

土壤及底泥檢測類重金屬上機術科考試評分表

檢驗室名稱： _____ NIEA-PE-SL01

術科地點：

檢測方法：

- NIEA S310 NIEA S301 / M104 NIEA S301 / M105 NIEA S301 / M111
NIEA S301 / M113 NIEA S301 / M317 NIEA S321 / M104 NIEA S321 / M105
NIEA S321 / M111 NIEA S321 / M113 NIEA S321 / M317 NIEA M301 / M104
NIEA M301 / M105 NIEA M301 / M111 NIEA M301 / M113 NIEA M301 / M317
NIEA M317 NIEA M318

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。

土壤及底泥檢測類重金屬上機術科考試評分表

檢驗室名稱： _____ NIEA-PE-SL01

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、器材	<p>1. 是否執行方法空白分析以確認溶劑、試劑、玻璃器皿及其他樣品處理過程中所用的器皿分析造成誤差及/或干擾？</p> <p>2. 設備及器具之樣式、材質及組裝方式是否符合規定？包括前處理及上機程序所需之設備，如：研磨器（瑪瑙、氧化鋯或其他不干擾分析的材質製成，可將乾燥樣品研磨至小於方法規定之粒徑）、標準篩網、烘箱（自動控溫、附排氣設備）、天平、（冷凍）乾燥器、蒸發皿或稱量瓶、pH 計、冰箱、冷凝管（迴流設備）、水浴槽（恆溫槽）、微波消化裝置、加熱裝置（如：加熱板）、水平振盪器、過濾設備、濾紙（Whatman No.40 或同級品）、離心設備、分析儀器（如：原子吸收光譜儀（AA）包括依方法規定之各種金屬燈管、燃燒頭、單色光鏡、光電偵檢器、氫化物發生器裝置、汞冷蒸氣產生器或熱分解汞齊器、ICP-OES、ICP-MS...）等。</p> <p>3. 檢驗室是否具有足夠之樣品前處理（乾燥、研磨、過篩）、上機空間及抽風設備（裝設於前處理區、產生污染區及分析儀器排氣口處）等，而不會造成樣品間的交互污染？</p> <p>4. 設備器材之容量是否足夠處理一個批次以上之樣品？</p> <p>5. 分析儀器是否符合檢測方法規定，並具有適當解決或克服各種干擾之能力？</p> <p>6. 儀器設備是否排定校正週期，並據以執行留有紀錄可查？</p> <p>7. 儀器設備之校正方式、校正參考品等是否符合規定？</p> <p>8. 儀器狀況及操作條件是否符合分析之需求？</p> <p>9. 儀器設備是否填寫使用紀錄及維修紀錄？</p>	<p><input type="checkbox"/>是 <input type="checkbox"/>否 <input type="checkbox"/>不完整 <input type="checkbox"/>不適用</p>

土壤及底泥檢測類重金屬上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____

NIEA-PE-SL01

壹、查核內容

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，除非另有說明外，必須是分析級試藥或方法指定之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑有足夠高的純度（汞檢測之高錳酸鉀溶液須為低汞。一般測金屬使用之濃硫酸、鹽酸或硝酸是否有不純物含量分析標示，且方法空白所含欲分析成分須小於方法偵測極限或 2 倍方法偵測極限（依方法規定）等）。</p> <p>2. 試劑水規格是否符合規定？</p> <p>3. 試劑或溶液配製是否正確或使用前配製？如：測汞、砷之還原劑、汞標準溶液。</p> <p>4. 儲備標準溶液、中間標準溶液等，其來源是否可追溯？或依檢測方法配製時，是否有完整之配製紀錄可供查詢？另當以感應耦合電漿原子發射光譜法執行檢測時，於混合標準溶液製備之前，是否對每一儲備溶液進行分析，以釐清可能光譜的干擾或不純物的存在；並須確認這些元素在混合溶液中可相容且可穩定的存在？</p> <p>5. 配製完成之溶液是否均有適當之標示（包含溶液名稱、配製日期、使用期限、儲存方式等）？</p> <p>6. 試劑保存期限是否符合方法規定？</p> <p>7. 各類試劑是否依規定配製及適當之儲存，且未超過保存期限？</p>	<p><input type="checkbox"/>是<input type="checkbox"/>否<input type="checkbox"/>不完整<input type="checkbox"/>不適用</p>
四、前處理程序	<p>1. 人員是否依規定著戴實驗安全裝備？如：實驗衣、手套、護目鏡...等。執行檢測前應事先確認樣品保存條件（例如：是否須加酸、4°C 保存、樣品液位等），樣品保存期限是否符合檢測方法規定。</p>	<p><input type="checkbox"/>是<input type="checkbox"/>否<input type="checkbox"/>不完整<input type="checkbox"/>不適用</p>

