



# 技術士技能檢定化學職類乙級術科測試應檢參考資料目錄

## ( 第二部分 )

壹、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題使用說明.....	1
貳、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試應檢人須知.....	2-3
叁、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題	

### 第一站 ( 201-1、201-2、201-3、201-4、201-5 )

試題使用說明.....	4
第一題：201-1 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之 pH 滴定曲線.....	5-12
第二題：201-2 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之電位滴定曲線.....	13-20
第三題：201-3 硫酸銅電鍍液之成分分析.....	21-27
第四題：201-4 天然石灰石中氧化鈣含量之測定.....	28-34
第五題：201-5 聚氯化鋁中氧化鋁含量及鹼度之測定.....	35-41

### 第二站 ( 202-1、202-2、202-3、202-4、202-5 )

試題使用說明.....	42
第一題：202-1 試樣中鐵(II)之比色定量.....	43-49
第二題：202-2 試樣中鐵(III)之比色定量.....	50-56
第三題：202-3 食品中亞硝酸鹽之測定.....	57-63
第四題：202-4 總磷之比色定量.....	64-70
第五題：202-5 試樣中硫酸鹽之比濁定量.....	71-77

肆、技術士技能檢定化學職類乙級評審驗算紀錄表.....	78
伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試總評審表.....	79
陸、儀器校正及試劑配製紀錄表.....	80-87
柒、實驗室安全守則及應變常識.....	88-92
捌、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試時間配當表.....	93

## 壹、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題使用說明

- 一、本套試題係以「試題公開」方式命製，分二站舉行測試，每站各有五題。每年由主辦單位於第一站、第二站各抽兩題作為當年測試試題並公告之。
- 二、每一場次術科測試均應包含第一站二題及第二站二題，共四題，且必須平均分配並事先排定於各工作崗位，術科試場承辦單位應依上開試題準備設備及試劑。每位應檢人均須操作第一、二站之其中一題，檢定時間每站各 3.5 小時，共計 7 小時。
- 三、本試題內容包含：1.試題使用說明、2.應檢人須知、3.承辦單位須知、4.監評人員應注意事項、5.術科測試試題、6.評分驗算紀錄表、7.總評審表、8.儀器校正及試劑配製紀錄表、9.實驗室安全守則及應變常識、10.時間配當表等十部分。
- 四、主辦單位應將測試試題於術科測試前，函送術科承辦單位使用。
- 五、術科承辦單位應於檢定日二星期前(以郵戳為憑)寄發「術科測試應檢參考資料」（第二部分）給各應檢人參考，資料內容包含：1.試題使用說明、2.應檢人須知、3.術科測試試題、4. 評分驗算紀錄表、5.總評審表、6.儀器校正及試劑配製紀錄表、7.實驗室安全守則及應變常識、8.時間配當表等八部分。
- 六、術科承辦單位應於聘請監評人員擔任監評工作時，將測試試題寄發各監評人員參考使用。
- 七、檢定當日由監評長主持，術科承辦單位負責人員協助辦理公開抽籤（無監評長親自在場主持抽籤時，該場次之測試無效），每一位應檢人應由兩站試題籤盒中自行抽定每站之工作崗位，並依該工作崗位排定之試題實施檢定。

## 貳、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試應檢人須知

- 一、本套試題係以「試題公開」方式命製，分二站舉行測試，每站各有五題。每年由主辦單位於第一站、第二站各抽兩題作為當年測試試題並公告之。
- 二、應檢人應於考前 15 分鐘報到，由監評長主持，場地試務人員協助辦理公開抽籤，每位應檢人應由二站試題籤盒中自行抽定每站工作崗位，並依該工作崗位排定之試題實施檢定。應檢人遲到超過 15 分鐘者，不得入場，該站成績以零分計算。
- 三、測試試題每題每站檢定時間，以規定操作時間為限（每站 3.5 小時，共計 7 小時），無論完成與否，均需結束離場，如無試樣分析結果視同未完成，該站成績以零分計算。
- 四、應檢人填寫結果報告表時，應依表內所規定之單位作答。
- 五、結果報告表記錄之基本要求如下：
  - （一）原始數據應直接填寫於本報告表中之相對格位，不得抄錄於其他紙張後再行轉騰。
  - （二）本報告表應以藍或黑色原子筆或鋼筆記載，不得使用鉛筆及修正液等，修改處應劃雙線後填上正確數據，並於其旁簽名。
  - （三）計算過程之數據應寫於報告表之空白處或術科承辦單位提供之紙張，並於其上註明應考時間、姓名及應檢編號後隨同結果報告表繳交。
  - （四）結果報告表中天平之秤重，係假設使用毛重扣除功能而直接記錄淨重，如使用其他方式秤重時，應記錄原始數據。
- 六、應檢人應將身份證、准考證及術科技檢通知單置於實驗台上以供監評人員核對。
- 七、應檢人應自備實驗衣、安全用具（安全眼鏡、手套）、計算機及筆等文具，未穿著實驗衣及配戴安全用具者不得進場應試；除試題外，相關書籍資料不得帶至實驗台，且試題上不得有任何資料。
- 八、應試所需設備、器皿、試藥及樣品均由術科承辦單位供應，應檢人應依提供數量進行測試，不得額外要求，惟如發現器皿無法洗淨、有破裂情況，試樣、試藥或試劑受到污染時，得要求術科承辦單位更換；如不當使用造成損壞時，除應照價賠償外，監評人員得視情節酌扣得分。
- 九、應檢人於檢定過程應依監評人員之要求，於登錄重要數據時先請監評人員檢視其是否據實登錄並於結果報告表上簽名確認，如未依要求辦理時，視為無分析結果，該站成績以零分計算。
- 十、應檢人若有偽造數據或作弊行為，術科承辦單位應立即取消其檢定資格並要求離場。

- 十一、應檢人應注意本身之安全並遵守實驗室安全規則。若有造成他人或自己傷害、火警、爆炸及不依規定處理實驗之廢棄物或其他重大違規情事，得取消其檢定資格並要求離場。
- 十二、術科成績評定以各站測試分數均達 60 分（含）以上者為及格。
- 十三、實驗室安全守則及應變常識請參閱“柒”。
- 十四、有『技術士技能檢定作業及試場規則』第 48 條情事之一者，予以扣考，不得繼續應檢，其已檢定之術科成績以不及格論：
  - （一）冒名頂替者。
  - （二）傳遞資料或信號者。
  - （三）協助他人或託他人代為實作者。
  - （四）互換工件或圖說者。
  - （五）隨身攜帶成品或規定以外之器材、配件、圖說、行動電話、呼叫器或其他電子通訊攝錄器材等。
  - （六）不繳交工件、圖說或依規定須繳回之試題者。
  - （七）故意損壞機具、設備者。
  - （八）未遵守本規則，不接受監評人員勸導，擾亂試場內外秩序者。
- 十五、未盡事宜依據『技術士技能檢定作業及試場規則』辦理。

### 叁、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第一站

#### 試題使用說明

一、試題編號：201-1、201-2、201-3、201-4、201-5

二、試題名稱：第一題：201-1 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之 pH 滴定曲線  
第二題：201-2 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之電位滴定曲線  
第三題：201-3 硫酸銅電鍍液之成分分析  
第四題：201-4 天然石灰石中氧化鈣含量之測定  
第五題：201-5 聚氯化鋁中氧化鋁含量及鹼度之測定

三、檢定時間：每題 3 小時 30 分

四、檢定說明：

- (一) 每題應由術科承辦單位準備不同濃度試樣，以亂碼編號，由術科承辦單位事先分析提供合於術科測試試題一般說明中所規定之分析數據，供監評人員做為評分標準。（分析數據務必列為機密，術科承辦單位應妥為保管）
- (二) 試題中之試劑配製及各步驟操作原理亦為測試範圍，將以簡答題方式隨機列印於結果報告表中，應檢人作答時每題字數以不超過 15 字為原則。
- (三) 結果報告表記錄之基本要求如下，不符合者視情節取消應檢人資格或酌扣得分。
  1. 應以藍或黑色原子筆或鋼筆記載，不得使用鉛筆，修改處應劃雙線、填上正確數據後簽名並加註原因。
  2. 原始數據應直接填寫於本報告表中之相對格位，不得抄錄於其他紙張後再行轉謄。
  3. 計算過程之數據應寫於報告表之空白處或術科承辦單位提供之紙張，並於其上註明應考時間、姓名及應檢編號後隨同結果報告表繳交。
  4. 本表中天平之秤重，係假設使用毛重扣除功能而直接記錄淨重，如使用其他方式秤重時，應記錄原始數據。
  5. 請於每次滴定前充滿滴定管並使讀數  $< 0.5 \text{ mL}$ ，若滴定管讀數由 0 開始，可直接記錄於滴定體積欄位。

