p>5、方法空白樣品製備方式是否正確？每批次分析是否至少執行 3 個方法空白樣品分析？平均分析值是否小於 0.045 ng/L？</p> <p>6、採樣瓶空白樣品製備方式是否正確？每批次清洗完或是新購採樣瓶是否抽 5%做採樣瓶空白分析？分析值是否小於 0.045 ng/L？</p> <p>7、每批次或每 10 個樣品是否至少執行一次重複樣品分析？相對差異百分比是否在 35%以內？</p> <p>8、每批次或每 20 個樣品是否至少執行一次查核樣品分析？其回收率是否在 67 至 133%範圍內？</p> <p>9、每批次或每 10 個樣品是否至少執行一次添加標準品分析？其回收率是否在 65 至 135%範圍內？</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> <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> <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>

# 水中甲基汞檢測方法上機術科考試評分表

檢驗室名稱：\_\_\_\_\_

NIEA-PE-W51

## 貳、現場評鑑評分表

查核內容	配 分	得 分
一、人員	10	
二、設備與材料	10	
三、試劑	10	
四、採樣與保存	10	
五、步驟	30	
六、結果處理	10	
七、品質管制	20	
總 分	100	

備註：1.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，本評分結果應再提送評委會審查，並經出席委員過半數同意後始得作成決議。

2.評鑑項目有部分合格及不合格時，請直接在得分欄區分不同之得分。

現場評鑑專家簽名：

日期：

# 水中甲基汞檢測方法上機術科考試評分表

檢驗室名稱：\_\_\_\_\_

NIEA-PE-W51

## 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：