

土壤及底泥中甲基汞檢測方法 - 液相萃取 / 乙基化 / 吹氣捕捉 / 冷蒸氣原子螢光光譜法

中華民國102年6月24日環署檢字第1020052964號公告

自中華民國102年9月15日生效

NIEA S341.60B

一、方法概要

以二氯甲烷萃取土壤或底泥樣品中之甲基汞，再以試劑水進行反萃取。萃取液置於密閉反應瓶中，與液態之四乙基硼化鈉（ NaBEt_4 ）進行乙基化反應，產生氣體藉由惰性氣體載送至 Tenax 或 Carbotrap 吸收管柱捕捉，再熱脫附至恆溫氣相層析儀，分離出甲基汞，最後熱裂解成汞蒸氣，由冷蒸氣原子螢光光譜儀（Cold vapor atomic fluorescence spectrometry, CVAFS）進行定量分析。

二、適用範圍

本方法適用土壤、底泥或其他類似基質中甲基汞含量之檢測，本方法之方法偵測極限約為 0.16 ng/g（註 1）。

三、干擾

- （一）殘留在水溶液中的二氯甲烷會造成回收率降低。所有二氯甲烷必須在反萃取之試劑水中蒸發完全。
- （二）鹽酸濃度會影響乙基化反應。
- （三）硝酸會造成甲基汞部份分解。
- （四）如果添加回收率偏低時，可於萃取前增加鹼性消化步驟以提高回收率。（註 2）
- （五）在樣品採集、處理及分析階段皆必須維持可能的最乾淨狀況以獲得較佳之結果。

四、設備及材料

- （一）分析天平：可精秤至 0.1 mg。
- （二）樣品萃取瓶：50 mL 或適當體積之附有鐵氟龍墊片之螺旋蓋的玻璃離心管。
- （三）反萃取瓶：60 mL 含氟的聚合物（Fluoropolymer，如：PTFE、PFA 或 FLPE 等）或是玻璃材質，並附含氟聚合物之瓶蓋（註 3）。清洗步驟請參考（NIEA W540 方法）。

- (四) 巴斯德吸管：可丟棄式吸管。
- (五) 加熱器：可維持、調整溫度至 100 200 。
- (六) 震盪器：用以混合樣品萃取液。
- (七) 沸石：鐵氟龍或其他材質。
- (八) 冷蒸氣原子螢光光譜儀 (CVAFS) 或同類型儀器：設備包含下列各項裝置，組裝架構圖如圖一及圖二。
1. 低壓 4 W 汞蒸氣燈。
 2. 遠紫外光石英螢光樣品偵測槽：12 mm × 12 mm × 45 mm，具 10 mm 光徑長度 (Path length) (NSG Cells 或同等級)。
 3. 紫外-可見光光電倍增管 (PMT)：使用 253.7 nm 之干涉濾光片以隔絕外界光線 (Oriel Corp., Stamford, CT 或同等級)。
 4. 光度計及光電倍增管電源供應器 (Oriel Corp. 或同等級)，以轉換光電倍增管輸出訊號。
 5. 黑色電鍍鋁之光學基座：使螢光槽、光電倍增管與光源維持成一直角，並提供入射光與螢光光束的準直 (Collimation) (Frontier Geosciences Inc., Seattle, WA 或同等級)。
 6. 流量計：具針閥 (Needle valve) 能控制載流氣體流量為 30 60 mL/min。
- (九) 吹氣系統(Purging system)：
1. 手動批次式吹氣系統：
 - (1) 具針閥之流量計：可控制並偵測到達吹氣槽 (Purge vessel) 之氣體流速至 350 ± 50 mL/min。
 - (2) 含氟的聚合物材質之接頭配件：外徑 6.4 mm 含氟聚合物材質管和含氟聚合物接頭或螺紋管接頭連接裝置與管柱，外徑 3.2 mm 含氟聚合物管連接裝置和裝置間會較有彈性。
 - (3) 冷蒸氣氣泡產生器 (Bubbler)：(如圖三 a 之氣泡產生器) 200 mL 之硼矽酸鹽玻璃容器 (15cm 高內徑 5cm)，頸部磨砂口為 24/40，氣體導入管出口處約距瓶底 0.2 cm。直形玻璃管式，末端有多孔性燒結玻璃頭，用來產生氣泡。
 2. 自動批次式吹氣系統 (如圖一)，或具相同功能之裝置。