## 伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第一站第一題

試題名稱：201-1 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之 pH 滴定曲線

- 1 操作說明：分別配製酸與鹼滴定溶液並標定，再以此二溶液滴定試樣，並由滴定過程中樣品溶液之 pH 值變化求出滴定終點及試樣中之酸鹼含量。
- 2 實驗步驟
  - 2.1 依術科承辦單位提供之天平操作標準作業程序進行天平功能查核。
  - 2.2 依術科承辦單位提供之 pH 計標準作業程序進行校正，並計算電極參數。
  - 2.3 鹽酸滴定溶液之配製及標定
    - 2.3.1. 取 2.1mL 濃鹽酸，以去除二氧化碳之試劑水稀釋至 500 mL。
    - 2.3.2. 精秤  $0.06 \pm 0.01$  g 碳酸鈉，溶於 50 mL 去除二氧化碳之試劑水中，加入適量指示劑，以鹽酸溶液滴定。
  - 2.4 氫氧化鈉滴定溶液之配製及標定
    - 2.4.1. 取 1.3 mL 50% 氫氧化鈉溶液，以去除二氧化碳之試劑水稀釋至 500 mL。
    - 2.4.2. 取 20 mL 氫氧化鈉溶液，以去除二氧化碳之試劑水稀釋至 50 mL，加入適量指示劑，以鹽酸溶液滴定。
  - 2.5 樣品溶液之配製：如試樣為兩種待測成分混合時，精秤  $3.00 \pm 0.02$  g 試樣，如為單一待測成分時，分別精秤  $1.50 \pm 0.02$  g，各試樣均以去除二氧化碳之試劑水配製成 100 mL 溶液。
  - 2.6 試樣中酸性成分之測定
    - 2.6.1. 取適量樣品溶液，必要時稀釋至 50 mL，加入適量指示劑，以氫氧化鈉溶液滴定，其滴定體積應大於 15 mL。
    - 2.6.2. 再取同量樣品溶液滴定，並以 pH 計測定滴定過程中樣品溶液之 pH 值變化，由滴定數據計算終點附近共 10 個滴定點（滴定終點前後各至少 3 點）之  $\Delta\text{pH}/\Delta\text{V}$  值，由此決定終點之滴定體積。
    - 2.6.3. 步驟 2.6.2.之總滴定體積應介於步驟 2.6.1 滴定終點體積之 140% ~ 160%，總滴定點數不得超過 21 點，且終點前後應有 5 點每次加入之體積不得超過 0.20 mL。
  - 2.7 試樣中鹼性成分之滴定
    - 2.7.1. 取適量樣品溶液，必要時稀釋至 50 mL，以 pH 計測定滴定過程中樣品溶液之

pH 值變化，由滴定數據計算終點附近共 10 個滴定點（滴定終點前後各至少 3 點）之 $\Delta\text{pH}/\Delta V$  值，由此決定終點之滴定體積。

2.7.2. 總滴定體積應介於滴定終點體積之 140% ~ 160%，總滴定點數不得超過 21 點，且終點前後應有 5 點每次加入之體積不得超過 0.20 mL。

註：可採指示劑法預估滴定體積。

2.8 以滴定曲線法之結果出具數據，並依術科承辦單位於試樣容器上標示之成分及單位表示，酸性物質如%苯甲酸、%鄰苯二甲酸氫鉀及%磷酸二氫鉀等。鹼性物質如%磷酸氫二鉀及%碳酸鈉等。

2.9 品質管制：

2.9.1. 查核試樣：依術科承辦單位提供已知鹼性物質含量之試樣以指示劑法進行滴定，並計算回收率。

2.9.2. 重複試樣：酸性試樣之指示劑法及滴定曲線法視為重複分析，應符合重複分析之品管要求。

2.10 廢液處理：將剩餘試劑及檢驗廢液依性質傾倒於術科承辦單位準備之容器。

元素	Al	Ba	Ca	Cl	Cu	F	Fe	K
原子量	26.99	137.33	40.08	35.45	63.55	19.00	55.85	39.10
元素	I	Mg	Mn	Na	P	S	Si	Zn
原子量	126.90	24.31	54.94	22.99	30.97	32.07	28.09	65.41

### 3 設備及器皿 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之pH滴定曲線

名稱	規格	數量
1 天平	靈敏度 0.0001 g，附 200 g（或全幅）及 10 g 砝碼各 1 顆（可 2 人共用 1 台）。	1 台
2 pH 計	附電極、緩衝液（可為 4.01、7.00、10.01 或 4.01、6.86、9.18，25℃，應標示配製或開封及裝瓶日期）及溫度—pH 值對照表。當以 2 種緩衝液校正後，第 3 種緩衝液之 pH 測值誤差應小於 0.1。	1 套
3 溫度計	可測定室溫，刻度範圍小於 100℃，應編碼。	1 支
4 磁攪拌器	附攪拌子。	1 台
5 定量瓶	100 mL，A 級。	4 支
6 滴定管	25 或 50 mL，A 級。	2 支
7 球型吸量管	10 mL，A 級。	2 支
8 球型吸量管	15 mL，A 級。	2 支
9 球型吸量管	20 mL，A 級。	2 支
10 球型吸量管	25 mL，A 級。	2 支
11 球型吸量管	50 mL，A 級。	1 支
12 刻度吸量管	5 mL，A 級。	1 支
13 刻度吸量管	2 mL，塑膠材質。	1 支
14 其他必要器皿	視需要供給。	1 組

註：1.本表所列設備及器皿係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.應檢人應依術科承辦單位提供之設備及器皿進行測試，不得額外要求，如造成損壞時，除應照價賠償外，監評人員得視情節酌扣得分。

#### 4 試劑及樣品 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之pH滴定曲線

名 稱	規 格	數 量
1 濃鹽酸	應標示%濃度及密度。	10 mL
2 碳酸鈉	270 °C 烘乾後，置放於乾燥器中備用。	1 g
3 50% 氫氧化鈉溶液	100 g 氫氧化鈉溶於 100 mL 試劑水中，放置於 PE 瓶至溶液澄清，應標示%濃度及密度。	10 mL
4 溴瑞香草酚藍指示劑	0.1 g 溴瑞香草酚藍溶於 100 mL 50 %乙醇中；應標示 pKa( 7.1 )及 pH 變色範圍( 6.2~ 7.6 )，黃變藍。	5 mL
5 酚酞指示劑	0.1 g 酚酞溶於 100 mL 95 %乙醇中；應標示 pKa( 9.1 )及 pH 變色範圍( 8.0~ 9.6 )，無變紅。	5 mL
6 甲基紅指示劑	0.1 g 甲基紅溶於 100 mL 95 %乙醇中；應標示 pKa( 5.1 )及 pH 變色範圍( 4.4~ 6.2 )，紅變黃。	5 mL
7 甲基橙指示劑	0.1 g 甲基橙溶於 100 mL 試劑水中；應標示 pKa ( 3.4 )及 pH 變色範圍( 3.1~ 4.4 )，紅變橙。	5 mL
8 溴甲酚綠指示劑	0.1 g 溴甲酚綠溶於 100 mL 20 %乙醇中；應標示 pKa ( 4.9 )及 pH 變色範圍( 4.0~ 5.6 )，黃變藍綠。	5 mL
9 試樣	可為兩種待測成分混合試樣或兩種單一待測成分試樣。試樣應標示濃度範圍（參考值之 70~140 %）及各成分之 pKa。配成樣品溶液取 20 mL 進行滴定时，滴定終點之體積以不少於 15 mL 為原則。	10 g
10 查核試樣	含鹼性物質並應標示濃度。	5 g
11 試劑水	應去除二氧化碳。	2 L

註：1.本表所列試藥及樣品量係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.本表所列各試藥及樣品應以單獨容器盛裝。

3.應檢人應依術科承辦單位提供試藥及樣品進行測試，不得額外要求。

4.本表中各種試藥除規格欄中另行註明者，均應使用分析級。

姓名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼		考場	第	試場	第
			第	崗位	

## 一、天平功能查核

\_\_\_\_\_g 砝碼，器示值：\_\_\_\_\_g，器差 $\leq 0.0005$  g：是 否

如否，請以標準砝碼進行校準，校準後器示值：\_\_\_\_\_g

\_\_\_\_\_g 砝碼，器示值：\_\_\_\_\_g，器差 $\leq 0.0005$  g：是 否

如否，請監評人員處理

二、pH 計校正 緩衝液溫度(T $^{\circ}$ C)\_\_\_\_\_ $^{\circ}$ C； 緩衝液 1 pH 值\_\_\_\_\_，電位\_\_\_\_\_

緩衝液 2 pH 值\_\_\_\_\_，電位\_\_\_\_\_mV， 緩衝液 3 pH 值\_\_\_\_\_，差值\_\_\_\_\_

## 三、HCl 溶液配製與標定 濃 HCl 密度\_\_\_\_\_g/mL，濃度\_\_\_\_\_，指示劑\_\_\_\_\_

HCl 分子量 \_\_\_\_\_g/mol，Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 分子量 \_\_\_\_\_g/mol

濃 HCl 溶液體積 \_\_\_\_\_mL， 製備\_\_\_\_\_mL，Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 重\_\_\_\_\_g，

