

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿質譜儀 上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____ NIEA-PE-W13

術科地點：

檢測方法：NIEA W313

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-感應耦合電漿質譜儀 上機術科考試評分表

檢驗室名稱： _____ NIEA-PE-W13

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	1. 感應耦合電漿質譜儀分析訊號之解析度在 10% 波峰高度之寬度是否小於 1 amu？量測質量範圍是否涵蓋 6 amu 至 240 amu，並具同重素干擾校正及內標準校正等功能？霧化氣流量及樣品溶液導入方式是否可精確控制樣品溶液導入效率？ 2. 高純度氬氣供應裝置是否達到氬氣純度等級 99.99%？ 3. 是否具備適當之加熱板或加熱消化裝置？	<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
三、試劑	1. 試劑等級是否符合方法規定？如：試劑水：比電阻 $\geq 18 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 之超純水。試劑的等級是超純級或經確認合乎品質要求之其他等級試劑。 2. 標準儲備溶液是否自行以高純度之金屬（純度等級需達 99.99%至 99.999%）配製而得，或購買具可追溯濃度確認證明文件之市售標準儲備溶液？ 3. 多元素儲備標準溶液是否使用可追溯濃度確認證明文件之市售標準儲備溶液，或自行以標準儲備溶液配製而得？以標準儲備溶液配製前是否注意各元素間之相容性及穩定性？此溶液是否儲存於酸洗過之鐵氟龍瓶中？ 4. 當多元素儲備標準溶液超過保存期限時，是否重新配製？ 5. 空白溶液是否符合方法規定？包括檢量空白溶液、方法空白溶液（用來檢驗樣品製備過程中是否導入污染）及洗滌空白溶液（為 1% 至 2% (v/v) 的 HNO_3 溶液，主要係用於沖洗儀器系統中可能來自於前一次測定的殘留物。以直測方式（即樣品不經消化程序）測定汞元素時，洗滌空白溶液應含有 $100 \mu\text{g/L}$ 之金）。	<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 <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-感應耦合電漿質譜儀 上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____

NIEA-PE-W13

壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
三、試劑	<p>6. 選用之內標準元素的質量數是否適當（原則上選用分析元素同位素之質量數±50 amu 內）？內標準溶液是否自行以標準儲備溶液配製，或購買具可追溯濃度確認證明文件之市售標準溶液？</p> <p>7. 以直測方式測定汞，是否添加足夠金元素於內標準溶液中，以使空白溶液、檢量線標準溶液及樣品於添加內標準溶液後，含有 100 µg/L 之金？</p> <p>8. 質譜儀調校溶液是否含有足以涵蓋全質譜範圍之元素離子（如 10 µg/L 之 Li、Co、In 和 Tl）？</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. 執行檢測前是否事先確認樣品保存條件？如：對於可回收總量之水樣分析，採樣後水樣不經過濾，應立即添加硝酸使水樣之 pH 值 ≤ 2；對於溶解量之水樣分析，則需於採樣後，先經 0.45 µm 孔徑的濾膜過濾，再以硝酸酸化至 pH 值 ≤ 2。</p> <p>2. 是否於保存期限內完成檢驗？（經酸化貯藏於 4°C±2°C 下之水樣可保存 180 天（汞元素保存時間最多為 14 天））</p> <p>3. 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><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>
五、步驟	<p>1. 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>2. 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><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-感應耦合電漿質譜儀 上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____