(十) 恆溫氣相層析 (Isothermal GC) 系統：

1. 冷蒸氣原子螢光光譜儀 (CVAFS) 偵測系統中氣相層析 (GC) 介面 (如圖二裝置)。
2. 捕捉管：Tenax 或 Carbotrap[®] 捕捉管，長 10 cm × 外徑 0.65 cm × 內徑 0.4 cm 之石英管，管內填充 3.4 cm 30/45 網目的 Tenax 或 Carbotrap[®] 的石墨碳砂吸收劑，末端以玻璃棉塞上。
管柱使用 6.5 mm 含氟的聚合物材質之接頭配件連接系統，當管柱不用時則使用含氟的聚合物材質之塞子封住以避免污染。
3. 捕捉管加熱裝置：鎳鉻線圈 (線規 24、長度 75 cm) 在電壓為 16–20 伏特，可加熱到 450 至 500 維持 45 秒，以脫附捕捉管中之乙基化汞物種。
4. 碼錶或計時器：可控制加熱及脫附時間，可讀至秒。
5. 恆溫氣相層析儀 (GC)：主要包含兩個部份，一為填充式氣相層析管柱，一為恆溫箱。(詳見 NIEA W540 水中甲基汞檢測方法)。
6. 裂解管柱 (Pyrolytic column)：連接於 GC 加熱器及冷蒸氣原子螢光光譜儀，將有機汞裂解成為元素汞。
 - (1) 管柱：長 20 cm 石英管，中間填充 10 cm 之石英棉
 - (2) 管柱溫度控制：可加熱至約 700 ，由 1 m 長 22 號鎳鉻線圈緊緊環繞包裹著管柱，由 0–120 伏特電能自動轉換成熱能可由視覺觀察溫度變化。

(十一) 記錄器：與冷蒸氣原子螢光光譜儀相容之多範圍可變速之記錄器，或是其它相容之資料收集裝置。

五、試劑

試劑中若含有不純物會嚴重影響分析結果之準確性及精密度，因此在本方法中使用的各種試劑，均為分析級以上或經確認合乎品質要求的其他等級試劑。

- (一) 試劑水：比電阻 18 MΩ-cm 之純水。
- (二) 低汞含量濃鹽酸或超純濃鹽酸：汞濃度小於 5 pg / mL。
- (三) 低汞含量濃硫酸或超純濃硫酸：汞濃度小於 5 pg / mL。
- (四) 溴化鉀/硫酸萃取溶液 (18%KBr/5%H₂SO₄)：溶解 18 g 試藥級溴

化鉀於適量試劑水，於 100 mL 定量瓶中，緩慢加入 5 mL 濃硫酸，以試劑水定量至標線。加 0.02 g 鹽酸羥胺 ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) 穩定試劑，以 PFA 瓶或玻璃瓶保存於冰箱中冷藏，須每月配製。

- (五) 硫酸銅溶液，1 M：溶解 24.97 g 試藥級硫酸銅 ($\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，於 100 mL 定量瓶中，以試劑水定量至標線，保存於 PFA 瓶中。
- (六) 二氯甲烷：HPLC 級。
- (七) 冰醋酸：試藥級。
- (八) 檸檬酸緩衝溶液 (Citrate buffer)：溶解 107.9 g 檸檬酸 (Citric acid monohydrate) 及 146.79 g 檸檬酸鈉 (Sodium citrate) 於 1000 mL 定量瓶，以約 500 mL 試劑水溶解後，再定量至標線，以 PFA 瓶保存。
- (九) 硫酸溶液，約 9 M：將 100 mL 超純級濃硫酸緩慢地加入 100 mL 試劑水中，以 PFA 瓶保存。
- (十) 氫氧化鉀溶液，2%：溶解 2.0 g 氫氧化鉀於 100 mL 試劑水中，需保存於冰箱中。
- (十一) 四乙基硼化鈉 (Sodium tetraethyl borate, NaBEt_4) 溶液，1.0%：於抽風櫃中溶解 1.0 g 四乙基硼化鈉 (需冷凍儲存) 於 100 mL 的 2% KOH 溶液中，將此溶液分裝於 7.0 mL 鐵氟龍 (TEFLON) 材質或玻璃瓶中並將蓋子蓋緊，置於冷凍庫中，使用前再取出融化。此試劑融化後只能保存三小時，未融化可保存一個月。(註 4)
- (十二) 甲基汞儲備溶液，1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ：使用市售經確認之氯化甲基汞 (CH_3HgCl) 標準溶液或氫氧化甲基汞 (CH_3HgOH) 標準溶液， 4 ± 2 保存。
- (十三) 甲基汞標準工作溶液 A：以試劑水續列稀釋甲基汞儲備溶液製備成 1.0 ng/mL 之標準溶液。此標準溶液若含有 0.5% 冰醋酸及 0.2% (v/v) 鹽酸溶液，且保存於鐵氟龍 (Teflon) 材質瓶中， 4 ± 2 保存則可保存一個月。
- (十四) 甲基汞標準工作溶液 B：以試劑水序列稀釋甲基汞儲備溶液或甲基汞標準工作溶液 A 製備成 0.1 ng/mL 之標準溶液。此標準溶液須當天配製。
- (十五) 起始精密度與回收率 (Initial precision and recovery, IPR) 溶液：以試劑水連續稀釋甲基汞標準工作溶液 B 製備成 0.5 ng/L 之