土壤及底泥檢測類重金屬上機術科考試評分表

檢驗室名稱： _____ NIEA-PE-SL01

壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
四、前處理程序	<p>2.各式材質樣品瓶或容器等之清洗程序是否如以下原則？</p> <p>◎ 清潔劑→自來水洗滌→1:1 硝酸淋洗→自來水沖洗→ 1:1 鹽酸淋洗→自來水沖洗→試劑水洗淨，或以 NIEA-PA106 等其他規定之適當程序清洗。</p> <p>◎ 不得用鉻酸清洗玻璃器皿及塑膠瓶等，特別是需分析樣品中的鉻時。若使用市售非鉻清潔劑，作為鉻酸清潔劑的替代品，其清潔成效必須有符合分析品質管制需求的書面證明。</p> <p>3.土壤樣品預處理方式是否適當？如：除依照「土壤採樣方法 (NIEA S102)」外，亦可參考「土壤檢測方法總則 (NIEA S103)」，使樣品全部通過 2 mm (10 mesh) 標準篩，再充分混合均勻裝入樣品瓶中。</p> <p>4.底泥樣品之預處理方式是否適當？如將樣品放置於乾淨器皿中，以自然風乾(約需 7 至 10 天)、$30 \pm 4^{\circ}\text{C}$ 之烘箱烘乾或冷凍乾燥等方式乾燥。乾燥過程視需要偶而將團粒剝散，以免底泥因脫水而緊密膠結。乾燥完成後，以木鎚打碎，使其全部通過 2 mm (10 mesh) 標準篩，再充分混合均勻裝入樣品瓶中。</p> <p>5.已預處理風乾土壤及底泥樣品水分含量測定：</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 是否取乾淨稱量瓶及瓶蓋置於烘箱內，以 $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 乾燥 1 小時，然後蓋上蓋子（乾燥過程稱量瓶瓶蓋不可緊閉）移至乾燥器內冷卻至少 45 分鐘，測定加蓋稱量瓶的重量，精稱至 10 mg。稱取 10 至 15 g 樣品置入稱量瓶中，精稱內含已預處理風乾樣品之加蓋稱量瓶重量，精稱至 10 mg？ 	<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>

土壤及底泥檢測類重金屬上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____

NIEA-PE-SL01

壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
四、前處理程序	<ul style="list-style-type: none"> ● 是否將樣品、稱量瓶及瓶蓋放入烘箱中，以 105°C ± 5°C 乾燥至恆重（烘乾過程中，間隔 4 小時加熱時間，前後兩次之重量差須不超過最後一次稱重之 0.1%(m/m)）？ ● 是否將稱量瓶加蓋後移至乾燥器中冷卻至少 45 分鐘？取出稱量瓶後，是否立即精稱內含乾燥後樣品之加蓋稱量瓶重量，精稱至 10 mg？ <p>6. 田間含水土壤樣品水分含量測定：</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 是否將土壤置於不吸水分的乾淨表面，加以混合？是否以篩網去除大於 2 mm 直徑的石礫、樹枝等？ ● 除稱取 30 至 40 g 土壤外，後續程序是否同已預處理風乾土壤及底泥樣品水分含量測定？ <p>7. 土壤、底泥樣品為使其均勻化，增加表面積及提高反應效率，是否研磨樣品使通過方法規定粒徑之篩網？</p> <p>8. 樣品前處理消化步驟：</p> <ul style="list-style-type: none"> ◎ 樣品秤重程序是否恰當？ ◎ 是否依方法適用性及樣品基質干擾程度，加適當的酸及體積，如：測鎘...等，若樣品含有機質或遭受油污染，應先測有機碳含量，並依其含量（以每 0.1g 有機碳需 1 mL 硝酸的量）增加酸量（另加酸量應 < 10 mL）。有機碳測定方法是否恰當？ ◎ 消化添加順序及時間是否適當？如：王水消化：應依比例緩慢或逐滴加入濃鹽酸後，續加濃硝酸；測砷時反覆加過氧化氫，以分解有機質等。 	<p>□是□否□不完整□不適用</p> <p>□是□否□不完整□不適用</p> <p>□是□否□不完整□不適用</p> <p>□是□否□不完整□不適用</p> <p>□是□否□不完整□不適用</p> <p>□是□否□不完整□不適用</p> <p>□是□否□不完整□不適用</p> <p>是□□否□不完整□不適用</p>