標定初讀數 \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

## 四、NaOH 溶液配製與標定 NaOH 密度\_\_\_\_\_g/mL，濃度\_\_\_\_\_，指示劑\_\_\_\_\_

濃 NaOH 溶液體積\_\_\_\_\_mL， 製備\_\_\_\_\_mL， 取\_\_\_\_\_mL

標定初讀數 \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

五、試樣及樣品溶液製備 樣品成分混合 單一 查核試樣含量 \_\_\_\_\_%

試樣 A 重 \_\_\_\_\_g， 製備\_\_\_\_\_mL， 取\_\_\_\_\_mL

試樣 B 重 \_\_\_\_\_g， 製備\_\_\_\_\_mL， 取\_\_\_\_\_mL

查核試樣重 \_\_\_\_\_g， 製備\_\_\_\_\_mL， 取\_\_\_\_\_mL

## 六、試樣中酸性物質之測定 指示劑\_\_\_\_\_，待測成分分子量\_\_\_\_\_g/mol

滴定初讀數(指示劑) \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

姓名						檢定日期	年	月	日	
准考證號碼						考場	第	試場	第	崗位
滴定管讀數										
$V_{\text{NaOH}}$										
pH										
Vave										
$\Delta\text{pH}/\Delta V$										
滴定管讀數										
$V_{\text{NaOH}}$										
pH										
Vave										
$\Delta\text{pH}/\Delta V$										
$\Delta\text{pH}/\Delta V$ 之最大值 _____ ，終點滴定體積 _____ mL										
七、試樣中鹼性物質之測定 指示劑 _____ ，待測成分分子量 _____ g/mol										
查核滴定初讀數(指示劑) _____ mL ，終讀數 _____ mL ，滴定體積 _____ mL										
待測成分分子量 _____ g/mol										
滴定管讀數										
$V_{\text{HCl}}$										
pH										
Vave										
$\Delta\text{pH}/\Delta V$										
滴定管讀數										
$V_{\text{HCl}}$										
pH										
Vave										
$\Delta\text{pH}/\Delta V$										
$\Delta\text{pH}/\Delta V$ 之最大值 _____ ，終點滴定體積 _____ mL										
重要數據經確認無誤 監評人員簽名： _____ 操作時間： _____ 時 _____ 分										

6 結果計算表 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之 pH 滴定曲線

姓名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼		考場	第	試場	第 崗位
註：請列出計算式並寫出各測值及計算結果之單位					
<b>pH 計校正參數計算</b>					
斜率(T°C)					
斜率(25°C)					
零點電位		mV	靈敏度		%
<b>HCl 溶液配製與標定</b>					
配製濃度約					M
標定濃度					M
<b>NaOH 溶液配製與標定</b>					
配製濃度約					M
標定濃度					M
<b>試樣中酸性物質之測定</b>					
指示劑法求得之重量					g
指示劑法求得之含量					%
pH 計法求得之含量(可採逐步或直接計算)					%
試樣平均含量		%	相對差異		%
<b>試樣中鹼性物質之測定</b>					
pH 計法求得之重量					g
pH 計法求得之含量					%
查核試樣含量					%
查核回收率					%
請回答以下 2 個簡答題					

7 評審表 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之 pH 滴定曲線

姓名		檢定日期		年 月 日			
准考證號碼		考 場		第 考場 第 崗位			
操作項目及配分		錯誤項目及扣分		錯誤項目及扣分			
基本操作技巧	天平之使用	8	<input type="checkbox"/> 1.使用前未注意或調整水平	4	<input type="checkbox"/> 2.稱重不在規定範圍	4	
			<input type="checkbox"/> 3.未關門即稱重(精秤)	8	<input type="checkbox"/> 4.稱重時物品濺出	4	
			<input type="checkbox"/> 5.稱重時先過量再取回	4	<input type="checkbox"/> 6.使用後未歸零	2	
			<input type="checkbox"/> 7.使用前後未保持整潔	3	<input type="checkbox"/> 8.稱重容器殘留物品	8	
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)				
	器皿操作及溶液配製	8	<input type="checkbox"/> 1.未使用適當之定量器皿	8	<input type="checkbox"/> 2.量瓶操作不正確	4	
			<input type="checkbox"/> 3.未依實際狀況清洗或潤洗	4	<input type="checkbox"/> 4.吸量管操作不正確	4	
			<input type="checkbox"/> 5.未用塑膠吸管吸取濃 NaOH	8	<input type="checkbox"/> 6.未用塑膠瓶盛裝 NaOH	8	
			<input type="checkbox"/> 7.其他(請記載事實)				
	滴定操作	12	<input type="checkbox"/> 1.滴定管傾斜	3	<input type="checkbox"/> 2.裝液時溶液洩出	4	
			<input type="checkbox"/> 3.裝液完尖端未充滿	6	<input type="checkbox"/> 4.裝液漏斗未取下	4	
			<input type="checkbox"/> 5.滴定時未適當攪拌	5	<input type="checkbox"/> 6.指示劑未適時加入	6	
			<input type="checkbox"/> 7.滴定過程溶液洩出	5	<input type="checkbox"/> 8.指示劑加量不適當	6	
			<input type="checkbox"/> 9.滴定完未靜置數秒即讀值	5	<input type="checkbox"/> 10.終點判斷不正確	12	
			<input type="checkbox"/> 11.未使用適當工具讀值	4	<input type="checkbox"/> 12.滴定前未充滿滴定管	4	
	pH 計校正及操作	12	<input type="checkbox"/> 1.未測定並記錄溶液溫度	12	<input type="checkbox"/> 2.未設定 pH 計溫度補償於測定溫度	12	
			<input type="checkbox"/> 3.未調至正確 pH 值	12	<input type="checkbox"/> 4.未計算零點電位或錯誤	4	
			<input type="checkbox"/> 5.未計算斜率或錯誤	4	<input type="checkbox"/> 6.測定中電極未洗滌並拭乾	3	
			<input type="checkbox"/> 7.未於穩定後方讀取數值	2	<input type="checkbox"/> 8.未以第 3 種緩衝液查核	4	
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)				
	結果與數據處理	有以下 1~11 狀況，視為無結果以零分計算					
		<input type="checkbox"/> 1.計算式不正確或計算錯誤		<input type="checkbox"/> 2.未依方法規定步驟操作。			
		<input type="checkbox"/> 3.以量筒、量瓶等不適當器皿取準確體積。		<input type="checkbox"/> 4.未執行天平功能查核。			
		<input type="checkbox"/> 5.指示劑使用錯誤		<input type="checkbox"/> 6.樣品溶液之淨滴定體積 < 10 mL			
<input type="checkbox"/> 7.終點前後加入體積小於 0.20 mL 之點數 < 3 點			<input type="checkbox"/> 8.終點附近 $\Delta\text{pH}/\Delta V$ 值計算點數 < 3 點				
<input type="checkbox"/> 9.未依要求執行品管試樣檢測。			<input type="checkbox"/> 10.重複試樣相對差異 > 20%。				
<input type="checkbox"/> 11.查核試樣回收率未介於 80%~120%。							
其他缺失狀況及扣分標準，扣分係以單一測項計算，如有 2 測項時，扣分應為 2 倍							
<input type="checkbox"/> 1.樣品溶液淨滴定體積 < 15 mL		5	<input type="checkbox"/> 2.滴定曲線總點數 > 21 點	5			
<input type="checkbox"/> 3.曲線法滴定體積未介於指示劑法 140%~160%		5	<input type="checkbox"/> 4.分析結果有效數字不適當	5			
<input type="checkbox"/> 5.終點前後體積 $\leq 0.20$ mL 為 3 點		10	<input type="checkbox"/> 6.前項點數為 4 點，每測項	5			
<input type="checkbox"/> 7. $\Delta\text{pH}/\Delta V$ 值計算點數為 8 點		10	<input type="checkbox"/> 8.前項計算點數為 9 點	5			
<input type="checkbox"/> 9.未列出各量測值或計算值之單位(每個 1 分，最多 10 分)							
<input type="checkbox"/> 10.未回答結果紀錄表上之問題或錯誤(每題 5 分，最多 10 分)							
60%	<input type="checkbox"/> 11.酸性成分兩次測值之相對差異 S%		S% > 2.5%, 扣分 = 2 × (S% - 2.5%)	30			
	<input type="checkbox"/> 12.酸性成分平均測值與參考值之相對誤差 E%		E% > 4%, 扣分 = 1.5 × (E% - 4%)	30			
	<input type="checkbox"/> 13.鹼性成分測值與參考值之相對誤差 E%		E% > 4%, 扣分 = 1.5 × (E% - 4%)	30			
總分							