標準溶液。此標準溶液須當天配製。

(十六) 氮氣：純度 99.995% 以上，需另外再以金汞齊管淨化去除汞。

(十七) 氫氣：純度 99.999% 以上，需另外再以金汞齊管淨化去除汞。

六、採樣與保存

(一) 採樣請依據土壤採樣方法 (NIEA S102) 或底泥採樣方法 (NIEA S104) 之規定，本方法所用之採樣瓶之材質以含氟聚合物為主，且於使用前應預先洗淨，置於雙層 PE 夾鏈袋中攜至採樣現場，以防止大氣中的汞擴散至瓶中。

(二) 保存：

1. 土壤樣品之採樣與保存依據「土壤採樣方法 (NIEA S102)」採集具有代表性之土壤樣品，貯存於塑膠或玻璃瓶中密封以備分析，未分析前應保存於 -15 以下。
2. 玻璃樣品瓶與瓶蓋的墊片使用前需先以清潔劑及自來水清洗，繼以試劑水沖洗，再放入 100 以下的烘箱內烘乾 1 小時 (註 5)。

七、步驟

(一) 樣品前處理

樣品在分析前，不應作任何處理以免擾動樣品造成分析誤差。

1. 稱取樣品 (註 6) 約 0.5 g 至 1.0 g (精秤至 1 mg) (W_s)，置於樣品萃取瓶中。
2. 分別加入 5 mL 溴化鉀/硫酸萃取溶液及 1 mL 硫酸銅溶液於樣品萃取瓶中，蓋緊瓶蓋於室溫下靜置 1 小時。
3. 再加入 10.0 mL 二氯甲烷，將萃取瓶靜置於室溫下 1 小時。
4. 置於震盪器劇烈震盪 1 小時後，將萃取瓶置於離心機 (轉速 2000~3000 rpm) 離心 15 分鐘。
5. 另取乾淨的反萃取瓶，加入 40.0 mL 或適量試劑水，並加入一些沸石。
6. 將萃取瓶或(離心管)底層之二氯甲烷，以移液管小心取出 2 mL 二氯甲烷，加入於反萃取瓶之試劑水中。
7. 蓋上綾紋錶玻璃，置於 60 加熱板上加熱 4 小時以上 (必須確保二氯甲烷完全蒸發)，冷卻後定量並記錄體積 (註 7)。

8. 完成萃取之樣品，必須儲存於室溫黑暗處，且必須於 48 小時內完成上機分析。

(二) 檢量線製作

1. 先製備 4 個乙基化空白，在反應瓶中加入 50 mL 或適量試劑水，繼續依七(三)之步驟進行處理。
2. 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 0.4% 鹽酸溶液中。檢量線濃度範圍視樣品濃度而定。檢量線標準溶液製備完成後，繼續依七(三)之步驟進行處理。
3. 將各檢量線標準溶液測得的訊號 (R_s) 減去平均之乙基化空白之訊號 ($\overline{R_{EB}}$) 後與各檢量線標準溶液配製濃度 (C_s) 的比值稱為校正因子 (Calibration factor, CF), 其公式如下：

$$CF = \frac{R_s - \overline{R_{EB}}}{C_s}$$

4. 計算平均校正因子 (\overline{CF}), 再計算校正因子之標準偏差 CF (SD), 及校正因子之相對標準偏差 (%RSD) 其 (%RSD=100%×SD/ \overline{CF}) 若校正因子之相對標準偏差小於 15%, 則可假設檢量線為通過原點之直線, 而以平均校正因子作定量分析。
5. 低濃度(檢量線第 1 及第 2 點)之淨濃度(扣除乙基化空白)回收百分率必須在 65 ~ 135% 範圍內, 才可進行樣品分析樣品。
6. 檢量線製作完成應以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認, 其相對誤差值應在 ± 20% 以內。