土壤及底泥檢測類重金屬上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____

NIEA-PE-SL01

壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
四、前處理程序	<p>◎ 消化後靜置程序是否符合規定？（測鎘等：室溫下靜置 16 小時。測砷：以鹽酸萃取後，室溫下靜置 24 小時，使固液相達平衡，另萃取完加 NaI 溶液或依儀器操作說明，如：添加 KI 溶液後，靜置 10 分鐘，再加維他命 C，再靜置 1 小時，使砷還原為三價砷。</p> <p>◎ 加熱迴流操作是否適當？（沸騰狀態下約 2 小時，加熱程度應保持迴流區域在冷凝管高度 1/3 以下）</p> <p>◎ 樣品是否消化完全之判定？</p> <p>◎ 是否了解基質干擾問題之排除？（測汞時加入高錳酸鉀，可去除硫化物及氯產生的干擾...等）</p> <p>◎ 微波消化部分：</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 是否取適量已依方法規定均勻化之樣品（如土壤樣品 0.5 g ~ 1 g、底泥或污泥樣品不大於 0.5 g、油或油污染之樣品不超過 0.25 g），精稱至 1 mg，置於消化瓶中。 ● 裝置是否符方法規定？如：應有程式化功率設定之功能，可精確至±12W。內腔必須具耐腐蝕及良好的排氣效果。所有電子元件需有防腐蝕保護。必須使用旋轉盤（轉速>3 rpm）。具有壓力監測及洩壓閥之裝置。且最好具有溫度回饋控制系統，而溫度感測器之準確性必須在 ±2°C 誤差範圍內（溫度準確範圍需至 170 ±5°C），且能感測到溫度在±2.5°C 範圍內之變化，在感測後之 2 秒內自動調整微波輸出功率。 <p>◎ 前處理消化等，是否於排煙櫃內進行、排煙櫃風速是否足夠？</p> <p>◎ 消化液之收集、過濾及定容程序是否適當？如：測鎘等，應待不溶物沈降後，取上澄液分析，否則藉過濾（注意：過濾設備、濾紙材質及孔隙、加壓過濾程序）、離心等方法移除。</p>	<p><input type="checkbox"/>是<input type="checkbox"/>否<input type="checkbox"/>不完整<input type="checkbox"/>不適用</p>

土壤及底泥檢測類重金屬上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____

NIEA-PE-SL01

壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
五、檢量線 製備及上 機	<p>1.檢量線製備：</p> <p>◎ 檢量線配製過程是否正確？如：包括除零點空白以外至少五種不同濃度的標準溶液。鎘等重金屬王水消化樣品檢測，各濃度標準溶液，應依比例添加濃鹽酸及濃硝酸，再以水稀釋定量；測砷、汞時，各濃度標準溶液應執行前處理步驟操作。</p> <p>◎ 檢量線最低一點標準品的濃度，是否與方法定量極限（約為 3 倍方法偵測極限）之濃度相當？</p> <p>◎ 檢量線製備完成是否即以第二來源標準品配製接近檢量線之中點濃度之標準品（若無第二來源標準品時，至少應使用另一獨立配製之標準品）進行分析作確認？此檢量線中間濃度確認之相對誤差值是否落於規定範圍內？</p> <p>◎ 熱分解汞齊原子吸收光譜法，於儀器開始使用或任何重要之儀器參數有所改變（分解管、汞齊器或氧氣槽更換）時，是否執行初始校正？是否至少使用涵蓋檢測範圍的高、低濃度標準品，執行每日校正，以確認初始校正之有效性？或是否依證明書指示，以標準參考物質（SRMs），做初始及每日校正？</p> <p>2.為確保儀器處於正常狀態，上機前是否執行儀器校正或感度確認？相關儀器最適操作條件之設定是否恰當？</p> <p>3.測定鉻及錳時，若使用空氣 / 乙炔為燃料之火焰原子吸收光譜儀時，測定前是否在樣品溶液、空白試液及各濃度標準溶液中加入氯化鋇溶液，或依儀器供應商所建議之最佳操作條件添加適宜之基質修飾劑（如氯化銨溶液），再行上機測試？</p> <p>4.使用電熱式原子吸收光譜儀測定前，是否先將樣品溶液稀釋 5 倍再行上機測試？</p>	<p><input type="checkbox"/>是 <input type="checkbox"/>否 <input type="checkbox"/>不完整 <input type="checkbox"/>不適用</p>