監評長簽名：\_\_\_\_\_

監評人員簽名：\_\_\_\_\_

## 伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第一站第二題

試題名稱：201-2 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之電位滴定曲線

- 1 操作說明：分別配製酸與鹼滴定溶液並標定，再以此二溶液滴定試樣，並由滴定過程中樣品溶液之  $mV$  值變化求出滴定終點及試樣中之酸鹼含量。
- 2 實驗步驟
  - 2.1 依承辦單位提供之天平操作標準作業程序進行天平功能查核。
  - 2.2 依承辦單位提供之電位計標準作業程序，測定  $pH$  值 7.00 及 4.01 緩衝液之電位，由此計算電極零點電位及斜率。
  - 2.3 0.025M 氫氧化鋇滴定溶液之標定：精稱  $0.20 \pm 0.02$  g 鄰苯二甲酸氫鉀( $C_8H_5O_4K$ )，溶於 50 mL 去除二氧化碳之試劑水中，加入適量指示劑，以氫氧化鋇溶液滴定。
  - 2.4 鹽酸滴定溶液之配製及標定
    - 2.4.1. 取 2.1 mL 濃鹽酸，以去除二氧化碳之試劑水稀釋至 500 mL。
    - 2.4.2. 取 20 mL 鹽酸溶液，以去除二氧化碳之試劑水稀釋至 50 mL，加入適量指示劑，以氫氧化鋇溶液滴定。
  - 2.5 樣品溶液之配製：如試樣為兩種待測成分混合時，精稱  $3.00 \pm 0.02$  g 試樣，如為單一待測成分時，分別精稱  $1.50 \pm 0.02$  g，各試樣均以去除二氧化碳之試劑水配製成 100 mL 溶液。
  - 2.6 試樣中酸性成分之測定
    - 2.6.1. 取適量樣品溶液，以電位計測定滴定過程中樣品溶液之  $mV$  值變化，由滴定數據計算終點附近共 10 個滴定點（滴定終點前後各至少 3 點）之  $\Delta mV / \Delta V$  值，由此決定終點之滴定體積。
    - 2.6.2. 總滴定體積應介於滴定終點體積之 140 % ~ 160 %，總滴定點數不得超過 21 點，且終點前後應有 5 點每次加入之體積不得超過 0.20 mL。  
註：可採指示劑法預估滴定體積。
  - 2.7 試樣中鹼性成分之滴定
    - 2.7.1. 取適量樣品溶液，必要時稀釋至 50 mL，加入適量指示劑，以鹽酸溶液滴定，其滴定體積應大於 15 mL。
    - 2.7.2. 再取同量樣品溶液滴定，並以電位計測定滴定過程中樣品溶液之  $mV$  值變化，由滴定數據計算終點附近共 10 個滴定點（滴定終點前後各至少 3 點）

之 $\Delta mV/\Delta V$  值，由此決定終點之滴定體積。

2.7.3. 步驟 2.7.2.之總滴定體積應介於步驟 2.7.1 滴定終點體積之 140 % ~ 160 %，總滴定點數不得超過 21 點，且終點前後應有 5 點每次加入之體積不得超過 0.20 mL。

2.8 以滴定曲線法之結果出具數據，並依承辦單位於試樣容器上標示之成分及單位表示，酸性物質如%苯甲酸、%鄰苯二甲酸氫鉀及%磷酸二氫鉀等。鹼性物質如%磷酸氫二鉀及%碳酸鈉等。

2.9 品質管制：

2.9.1. 查核試樣：依術科承辦單位提供已知酸性物質含量之試樣以指示劑法進行滴定，並計算回收率。

2.9.2. 重複試樣：鹼性試樣之指示劑法及滴定曲線法視為重複分析，應符合重複分析之品管要求。

2.10 廢液處理：將剩餘試劑及檢驗廢液依性質傾倒於術科承辦單位準備之容器。

元素	Al	Ba	Ca	Cl	Cu	F	Fe	K
原子量	26.99	137.33	40.08	35.45	63.55	19.00	55.85	39.10
元素	I	Mg	Mn	Na	P	S	Si	Zn
原子量	126.90	24.31	54.94	22.99	30.97	32.07	28.09	65.41

### 3 設備及器皿 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之電位滴定曲線

名 稱	規 格	數 量
1 天平	靈敏度 0.0001 g，附 200 g（或全幅）及 10 g 砝碼各 1 顆（可 2 人共用 1 台）。	1 台
2 電位計	附玻璃電極、緩衝液(4.01、7.00 及適當查核用緩衝液，25°C，應標示配製或開封及裝瓶日期) 及溫度-pH 值對照表。電極零點電位應介於 $\pm 30$ mV，斜率應介於 -55 ~ -61 mV/pH 間。	1 套
3 溫度計	可測定室溫，刻度範圍小於 100°C，應編碼。	1 支
4 磁攪拌器	附攪拌子。	1 台
5 定量瓶	100 mL，A 級。	4 支
6 滴定管	25 或 50 mL，A 級。	2 支
7 球型吸量管	5 mL，A 級。	1 支
8 球型吸量管	10 mL，A 級。	2 支
9 球型吸量管	15 mL，A 級。	2 支
10 球型吸量管	20 mL，A 級。	2 支
11 球型吸量管	25 mL，A 級。	2 支
12 球型吸量管	50 mL，A 級。	1 支
13 刻度吸量管	5 mL，A 級。	1 支
14 刻度吸量管	2 mL，A 級。	1 支
15 其他必要器皿	視需要供給。	1 組

註：1.本表所列設備及器皿係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.應檢人應依術科承辦單位提供之設備及器皿進行測試，不得額外要求，如造成損壞時，除應照價賠償外，監評人員得視情節酌扣得分。

#### 4 試劑及樣品 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之電位滴定曲線

名 稱	規 格	數 量
1 濃鹽酸	應標示%濃度及密度。	10 mL
2 鄰苯二甲酸氫鉀	105°C 烘乾後，置放於乾燥器中備用。	1 g
3 0.025M 氫氧化鋇溶液	取氫氧化鋇 16 g 溶於 2 L 去除二氧化碳試劑水中，靜置一夜後，使用虹吸管將其上面澄清液移至儲存瓶備用，使用時須標定。	200 mL
4 溴瑞香草酚藍指示劑	0.1 g 溴瑞香草酚藍溶於 100 mL 50 %乙醇中；應標示 pKa( 7.1 )及 pH 變色範圍( 6.2~ 7.6 )，黃變藍。	5 mL
5 酚酞指示劑	0.1 g 酚酞溶於 100 mL 95 %乙醇中；應標示 pKa( 9.1 )及 pH 變色範圍( 8.0~ 9.6 )，無變紅。	5 mL
6 甲基紅指示劑	0.1 g 甲基紅溶於 100 mL 95 %乙醇中；應標示 pKa( 5.1 )及 pH 變色範圍( 4.4~ 6.2 )，紅變黃。	5 mL
7 甲基橙指示劑	0.1 g 甲基橙溶於 100 mL 試劑水中；應標示 pKa( 3.4)及 pH 變色範圍( 3.1~ 4.4 )，紅變橙。	5 mL
8 溴甲酚綠指示劑	0.1 g 溴甲酚綠溶於 100 mL 20 %乙醇中；應標示 pKa( 4.9)及 pH 變色範圍( 4.0~ 5.6 )，黃變藍綠。	5 mL
9 試樣	可為兩種待測成分混合試樣或兩種單一待測成分試樣。試樣應標示濃度範圍（參考值之 70~140 %）及各成分之 pKa。配成樣品溶液取 20 mL 進行滴定时，滴定終點之體積以不少於 15 mL 為原則。	10 g
10 查核試樣	含酸性物質並應標示濃度。	5 g
11 試劑水	應去除二氧化碳。	2 L

註：1.本表所列試藥及樣品量係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.本表所列各試藥及樣品應以單獨容器盛裝。

3.應檢人應依術科承辦單位提供試藥及樣品進行測試，不得額外要求。

4.本表中各種試藥除規格欄中另行註明者，均應使用分析級。

姓名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼		考場	第	試場	第
				第	崗位

一、天平功能查核

\_\_\_\_\_g 砝碼，器示值：\_\_\_\_\_g，器差 $\leq$ 0.0005 g：是 否

如否，請以標準砝碼進行校準，校準後器示值：\_\_\_\_\_g

\_\_\_\_\_g 砝碼，器示值：\_\_\_\_\_g，器差 $\leq$ 0.0005 g：是 否

如否，請監評人員處理

二、pH 計校正

緩衝液溫度( $T^{\circ}\text{C}$ )\_\_\_\_\_ $^{\circ}\text{C}$

緩衝液 1 pH 值\_\_\_\_\_，電位\_\_\_\_\_mV，緩衝液 2 pH 值\_\_\_\_\_，電位\_\_\_\_\_mV

緩衝液 3 mV 值\_\_\_\_\_，pH 計算值\_\_\_\_\_

三、Ba(OH)<sub>2</sub> 滴定溶液之標定

KHP 重 \_\_\_\_\_g，指示劑\_\_\_\_\_

標定初讀數 \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

四、HCl 滴定溶液之配製與標定

濃 HCl 密度\_\_\_\_\_g/mL，濃度\_\_\_\_\_%

濃 HCl 溶液體積\_\_\_\_\_mL，分子量 \_\_\_\_\_g/mol，濃度約\_\_\_\_\_M

製備 \_\_\_\_\_mL，取\_\_\_\_\_mL，指示劑\_\_\_\_\_

標定初讀數 \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

五、試樣及樣品溶液製備

樣品成分混合 單一 查核試樣含量 \_\_\_\_\_( )