(三) 乙基化及吹氣捕捉

1. 批次式吹氣系統

- (1)於吹氣裝置接一新處理完的(註 8) Tenax 或 Carbotrap[®] 捕捉管柱(樣品捕捉管), 將萃取後之樣品, 取 40.0 mL 或適量體積 (V_a), 倒入各反應瓶中, 加入 0.4 mL 或適量之檸檬酸緩衝溶液, 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。
- (2)樣品在反應瓶中反應 17 分鐘。此時樣品中之甲基汞反應轉變成氣態的甲基乙基汞。

- (3)接上吹氣裝置，以流量 200 ± 20 mL/min 氮氣吹氣 17 分鐘。將甲基乙基汞蒸氣攜帶至 Tenax 或 Carbotrap[®] 捕捉管。
 - (4)將捕捉管柱於反應瓶中移除，並連接在氮氣管線上，流量同上步驟，吹氣 5 分鐘（將管柱中之水氣吹乾）。
 - (5)此時管柱可上機分析。管柱必須在 6 小時內分析完成。
- 註：須注意管柱連接方向請（參圖三）。

2. 全自動式吹氣系統

- (1)將萃取後之樣品，取 40.0 mL 或適量體積 (V_a) 移入樣品瓶中，加入適量之緩衝溶液及四乙基硼化鈉，將樣品瓶以試劑水充滿，將氣泡去除後，蓋上瓶蓋並檢查是否有氣泡，置於自動取樣器中。
- (2)依據儀器操作說明上機分析。

（四）熱脫附

1. 批次式吹氣系統

- (1)關閉 GC 上的氫氣氣流活塞 30 秒，使系統卸除壓力，並將先前分析之捕捉管從 GC 上移除。
- (2)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氫氣氣流及 GC 管柱中間，如（圖二）所示。
- (3)打開氫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 700 ）。
- (4)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。
- (5)打開圖形紀錄器或數據擷取系統開始收集數據。
- (6)三個波峰將出現於分析中。第一個波峰（約 1 分鐘）是汞元素 (Hg^0)，第二個波峰（約 2.5 分鐘）是甲基乙基汞，第三個波峰（約 4 分鐘）是二乙基汞 (Hg^{2+}) 乙基化的產物，必須等到第三個波峰回復到基線後至少 1 分鐘分析才算完成。

(7)取下樣品捕捉管並重複步驟(四)1.(1)分析下一個樣品。

2. 全自動式吹氣系統：

當系統背景穩定後，即可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。

八、結果處理

(一) 萃出液中甲基汞濃度

依下式計算萃出液中甲基汞濃度

$$\{ \text{CH}_3\text{Hg} \}_{\text{net}} = \{ \text{CH}_3\text{Hg} \}_{\text{sample}} - \{ \text{CH}_3\text{Hg} \}_{\text{MB}}$$

$$\{ \text{CH}_3\text{Hg} \}_{\text{net}} = \text{萃出液中甲基汞淨濃度}(\text{ng/L})$$

$$\{ \text{CH}_3\text{Hg} \}_{\text{sample}} = \text{萃出液中甲基汞濃度 (扣除乙基化空白) 濃度 (ng/L)}$$

$$\{ \text{CH}_3\text{Hg} \}_{\text{MB}} = \text{方法空白中甲基汞濃度 (ng/L)}$$

$$\{ \text{CH}_3\text{Hg} \}_{\text{sample}} (\text{ng/L}) = \frac{R_s - R_{EB}}{\overline{CF} \times V}$$

R_s = 樣品之訊號值

R_{EB} = 乙基化空白之平均訊號值

\overline{CF} = 檢量線平均校正因子

V = 樣品體積 (L)

$$\{ \text{CH}_3\text{Hg} \}_{\text{MB}} (\text{ng/L}) = \frac{R_{MB} - R_{EB}}{\overline{CF} \times V_{MB}}$$