土壤及底泥檢測類重金屬上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____ NIEA-PE-SL01

壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
五、檢量線製備及上機	<p>5.使用感應耦合電漿原子發射光譜儀或感應耦合電漿質譜儀，是否符合該儀器方法品管規範？樣品濃度過高需要稀釋時，是否保持與檢量線標準溶液相同之酸度？</p> <p>6.以 ICP-OES 或 ICP/MS 進行複雜樣品基質的檢測時，是否事先確認有無發生干擾效應，並針對所遭遇的光譜性、化學性、物理性或同重素干擾問題，研擬一適當的修正對策，以求得正確的檢測結果？</p> <p>7.儀器測定是否有適當程序，以檢查系統是否遭受污染或是否有跨樣效應存在？</p> <p>8.樣品添加或稀釋過程是否正確？樣品編碼標示是否完整，足供識別？</p> <p>9.若樣品添加之回收率或參考樣品之回收率異常時，是否有能力判別其干擾之可能來源及程度？</p> <p>10.當消化後添加回收率偏低或偏高時，是否依方法規定進行干擾之排除？例如：使用標準添加法 (standard addition) 或基質修飾劑法 (matrix modification) 等。</p>	<p><input type="checkbox"/>是<input type="checkbox"/>否<input type="checkbox"/>不完整<input type="checkbox"/>不適用</p>
六、結果處理	<p>1.樣品之接收、儲存及廢棄是否適當？</p> <p>2.是否依據方法內容正確計算結果？</p> <p>3.結果是否經過驗算員或品保品管人員驗算？檢測報告之審核是否包括所有檢測原始數據紀錄、計算、品管樣品分析及管制圖等程序，並確認檢測數據正確無誤？各式記錄是否確實？</p> <p>4.檢驗室對所有檢測報告是否予以編號識別，並適當保存？</p> <p>5.檢測結果若低於方法偵測極限時，表示方式是否符合規定？</p>	<p><input type="checkbox"/>是<input type="checkbox"/>否<input type="checkbox"/>不完整<input type="checkbox"/>不適用</p>

土壤及底泥檢測類重金屬上機術科考試評分表

檢驗室名稱： _____ NIEA-PE-SL01

壹、查核內容

項 目	內 容	查 核 結 果
六、結果處理	<p>6. 檢測報告之有效位數（有效位數：檢測數據應依據檢測結果表示，不因為數值運算、乘上稀釋倍數或特定參數而增加有效位數）及小數位數表示方式是否符合規定？</p> <p>7. 檢測結果之表示單位（如：mg/kg、% ... 等）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>
七、品保品管	<p>1. 若委託檢測之樣品於收樣前已進行前項樣品之處理，是否有確認程序以證明接收之樣品符合前項作業規定？</p> <p>2. 土壤、底泥樣品每 20 個為一檢驗批次。</p> <p>3. 需檢測樣品之水分含量時，是否依方法規定執行重複分析？此重複分析之相對差異百分比是否符合規定？</p> <p>4. 檢量線相關係數 r 值是否符合規定？</p> <p>5. 檢量線中間濃度確認之相對誤差值超過規定範圍時，是否追查原因並重新製作檢量線？</p> <p>6. 檢量線查核之之相對誤差值是否落於規定範圍內？</p> <p>7. 是否依規定執行空白、重複、查核、添加樣品分析？</p> <p>8. 空白樣品分析值，是否小於方法偵測極限的 2 倍或方法之規定？</p> <p>9. 查核樣品分析之回收率是否落於規定範圍內？</p> <p>10. 重複樣品分析之相對差異百分比是否符合規定？重複樣品濃度無法定量時，是否執行基質添加重複樣品或查核重複樣品之分析？</p> <p>11. 執行添加樣品分析時，添加量是否適當（小於樣品體積之 2%）？是否採用高濃度低體積添加？添加回收率是否符合規定？</p>	<p><input type="checkbox"/>是<input type="checkbox"/>否<input type="checkbox"/>不完整<input type="checkbox"/>不適用</p>

土壤及底泥檢測類重金屬上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____ NIEA-PE-SL01

貳、現場評鑑評分表

項目	配分	得分
一、人員	10	
二、儀器、設備、器材	10	
三、試劑	10	
四、前處理程序	25	
五、檢量線製備及上機	20	
六、結果處理	10	
七、品保品管	15	
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：

土壤及底泥檢測類重金屬上機術科考試評分表

檢驗室名稱：_____ NIEA-PE-SL01

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：