試樣重 A \_\_\_\_\_g，製備\_\_\_\_\_mL，取\_\_\_\_\_mL

試樣重 B \_\_\_\_\_g，製備\_\_\_\_\_mL，取\_\_\_\_\_mL

查核試樣重 \_\_\_\_\_g，製備\_\_\_\_\_mL，取\_\_\_\_\_mL

六、試樣中酸性物質之測定

指示劑\_\_\_\_\_，查核成分分子量\_\_\_\_\_g/mol

查核滴定初讀數(指示劑)\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

5 結果報告表 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之電位滴定曲線 2/2

姓 名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼		考 場	第	試場	第 崗位
待測成分分子量 _____ g/mol					
滴定管讀數					
$V_{\text{Ba(OH)}_2}$					
mV					
Vave					
$\Delta mV/\Delta V$					
滴定管讀數					
$V_{\text{Ba(OH)}_2}$					
mV					
Vave					
$\Delta mV/\Delta V$					
$\Delta mV/\Delta V$ 之最大值 _____ ，終點滴定體積 _____ mL					
七、試樣中鹼性物質之測定 指示劑 _____ ，待測成分分子量 _____ g/mol					
滴定初讀數(指示劑) _____ mL ，終讀數 _____ mL ，滴定體積 _____ mL					
滴定管讀數					
$V_{\text{HCl}}$					
mV					
Vave					
$\Delta mV/\Delta V$					
滴定管讀數					
$V_{\text{HCl}}$					
mV					
Vave					
$\Delta mV/\Delta V$					
$\Delta mV/\Delta V$ 之最大值 _____ ，終點滴定體積 _____ mL					
重要數據經確認無誤 監評人員簽名： _____ 操作時間： _____ 時 _____ 分					

6 結果計算表 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之電位滴定曲線

姓 名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼		考 場	第 試場	第	崗位
註：請列出計算式並寫出各測值及計算結果之單位					
<b>pH 計校正參數計算</b>					
斜率(T°C)					
斜率(25°C)					
零點電位		mV	靈敏度		%
pH 計算值					
<b>Ba(OH)<sub>2</sub> 溶液之標定</b>					
標定濃度					
	M				
<b>HCl 溶液配製與標定</b>					
配製濃度約					
	M				
標定濃度					
	M				
<b>試樣中酸性物質之測定</b>					
mV 計法求得之重量					
	g				
mV 計法求得之含量					
	%				
查核試樣含量					
	%				
查核回收率					
	%				
<b>試樣中鹼性物質之測定</b>					
指示劑法求得之重量					
	g				
指示劑法求得之含量					
	%				
mV 計法求得之含量(可採逐步或直接計算)					
	%				
試樣平均含量		%	相對差異		%
請回答以下 2 個簡答題					

7 評審表 酸鹼滴定溶液之配製、標定與試樣之電位滴定曲線

姓名		檢定日期		年	月	日
准考證號碼		考場	第	考場	第	崗位
操作項目及配分		錯誤項目及扣分		錯誤項目及扣分		
基本操作技巧	天平之使用	8	<input type="checkbox"/> 1.使用前未注意或調整水平	4	<input type="checkbox"/> 2.稱重不在規定範圍	4
			<input type="checkbox"/> 3.未關門即稱重(精秤)	8	<input type="checkbox"/> 4.稱重時物品濺出	4
			<input type="checkbox"/> 5.稱重時先過量再取回	4	<input type="checkbox"/> 6.使用後未歸零	2
			<input type="checkbox"/> 7.使用前後未保持整潔	3	<input type="checkbox"/> 8.秤重容器殘留物品	8
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)			
	器皿操作及溶液配製	8	<input type="checkbox"/> 1.未使用適當之定量器皿	8	<input type="checkbox"/> 2.量瓶操作不正確	4
			<input type="checkbox"/> 3.未依實際狀況清洗或潤洗	4	<input type="checkbox"/> 4.吸量管操作不正確	4
			<input type="checkbox"/> 5.未用塑膠瓶盛裝 Ba(OH) <sub>2</sub>	8	<input type="checkbox"/> 6.其他(請記載事實)	8
	滴定操作	12	<input type="checkbox"/> 1.滴定管傾斜	3	<input type="checkbox"/> 2.裝液時溶液洩出	4
			<input type="checkbox"/> 3.裝液完尖端未充滿	6	<input type="checkbox"/> 4.裝液漏斗未取下	4
			<input type="checkbox"/> 5.滴定时未適當攪拌	5	<input type="checkbox"/> 6.指示劑未適時加入	6
			<input type="checkbox"/> 7.滴定過程溶液洩出	5	<input type="checkbox"/> 8.指示劑加量不適當	6
			<input type="checkbox"/> 9.滴定完未靜置數秒即讀值	5	<input type="checkbox"/> 10.終點判斷不正確	12
			<input type="checkbox"/> 11.未使用適當工具讀值	4	<input type="checkbox"/> 12.滴定前未充滿滴定管	4
			<input type="checkbox"/> 13.讀數不正確	8	<input type="checkbox"/> 14.其他(請記載事實)	
	電位計校正及操作	12	<input type="checkbox"/> 1.未測定並記錄溶液溫度	12	<input type="checkbox"/> 2.未計算零點電位或錯誤	4
			<input type="checkbox"/> 3.未計算斜率或錯誤	4	<input type="checkbox"/> 4.測定中電極未洗滌並拭乾	3
			<input type="checkbox"/> 5.未於穩定後方讀取數值	2	<input type="checkbox"/> 6.未以第3種緩衝液查核	4
			<input type="checkbox"/> 7.其他(請記載事實)	4		
	結果與數據	有以下 1~11 狀況，視為無結果以零分計算				
<input type="checkbox"/> 1.計算式不正確或計算錯誤			<input type="checkbox"/> 2.未依方法規定步驟操作。			
<input type="checkbox"/> 3.以量筒、量瓶等不適當器皿取準確體積。			<input type="checkbox"/> 4.未執行天平功能查核。			
<input type="checkbox"/> 5.指示劑使用錯誤。			<input type="checkbox"/> 6.樣品溶液之淨滴定體積 < 10 mL			
<input type="checkbox"/> 7.終點前後加入體積小於 0.20 mL 之點數 < 3 點			<input type="checkbox"/> 8.終點附近 $\Delta mV / \Delta V$ 值計算點數 < 3 點			
<input type="checkbox"/> 9.未依要求執行品管試樣檢測。			<input type="checkbox"/> 10.重複試樣相對差異 > 20%。			
<input type="checkbox"/> 11.查核試樣回收率未介於 80%~120%。						
其他缺失狀況及扣分標準，扣分係以單一測項計算，如有 2 測項時，扣分應為 2 倍						
<input type="checkbox"/> 1.樣品溶液淨滴定體積 < 15 mL		5	<input type="checkbox"/> 2.滴定曲線總點數 > 21 點	5		
<input type="checkbox"/> 3.曲線法滴定體積未介於指示劑法 140%~160%		5	<input type="checkbox"/> 4.分析結果有效數字不適當	5		
<input type="checkbox"/> 5.終點前後體積 $\leq 0.20$ mL 為 3 點		10	<input type="checkbox"/> 6.前項點數為 4 點，每測項	5		
<input type="checkbox"/> 7. $\Delta pH / \Delta V$ 值計算點數為 8 點		10	<input type="checkbox"/> 8.前項計算點數為 9 點	5		
<input type="checkbox"/> 9.未列出各量測值或計算值之單位(每個 1 分，最多 10 分)						
<input type="checkbox"/> 10.未回答結果紀錄表上之問題或錯誤(每題 5 分，最多 10 分)						
<input type="checkbox"/> 11.酸性成分測值與參考值之相對誤差 E%		E% > 4%,	扣分 = 1.5 × (E% - 4%)	30		
<input type="checkbox"/> 12.鹼性成分兩次測值之相對差異 S%		S% > 2.5%,	扣分 = 2 × (S% - 2.5%)	30		
<input type="checkbox"/> 13.鹼性成分平均測值與參考值之相對誤差 E%		E% > 4%,	扣分 = 1.5 × (E% - 4%)	30		
總分						