R_{MB} = 方法空白之平均訊號值

R_{EB} = 乙基化空白之平均訊號值

\overline{CF} = 檢量線平均校正因子

V_{MB} = 方法空白之體積 (L)

(二) 土壤或底泥中甲基汞濃度

1. 濕樣品之計算式：

$$\text{土壤或底泥中甲基汞濃度 (ng/g)} = \frac{(\text{CH}_3\text{Hg}_{\text{net}} \times V_s \times 5 \times 1000)}{(V_a \times W_s)}$$

$\text{CH}_3\text{Hg}_{\text{net}}$ = 萃出液中甲基汞濃度 (ng / L)

V_a = 萃出液上機之體積 (mL)

V_s = 萃出液最終之體積 (mL)

W_s = 樣品取樣量 (g)

5 = 為 10 mL 之二氯甲烷取 2 mL 的萃取分樣係數。

2. 乾樣品之計算式：

$$\text{土壤或底泥中甲基汞濃度 (ng / g)} = \left(\text{CH}_3\text{Hg}_{\text{net}} \times V_s \times 5 \times 1000 \right) / \left(V_a \times W_{\text{dry}} \right) \text{ (註 9)}$$

$$W_{\text{dry}} = W_s \times \left(100 / (100 + W_{\text{H}_2\text{O}}) \right)$$

$$W_{\text{H}_2\text{O}} = \text{乾重量為基礎之水分含量百分比 (m/m\%)} \text{ (註 9)}$$

九、品質管制

- (一) 檢量線：每次執行樣品分析前應重新製作檢量線。
- (二) 檢量線查核：以 20 個樣品數為一個分析批次，不足 20 個樣品則仍以一個批次計或每 12 小時分析結束時，應執行一次檢量線查核，以檢量線中間濃度附近的標準溶液進行，其相對誤差值應在 $\pm 20\%$ 以內。
- (三) 乙基化空白分析：在反應瓶中加入 50 mL 試劑水及 0.4 mL 醋酸緩衝溶液及 1% 四乙基硼化鈉溶液。每一條檢量線必須分析四個乙基化空白，高濃度樣品分析後及每批次或每 20 個樣品，應執行乙基化空白樣品分析，以查核是否受到污染。其分析值必須小於 2 pg。
- (四) 方法空白分析：將不含甲基汞之空白土當成樣品與樣品同時分析。每批次或每 20 個樣品至少執行一次方法空白分析，每次至少執行 3 個方法空白樣品分析，其平均分析值應小於 0.08 ng/g，以檢查系統是否遭受污染。
- (五) 重複樣品分析：每批次或每 20 個樣品至少執行一次重複樣品分析，其相對差異百分比應在 35% 以內。
- (六) 查核樣品分析：每批次或每 40 個樣品至少執行一次查核樣品分析 (參考標準樣品至少為 CRM 等級)，以檢核實驗室執行本方法的準確度。其回收率應在 60 130% 範圍內。

(七) 添加樣品分析：每批次或每 20 個樣品至少執行一次添加樣品分析，其回收率應在 60 – 130% 範圍內。

十、精密度與準確度

單一實驗室對本方法之精密度與準確度檢測，分別進行、認證參考物質分析、及土壤底泥樣品品保分析結果如下：

(一) 認證參考物質 (CRM)：土壤甲基汞之認證參考物質為 ERM-CC580 分析結果 (詳見表一)。

(二) 歷年土壤及底泥樣品品管樣品分析結果 (詳見表二)。

十一、參考資料

(一) U.S.EPA, Methyl Mercury in Water by Distillation, Aqueous Ethylation, Purge and Trap, and Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry. Method 1630, 2001.

(二) U.S.EPA, Sampling Ambient Water for Trace Metals at EPA Water Quality Criteria Levels. Method 1669, 1996.

(三) BRL Procedure for EPA Method 1630, SOP-BR-0011, 2005.

(四) John F. DeWild, Shane D. Olund, Mark L. Olson, and Michael T. Tate, Methods for the Preparation and Analysis of Solids and Suspended Solids for Methylmercury, Techniques and Methods 5 A-7, USGS, 2004.