NIEA-PE-W13

壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
五、步 驟	<p>3. 添加酸液或消化是否於排煙櫃中操作？</p> <p>4. 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>5. 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>6. 是否依照儀器說明書調校儀器？分析樣品前儀器是否暖機 30 分鐘，且需測定質譜儀調校溶液至少 4 次以上，並確認所測定之調校溶液所含元素訊號強度之相對標準偏差$\leq 5\%$，始可進行後續樣品測定工作？</p> <p>7. 分析樣品前是否針對分析元素所涵蓋之質量數範圍進行質量校正和解析度查驗？如質量校正結果與真實值差異超過 0.1 amu 以上時，則必須依儀器使用說明書將質量校正至正確值；分析訊號的解析度在 10% 波峰高度時的寬度必須小於 0.9 amu。</p> <p>8. 是否在儀器線性範圍內，配製 1 個空白和至少 5 種適當不同濃度範圍的檢量線標準溶液？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？</p> <p>9. 是否使用內標準校正法以校正儀器訊號漂移及物理性干擾？</p> <p>10. 分析每個樣品前，是否先用洗滌空白溶液沖洗系統直到訊號降至最低（通常約 30 秒）？樣品溶液導入電漿後，是否待系統達成平衡穩定後，方可讀取訊號？</p> <p>11. 測定樣品的過程中，是否針對可能會遭遇質譜性基質干擾之元素進行檢驗是否有干擾效應之發生？測定水樣中含有高濃度銀時（0.1 mg/L 以上），是否先將水樣稀釋？</p> <p>12. 測定標準溶液或樣品，是否均針對同一標準溶液或樣品進行至少 3 重複積分，最後再以積分平均值進行計算？</p>	<p><input type="checkbox"/>是<input type="checkbox"/>否<input type="checkbox"/>不完整<input type="checkbox"/>不適用</p> <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>

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿質譜儀 上機術科考試評分表

檢驗室名稱： _____ NIEA-PE-W13

壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
五、步 驟	13. 樣品中每一內標準品濃度是否適當（建議範圍為 20 µg/L 至 200 µg/L）？樣品與檢量線標準溶液之內標準品添加方式是否一致？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
六、結 果處理	1. 水樣分析結果是否以 µg/L 或 mg/L 為表示單位？ 2. 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？ 3. 樣品經稀釋或濃縮之倍數是否加以校正？	<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
七、品 質管制	4. 是否所有品管數據皆應加以保存，以利日後參考或查閱？ 5. 是否在分析過程中監測內標準品信號強度的變化情形？內標準元素之信號強度是否落在起始檢量線空白溶液中內標準品訊號強度之 60%至 125%？ 6. 若未在上述範圍內處置方式是否適當？例如檢查檢量線空白溶液中之內標準信號，以確認儀器之檢測效能是否有明顯地漂移現象。如導致內標準品信號衰減原因不是源自儀器效能之飄移時，為降低樣品中基質濃度，可利用稀釋方式，以達到移除基質干擾之目的。 7. 檢驗室是否有確認質譜性干擾問題？一般而言，可藉由在單純酸液中添加基質元素的方式，以確認在分析真實樣品時是否會發生質譜性基質干擾的問題。 8. 當確定測定時確有質譜性干擾存在時，是否在分析結果中是否針對被干擾的元素，註明被校正之干擾信號佔所有分析信號的百分比，及校正方程式中未置入校正的干擾物種？ 9. 每次樣品分析前是否重新製作檢量線？線性相關係數（r 值）是否大於或等於 0.995？檢量線確認之相對誤差值是否在±10%以內？	<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 <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-感應耦合電漿質譜儀 上機術科考試評分表

檢驗室名稱： _____ NIEA-PE-W13

壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
七、品質管制	10. 每 10 個樣品及每批次分析結束時，是否以檢量線空白溶液和檢量線查核標準溶液進行檢量線查核？檢量線空白分析值是否小於 2 倍方法偵測極限？檢量線查核標準溶液分析結果之相對誤差值是否在±10%以內？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	11. 是否每 10 個或每批次樣品至少執行一個方法空白分析？空白分析值是否小於 2 倍方法偵測極限？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	12. 是否每 10 個或每批次樣品至少執行一個查核樣品分析？回收率是否在管制圖表可接受範圍內（80%至 120% 範圍內）？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	13. 是否每 10 個或每批次樣品至少執行一個重複樣品分析？相對差異百分比是否在管制圖表可接受範圍內（20% 以內）？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
	14. 是否每 10 個或每批次樣品至少執行一個添加樣品分析？添加回收率是否在管制圖表可接受範圍內（80%至 120% 範圍內）。若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進行分析？	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 不完整 <input type="checkbox"/> 不適用
15. 是否製作方法偵測極限（MDL）？其製作及計算方式是否正確（是否以 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	

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿質譜儀 上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____ NIEA-PE-W13

貳、現場評鑑評分表

項目	配分	得分
一、人員	10	
二、設備與器材	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。

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：

水中金屬及微量元素檢測方法-感應耦合電漿質譜儀
上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____ NIEA-PE-W13

叁、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：