監評長簽名：\_\_\_\_\_

監評人員簽名：\_\_\_\_\_

## 伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第一站第三題

試題名稱：201-3 硫酸銅電鍍液之成分分析

- 1 操作說明：以容量分析法分析硫酸銅電鍍液之成分，包括
  - 1.1 利用鉗合滴定法定量硫酸銅
  - 1.2 利用氧化還原滴定法定量鐵離子
- 2 實驗步驟
  - 2.1 依術科承辦單位提供之天平操作標準作業程序進行天平功能查核。
  - 2.2 乙二胺四乙酸二鈉（EDTA-2Na）滴定溶液之配製及標定
    - 2.2.1 稱取  $3.7 \pm 0.1$  g EDTA-2Na，稀釋至 200 mL。
    - 2.2.2 精稱  $0.50 \pm 0.01$  g 碳酸鈣，以少量 6 M HCl 溶液溶解，加入適量試劑水，加熱至沸騰，冷卻後加入數滴甲基橙指示劑，以 NH<sub>4</sub>OH 或 HCl 溶液調整至甲基橙呈中間色調後，稀釋至 100 mL。
    - 2.2.3 取鈣標準溶液 25.0 mL，稀釋至 50 mL。
    - 2.2.4 加入 1 mL 緩衝液和適量指示劑，以 EDTA-2Na 溶液滴定。
  - 2.3 硫代硫酸鈉滴定溶液之配製及標定：
    - 2.3.1 精稱  $1.25 \pm 0.05$  g 硫代硫酸鈉並溶於適量試劑水中，加入 2 mL 1 M 氫氧化鈉溶液，稀釋至 200 mL，貯存於棕色瓶。
    - 2.3.2 稱取  $2.0 \pm 0.1$  g 碘化鉀，溶於 100 至 150 mL 試劑水，加入 1 mL 3 M 硫酸溶液及 20.00 mL 碘酸鉀標準溶液，稀釋至 200 mL，以硫代硫酸鈉溶液滴定至淡黃色，加入 2 mL 澱粉指示劑，繼續滴定至終點。
  - 2.4 硫酸銅之定量
    - 2.4.1 取適量電鍍液，加入試劑水 50 mL 及濃硝酸 3.0 mL，煮沸數分鐘。
    - 2.4.2 冷卻後加入濃氨水至呈深藍色後過濾，並以少量稀氨水洗滌沉澱。
    - 2.4.3 加 100 mL 試劑水於濾液中，煮沸 5 分鐘。
    - 2.4.4 冷卻後加入適量指示劑，以 EDTA-2Na 溶液滴定。
  - 2.5 鐵離子之定量
    - 2.5.1 取適量電鍍液，加入試劑水 50 mL 及濃硝酸 3.0 mL，煮沸數分鐘。
    - 2.5.2 冷卻後加入濃氨水至呈深藍色後過濾，並以少量稀氨水洗滌沉澱。
    - 2.5.1 以 6 M HCl 溶液溶解沉澱後，加入 5 g KI，以錶玻璃覆蓋，於暗處靜置 5 分鐘。

2.5.2 以硫代硫酸鈉溶液滴定至淡黃色，加入 2 mL 澱粉指示劑，繼續滴定至終點。

## 2.6 品質管制：

2.6.1 查核試樣：分析術科承辦單位提供已知硫酸銅含量之查核試樣，計算回收率。

2.6.2 重複試樣：依步驟鐵離子之定量執行，計算相對差異。

2.7 廢液處理：將剩餘試劑及檢驗廢液依性質傾倒於術科承辦單位準備之容器。

元素	Al	Ba	Ca	Cl	Cu	F	Fe	K
原子量	26.99	137.33	40.08	35.45	63.55	19.00	55.85	39.10
元素	I	Mg	Mn	Na	P	S	Si	Zn
原子量	126.90	24.31	54.94	22.99	30.97	32.07	28.09	65.41

## 3 設備及器皿

## 硫酸銅電鍍液之成分分析

名 稱	規 格	數 量
1 天平	靈敏度 0.0001 g，附 200 g（或全幅）及 10 g 砝碼各 1 顆（可 2 人共用 1 台）。	1 台
2 磁攪拌器	附攪拌子。	1 台
3 過濾裝置		1 套
4 定量濾紙	配合過濾裝置使用。	10 張
5 加熱裝置		1 套
6 定量瓶	100 mL，A 級。	2 支
7 定量瓶	200 mL，A 級。	4 支
8 量筒	100 mL	1 支
9 滴定管	25 或 50 mL，A 級。	2 支
10 球型吸量管	2 mL，A 級。	2 支
11 球型吸量管	5 mL，A 級。	2 支
12 球型吸量管	10 mL，A 級。	2 支
13 球型吸量管	20 mL，A 級。	2 支
14 刻度吸量管	2 mL，A 級。	3 支
15 刻度吸量管	5 mL，A 級。	1 支
16 其他必要器皿	視需要供給。	1 組

註：1.本表所列設備及器皿係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.應檢人應依術科承辦單位提供之設備及器皿進行測試，不得額外要求，如造成損壞時，除應照價賠償外，監評人員得視情節酌扣得分。

## 4 試劑及樣品

## 硫酸銅電鍍液之成分分析

名	稱	規	格	數量
1	濃硝酸	16 M。		20 mL
2	濃氨水			20 mL
3	6 M HCl 溶液	500 mL 濃鹽酸加入適量試劑水中，稀釋至 1 L。		20 mL
4	3 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 溶液	168 mL 濃硫酸加入適量試劑水中，稀釋至 1 L。		10 mL
5	NH <sub>4</sub> OH 溶液(1:1)	濃氨水與試劑水以 1:1 比例混合。		20 mL
6	1 M NaOH 溶液	40 g 氫氧化鈉，稀釋至 1 L，混合均勻放置於 PE 瓶。		10 mL
7	乙二胺四乙酸二鈉	含 2 個結晶水。		1 g
8	硫代硫酸鈉	含 5 個結晶水。		5 g
9	碳酸鈣	105°C 乾燥過夜，放於乾燥器內或密栓瓶內備用。		1 g
10	碘化鉀	不含碘酸鹽。		20 g
11	緩衝液	67.5 g 氯化氨及 570 mL 氨水混合後稀釋至 1L。		10 mL
12	MX 指示劑	murexide ( ammonium purpurate 紫尿酸銨) 0.2 g 與氯化鈉 100 g 混合磨碎。		3 g
13	EBT 指示劑	0.5 g Eriochrome Black T 溶解於 100 mL 70% 乙醇。		5 mL
14	甲基橙指示劑	0.1 g 溶於 100 mL 熱試劑水中。		5 mL
15	0.002083 M KH(IO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 標準溶液	0.8124 g 碘酸氫鉀溶於試劑水中，稀釋至 1000 mL。		50 mL
16	2% 澱粉溶液	2 g 可溶性澱粉加少量試劑水攪拌成乳狀，倒入 100 mL 沸騰試劑水中，煮沸數分鐘後靜置一夜，加入 0.2 g 水楊酸保存。		20 mL
17	電鍍液	依步驟規定之取樣體積進行滴定时，滴定終點之體積以不少於 15 mL 為原則。		40 mL
18	查核電鍍液	應標示濃度。		20 mL
19	試劑水			2 L

註：1.本表所列設備及試藥量係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加，且各人使用之試藥及試劑應以單獨容器盛裝。

2.本表中各種試藥除規格欄中另行註明者，均應使用分析級

## 5 結果報告表

## 硫酸銅電鍍液之成分分析

姓 名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼		考 場	第	試場	第 崗位

一、天平功能查核

\_\_\_\_\_g 砝碼，器示值：\_\_\_\_\_g，器差 $\leq 0.0005$  g：是 否  
 如否，請以標準砝碼進行校準；校準後器示值\_\_\_\_\_g

\_\_\_\_\_g 砝碼，器示值：\_\_\_\_\_g，器差 $\leq 0.0005$  g：是 否  
 如否，請監評人員處理

二、EDTA-2Na 滴定溶液之配製與標定  $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$ ， \_\_\_\_\_g/mol

EDTA-2Na 重\_\_\_\_\_g， 製備\_\_\_\_\_mL， 指示劑\_\_\_\_\_

碳酸鈣重 \_\_\_\_\_g， 製備\_\_\_\_\_mL， 鈣溶液取\_\_\_\_\_mL

滴定初讀數 \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL， 滴定體積\_\_\_\_\_mL

三、硫代硫酸鈉滴定溶液之配製與標定

$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  重\_\_\_\_\_g， 製備\_\_\_\_\_mL， 指示劑\_\_\_\_\_

$KH(IO_3)_2$  體積\_\_\_\_\_mL

滴定初讀數 \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL， 滴定體積\_\_\_\_\_mL

四、試樣中硫酸銅含量之測定

試樣溶液體積 1\_\_\_\_\_mL，指示劑\_\_\_\_\_

查核試樣含量 \_\_\_\_\_，查核溶液體積\_\_\_\_\_mL

滴定初讀數 \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL， 滴定體積\_\_\_\_\_mL

查核溶液初讀數\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL， 滴定體積\_\_\_\_\_mL

五、試樣中鐵含量之測定 ，查核試樣含量\_\_\_\_\_ ( )