(五) 行政院環境保護署，水中甲基汞檢測方法 - 蒸餾/液相乙基化/吹氣捕捉/冷蒸氣原子螢光光譜法 NIEAW540.50B，中華民國 98 年。

(六) 行政院環境保護署環境檢驗所，環境基質中甲基汞檢測技術研究，環境調查研究年報第十六期，中華民國 98 年。

(七) 行政院環境保護署環境檢驗所，香山、鹿港溪、二仁溪養殖河口底泥生物體汞含量調查，環境調查研究年報十七期，中華民國 99 年。

註 1：方法偵測極限，會因樣品取用量之不同而有所差異。

註 2：鹼性消化：樣品取 0.5g，以 25% KOH/甲醇溶液在 70 – 80 °C 下加熱 2 – 4 小時，冷卻後以甲醇定量至 10 mL。

註 3：PTFE：Polytetrafluoroethylene，PFA：Perfluoroalkoxy，FLPE：Fluorinated high-density polyethylene。

- 註 4：四乙基硼化鈉為劇毒物，會釋放出有毒氣體三乙基硼（Triethylboron）且會有自燃的危險。取用此試劑時，開關要越快越好，瓶蓋須蓋緊。須於抽氣櫃內將廢液及空瓶，置於 1N 鹽酸之大燒杯內，三乙基硼（Triethylboron）最後會氧化成無毒的硼酸，逸散至空氣中，燒杯中鹽酸可沸騰減量至 1/2 量，後依一般重金屬廢液處理原則處理。
- 註 5：瓶蓋墊片不宜加熱過久，以不超過 100 為宜。如加熱 105 超過 1 小時，矽烷會開始劣化。
- 註 6：乾燥土壤樣品，應依照「土壤及底泥水分含量測定方法－重量法（NIEA S280）」測定土壤中水分含量 $w_{H_2O}(\% (m/m))$ 。
- 註 7：使用加熱器時必須將溫度控制在 60 至 70 不使其沸騰，加熱板必須保持垂直，完全沒入溶液中並且跟容器壁保持距離，以避免容器熔化或燃燒。
- 註 8：捕捉管柱每次使用前，必須空燒 30 秒後方可使用。
- 註 9：已預處理風乾樣品重量 (x)，可依下列公式轉換為烘乾樣品重量 (y)：
- $$y = x \times \frac{100}{(100 + w_{H_2O})}$$
- 註 10：本檢測方法產生之廢液，依有機鹵素類溶劑（含氯有機溶劑）廢液處理。
- 註 11：汞及其化合物具有高度的毒性，會經由吸入、吞食及皮膚接觸吸收進入體內，故實驗室人員在取用含有汞之標準品時，須配戴口罩及手套，並於抽氣櫃中作業。
- 註 12：本方法所使用部分試劑具有毒性，對人體健康有害，故應儘量可能曝露於最低之濃度，實驗室應有勞工主管機關對於各化合物之安全操作規定，並將有關資料分送實驗操作人員遵守之。

表一 認證參考物質測定之準確度與精密度

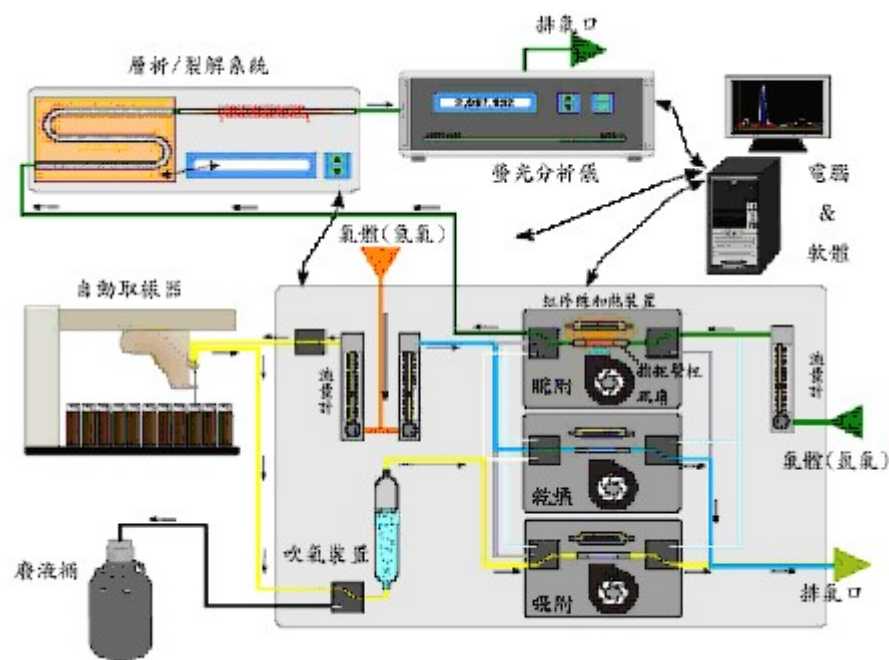
認證參考物質名稱	確 認 值 (mg/kg)	實 測 值 (mg/kg)	準 確 度 (%)	精 密 度 RSD (%)	測 定 次 數
ERM-CC580*	0.075±0.004	0.072±0.013	95.2±20	18	15