試樣體積 1 \_\_\_\_\_mL，體積 2 \_\_\_\_\_mL， 指示劑\_\_\_\_\_

滴定初讀數 1\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL， 滴定體積\_\_\_\_\_mL

滴定初讀數 2\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL， 滴定體積\_\_\_\_\_mL

重要數據經確認無誤 監評人員簽名：\_\_\_\_\_ 操作時間：\_\_\_\_\_時\_\_\_\_\_分

## 6 結果計算表

## 硫酸銅電鍍液之成分分析

姓 名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼		考 場	第	試場	第 崗位
<b>EDTA-2Na 滴定溶液之配製與標定</b>					
配製濃度約					M
標定濃度					M
鈣溶液濃度					M
相當銅濃度					mg Cu/mL
<b>硫代硫酸鈉滴定溶液之配製與標定</b>					
配製濃度約					M
標定濃度					M
<b>試樣中硫酸銅含量之測定</b>					
硫酸銅重量					g
硫酸銅含量					g/100 mL
查核試樣含硫酸銅(可採逐步或直接計算)		g/100 mL	回收率		%
<b>試樣中鐵含量之測定</b>					
試樣 1 鐵質量					g
試樣 1 鐵含量					g/100 mL
試樣 2 鐵含量(可採逐步或直接計算)					g/100 mL
試樣平均含量		%	相對差異		%
請回答以下 2 個簡答題					

## 7 評審表

## 硫酸銅電鍍液之成分分析

姓 名		檢定日期		年 月 日		
准考證號碼		考 場		第 考場 第 崗位		
操作項目及配分		錯誤項目及扣分		錯誤項目及扣分		
基本 操作 技巧 40%	天平之 使用	12	<input type="checkbox"/> 1.使用前未注意或調整水平	6	<input type="checkbox"/> 2.稱重不在規定範圍	6
			<input type="checkbox"/> 3.未關門即稱重(精秤)	12	<input type="checkbox"/> 4.稱重時物品濺出	4
			<input type="checkbox"/> 5.稱重時先過量再取回	4	<input type="checkbox"/> 6.使用後未歸零	3
			<input type="checkbox"/> 7.使用前後未保持整潔	3	<input type="checkbox"/> 8.秤重容器殘留物品	8
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)			
	器皿操 作及溶 液配製	12	<input type="checkbox"/> 1.未使用適當之定量器皿	12	<input type="checkbox"/> 2.量瓶操作不正確	6
			<input type="checkbox"/> 3.未依實際狀況清洗或潤洗	6	<input type="checkbox"/> 4.吸量管操作不正確	6
			<input type="checkbox"/> 5.其他(請記載事實)			
	滴定 操作	16	<input type="checkbox"/> 1.滴定管傾斜	4	<input type="checkbox"/> 2.裝液時溶液洩出	6
			<input type="checkbox"/> 3.裝液完尖端未充滿	8	<input type="checkbox"/> 4.裝液漏斗未取下	6
			<input type="checkbox"/> 5.滴定時未適當攪拌	7	<input type="checkbox"/> 6.指示劑未適時加入	8
			<input type="checkbox"/> 7.滴定過程溶液洩出	7	<input type="checkbox"/> 8.指示劑加量不適當	8
			<input type="checkbox"/> 9.滴定完未靜置數秒即讀值	7	<input type="checkbox"/> 10.終點判斷不正確	16
			<input type="checkbox"/> 11.未使用適當工具讀值	6	<input type="checkbox"/> 12.滴定前未充滿滴定管	6
<input type="checkbox"/> 13.讀數不正確			8	<input type="checkbox"/> 14.其他(請記載事實)		
結 果 與 數 據 處 理 60%	有以下 1~10 種狀況，視為無結果以零分計算					
	<input type="checkbox"/> 1.計算式不正確或計算錯誤。		<input type="checkbox"/> 2.未依方法規定操作時。			
	<input type="checkbox"/> 3.以量筒、量瓶等不適當器皿取準確體積。		<input type="checkbox"/> 4.未執行天平功能查核。			
	<input type="checkbox"/> 5.指示劑使用錯誤。		<input type="checkbox"/> 6.過濾操作方式錯誤。(列舉事實)			
	<input type="checkbox"/> 7.樣品溶液之淨滴定體積 < 10 mL。		<input type="checkbox"/> 8.未依要求執行品管試樣檢測。			
	<input type="checkbox"/> 9.重複試樣相對差異 > 20%。		<input type="checkbox"/> 10.查核試樣回收率未介於 80%~120%。			
	其他缺失狀況及扣分標準，扣分係以單一測項計算，如有 2 測項時，扣分應為 2 倍					
	<input type="checkbox"/> 1.樣品溶液淨滴定體積 < 15 mL		5	<input type="checkbox"/> 2.沉澱淋洗不足		10
	<input type="checkbox"/> 3.EDTA-2Na 溶液未存於塑膠瓶		5	<input type="checkbox"/> 4.硫代硫酸鈉溶液未存於棕色瓶		5
	<input type="checkbox"/> 5.最終濾液混濁。		10			
<input type="checkbox"/> 6.未列出各量測值或計算值之單位(每個 1 分，最多 10 分)						
<input type="checkbox"/> 7.未回答結果紀錄表上之問題或錯誤(每題 5 分，最多 10 分)						
<input type="checkbox"/> 8.硫酸銅測值與參考值之相對誤差 E%		E% > 4%, 扣分 = 1.5 × (E% - 4%)		30		
<input type="checkbox"/> 9.鐵兩次測值之相對差異 S%		S% > 2.5%, 扣分 = 2 × (S% - 2.5%)		30		
<input type="checkbox"/> 10.鐵平均測值與參考值之相對誤差 E%		E% > 4%, 扣分 = 1.5 × (E% - 4%)		30		
總分						

監評長簽名：\_\_\_\_\_

監評人員簽名：\_\_\_\_\_

## 伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第一站第四題

試題名稱：201-4 天然石灰石中氧化鈣含量之測定

- 1 操作說明：天然石灰石試樣經研磨、過篩後，以鹽酸溶解，再以下述 2 種方式測定所含之氧化鈣（或鈣）含量。
  - 1.1 試樣溶液與草酸鹽作用產生草酸鈣沉澱，過濾並洗去多餘之草酸鹽後，溶於硫酸中，以過錳酸鉀溶液滴定。
  - 1.2 試樣溶液調整至 pH 12~13 後，以乙二胺四乙酸二鈉溶液滴定。
- 2 實驗步驟
  - 2.1 依承辦單位提供之天平操作標準作業程序進行天平功能查核。
  - 2.2 過錳酸鉀溶液之標定
    - 2.2.1. 精秤  $0.20 \pm 0.02$  g 草酸鈉，以 1.0 M 硫酸稀釋至 50 mL。
    - 2.2.2. 計算相當於 80%草酸鈉之 0.02 M 過錳酸鉀溶液體積（至個位數），在室溫下一次加入。
    - 2.2.3. 靜置，待溶液澄清後加熱至 60 °C 左右，再以過錳酸鉀溶液滴定。
    - 2.2.4. 以 80 mL 1.0 M 硫酸溶液依相同步驟進行空白滴定。
  - 2.3 乙二胺四乙酸二鈉（EDTA-2Na）溶液之標定
    - 2.3.1. 鈣標準溶液之配製：精秤  $0.20 \pm 0.01$  g 碳酸鈣，加入少量稀鹽酸溶解，加適量試劑水，加熱至沸騰，冷卻，加入數滴甲基橙指示劑，以  $\text{NH}_4\text{OH}$  或  $\text{HCl}$  溶液調整至甲基橙之顏色呈現中間色調後，稀釋至 100 mL。
    - 2.3.2. 取鈣標準溶液 25.0 mL，稀釋至 50 mL。
    - 2.3.3. 加入 1 mL 緩衝液和適量指示劑，以 EDTA-2Na 溶液滴定。
  - 2.4 試樣前處理
    - 2.4.1. 天然石灰石試樣，以研鉢研磨至粉狀，使全量通過 150  $\mu\text{m}$  篩。
    - 2.4.2. 過篩後之試樣在 105~110°C 之烘箱中乾燥 1 小時，保存於乾燥器。（為避免乾燥時間過長，試樣先由承辦單位研磨烘乾，檢定時應檢人應有研磨動作，烘乾步驟可省略）。
    - 2.4.3. 精秤  $0.50 \pm 0.02$  g 乾燥試樣，以 5 mL 濃鹽酸溶解並過濾後，稀釋至 100 mL。

## 2.5 以氧化還原滴定法測定氧化鈣含量

- 2.5.1. 精取試樣溶液 25.0 mL，加熱至沸騰，並加入 40 mL 熱草酸銨溶液。
- 2.5.2. 加入 1-2 滴甲基紅，逐滴加入 6 M 氨水，使草酸鈣沉澱直至溶液呈黃色為止。
- 2.5.3. 靜置至少半小時後過濾。
- 2.5.4. 將沉澱物移入燒杯中，加入 50 mL 1.0 M 硫酸溶液使沉澱物溶解。
- 2.5.5. 加熱至 60°C 左右，以過錳酸鉀溶液滴定。

## 2.6 以鉗合滴定法測定氧化鈣含量

- 2.6.1. 精取試樣溶液 10.0 mL，稀釋至 50 mL。
- 2.6.2. 加入 2 滴甲基橙指示劑，以 1 M 氫氧化鈉溶液調整至變色，再加入 5 mL 氫氧化鈉溶液。
- 2.6.3. 攪拌試樣溶液，加入適量指示劑，以 EDTA-2Na 溶液滴定。