* Sediment Certified Reference Materials for Total and Methyl mercury, Institute for National Measurement Standards, National Research Council of Canada

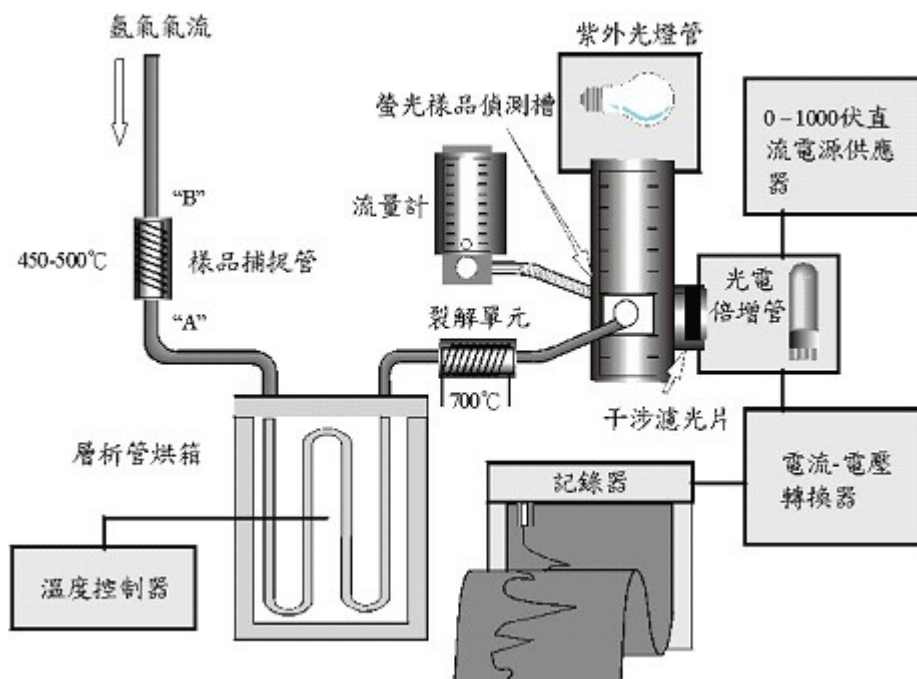
表二 歷年土壤及底泥樣品品管樣品分析結果

年度	查核樣品分析 回收率(%)	重複樣品分析 相對差異百分比(%)	添加樣品分析 回收率(%)
97	82.0~111(95.2)	3.80~12.3(8.90)	72.5~108.0(85.5)
98	76.5~96.8(87.3)	1.20~20.9(12.49)	77.8~100.5(89.1)
99	76.5~93.5(86.9)	6.65~18.3(12.6)	76.7~98.5(90.5)

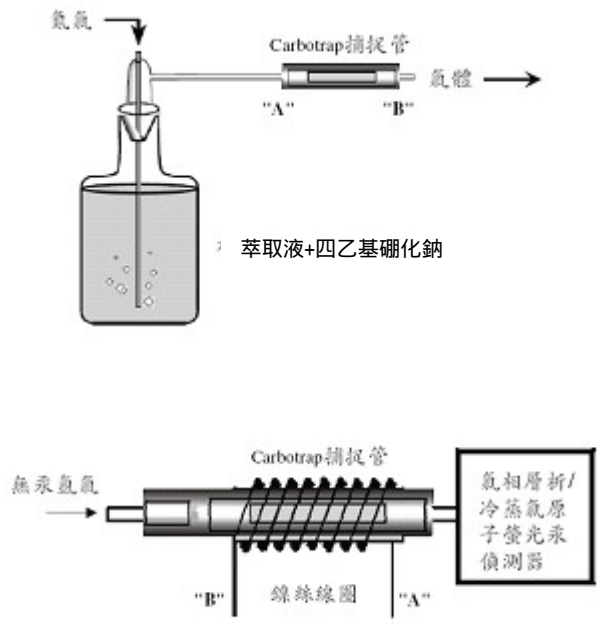
*資料來源：行政院環境保護署環境檢驗所，括符內為平均值。



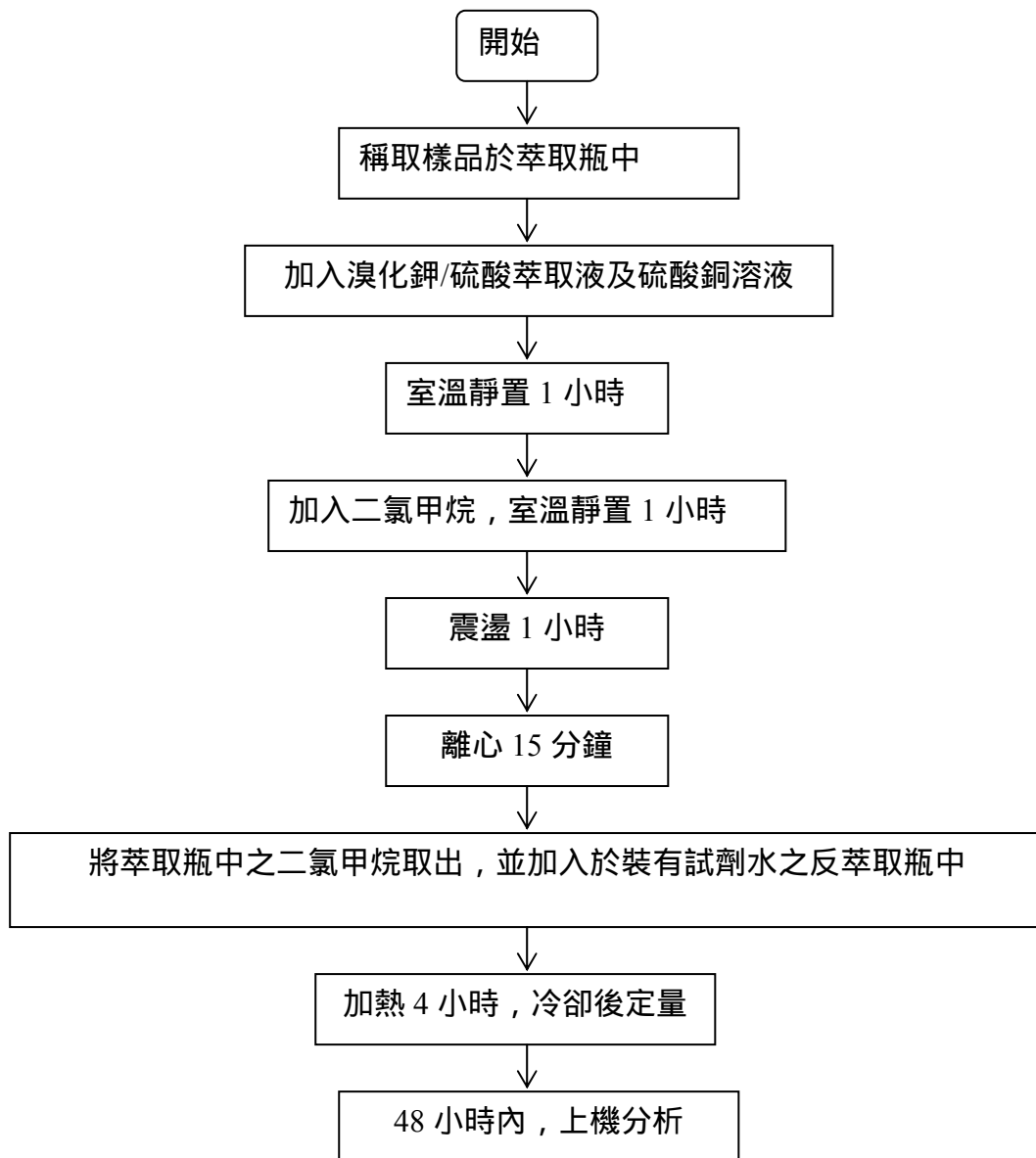
圖一 自動式進樣批次式冷蒸氣原子螢光光譜儀系統



圖二 批次式冷蒸氣原子螢光光譜儀與恆溫氣相層析儀及裂解界面示意圖



圖三 批次式吹氣系統示意圖



圖四 土壤及底泥中甲基汞檢測方法流程圖