## 2.7 品質管制：

- 2.7.1 查核試樣：以術科承辦單位提供已知含量之固體氧化鈣試樣或含鈣試樣溶液進行鉗合滴定，計算回收率。
- 2.7.2 重複試樣：以 2.4.3 製備之樣品溶液依步驟鉗合滴定法測定氧化鈣含量執行重複測試。

## 2.8 廢液處理：將剩餘試劑及檢驗廢液依性質傾倒於術科承辦單位準備之容器。

元素	Al	Ba	Ca	Cl	Cu	F	Fe	K
原子量	26.99	137.33	40.08	35.45	63.55	19.00	55.85	39.10
元素	I	Mg	Mn	Na	P	S	Si	Zn
原子量	126.90	24.31	54.94	22.99	30.97	32.07	28.09	65.41

## 3 設備及器皿

## 天然石灰石中氧化鈣含量之測定

名 稱	規 格	數 量
1 天平	靈敏度 0.0001 g，附 200 g（或全幅）及 10 g 砝碼各 1 顆（可 2 人共用 1 台）。	1 台
2 研鉢		1 個
3 磁攪拌器	附攪拌子。	1 台
4 過濾裝置	附定量濾紙。	1 套
5 加熱裝置		1 套
6 定量瓶	50 mL，A 級。	2 支
7 定量瓶	100 mL，A 級。	2 支
8 定量瓶	250 mL，A 級。	1 支
9 量筒	100 mL。	2 支
10 滴定管	25 或 50 mL，A 級。	2 支
11 球型吸量管	10 mL，A 級。	2 支
12 球型吸量管	25 mL，A 級。	3 支
13 刻度吸量管	2 mL，A 級。	3 支
14 刻度吸量管	20 mL，A 級。	1 支
15 其他必要器皿	視需要供給。	1 組

註：1.本表所列設備及器皿係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.應檢人應依術科承辦單位提供之設備及器皿進行測試，不得額外要求，如造成損壞時，除應照價賠償外，監評人員得視情節酌扣得分。

## 4 試劑及樣品

## 天然石灰石中氧化鈣含量之測定

名	稱	規	格	數 量
1	濃鹽酸	12 M。		30 mL
2	碳酸鈣	105 °C 乾燥過夜，置於乾燥器或密栓瓶。		1 g
3	草酸鈉	105 °C 烘乾後，置於乾燥器。		1 g
4	乙二胺四乙酸二鈉	80 °C 乾燥 2 小時後，置於乾燥器中。		5 g
5	1 M 硫酸	56 mL 濃硫酸，稀釋至 1 L。		250 mL
6	1 M 氫氧化鈉溶液	40 g 氫氧化鈉，稀釋至 1 L。		50 mL
7	6 M 氨水	40 mL 濃氨水，稀釋至 100 mL。		100 mL
8	0.02 M 過錳酸鉀溶液	3.20 克過錳酸鉀溶於 1 L 去離子水中加熱至沸騰，保持高溫約 1 小時，冷卻過濾後儲存於褐色玻璃瓶。		250 mL
9	0.02 M EDTA-2Na 溶液	1.9 g EDTA-2Na 溶於試劑水中，稀釋至 250 mL。		250 mL
10	緩衝液	67.5 g 氯化氨及 570 mL 氨水加入 5 g EDTA 之鎂鹽（市售品）混合後稀釋至 1L。 如無市售 EDTA 之鎂鹽，可溶解 4.716 g 含二個結晶水之 EDTA 二鈉鹽（分析級）和 3.12 g 硫酸鎂（MgSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O）或 2.576 g 氯化鎂（MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O）於 200 mL 蒸餾水中，再進行混合。		10 mL
11	6%(W/V)草酸銨溶液	30 g 草酸銨溶於試劑水中，稀釋至 500 mL。		100 mL
12	EBT 指示劑	0.5 g Eriochrome Black T 溶解於 100 mL 70% 乙醇。		5 mL
13	甲基紅指示劑	0.1 g 甲基紅溶於 100 mL 95 % 乙醇中；應標示 pKa (5.1) 及 pH 變色範圍 (4.4~6.2)，紅變黃。		5 mL
14	甲基橙指示劑	0.1 g 甲基橙溶於 100 mL 試劑水中；應標示 pKa (3.4) 及 pH 變色範圍 (3.1~4.4)，紅變橙。		5 mL
15	MX 指示劑	murexide (ammonium purpurate 紫尿酸銨) 0.2 g 與氯化鈉 100 g 混合磨碎。		10 g
16	試樣(天然石灰石)	以研鉢研磨至粉狀，取通過 150 μm 篩部分於 105~110°C 之烘箱中乾燥 1 小時，保存於乾燥器。配製成試樣溶液後，依步驟規定之取樣體積進行滴定时，滴定終點之體積以不少於 15 mL 為原則。		2 g
17	查核試樣	可為固體或液體試樣，應標示含量。		1 g
18	試劑水			2 L

註：1.本表所列試藥及樣品量係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.本表所列各試藥及樣品應以單獨容器盛裝。

3.應檢人應依術科承辦單位提供試藥及樣品進行測試，不得額外要求。

4.本表中各種試藥除規格欄中另行註明者，均應使用分析級。

5 結果報告表 天然石灰石中氧化鈣含量之測定

姓名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼		考場	第	試場	第
			第	崗位	

一、天平功能查核

\_\_\_\_\_g 砝碼，器示值：\_\_\_\_\_g，器差 $\leq 0.0005$ g：是 否  
 如否，請以標準砝碼進行校準；校準後器示值\_\_\_\_\_g

\_\_\_\_\_g 砝碼，器示值：\_\_\_\_\_g，器差 $\leq 0.0005$ g：是 否  
 如否，請監評人員處理

二、過錳酸鉀溶液之標定 指示劑\_\_\_\_\_

草酸鈉重\_\_\_\_\_g，預估滴定體積\_\_\_\_\_mL，預加體積\_\_\_\_\_mL (整數)  
 滴定初讀數\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL  
 空白滴定初讀數\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

三、EDTA-2Na 溶液之配製與標定 指示劑\_\_\_\_\_

碳酸鈣重 \_\_\_\_\_g， 製備\_\_\_\_\_mL， 鈣溶液取\_\_\_\_\_mL  
 滴定初讀數 \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL， 滴定體積\_\_\_\_\_mL

四、試樣及試樣溶液製備

試樣重 \_\_\_\_\_g， 製備\_\_\_\_\_mL  
 查核試樣重 \_\_\_\_\_g， 製備\_\_\_\_\_mL， 含量\_\_\_\_\_ ( )

五、以氧化還原滴定法測定試樣中氧化鈣

樣品溶液體積 1 \_\_\_\_\_mL， 指示劑\_\_\_\_\_  
 滴定初讀數 1 \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL， 滴定體積\_\_\_\_\_mL

六、以鉈合滴定法測定試樣中氧化鈣含量 指示劑\_\_\_\_\_

樣品溶液體積 1 \_\_\_\_\_mL，體積 2 \_\_\_\_\_mL，查核樣品體積\_\_\_\_\_mL  
 滴定初讀數 1 \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL， 滴定體積\_\_\_\_\_mL  
 滴定初讀數 2 \_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL， 滴定體積\_\_\_\_\_mL  
 查核樣品溶液初讀數\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL， 滴定體積\_\_\_\_\_mL

重要數據經確認無誤 監評人員簽名：\_\_\_\_\_ 操作時間：\_\_\_\_時\_\_\_\_分

## 6 結果計算表

## 天然石灰石中氧化鈣含量之測定

姓 名		檢定日期	年	月	日	
准考證號碼		考 場	第	試場	第 崗位	
<b>過錳酸鉀溶液之標定</b>						
預估滴定體積						mL
標定濃度						M
<b>EDTA-2Na 溶液之標定</b>						
標定濃度						M
鈣溶液濃度						M
相當 CaO 濃度						mg CaO/mL
<b>以氧化還原滴定法測定試樣中氧化鈣</b>						
試樣 1 CaO 重量						g
試樣 1 CaO 含量						%
<b>以鉗合滴定法測定試樣中氧化鈣含量</b>						
試樣 1 CaO 重量						g
試樣 1 CaO 含量						%
試樣 2 CaO 含量(可採逐步或 直接計算)						%
試樣平均含量	%	相對差異				%
查核試樣 CaO 含量(可採逐步 或直接計算)				%	回收率	%
<b>請回答以下 2 個簡答題</b>						

## 7 評審表

## 天然石灰石中氧化鈣含量之測定

姓名		檢定日期		年 月 日		
准考證號碼		考 場		第 考場 第 崗位		
操作項目及配分		錯誤項目及扣分		錯誤項目及扣分		
基本 操作 技巧 40%	天平之 使用	12	<input type="checkbox"/> 1.使用前未注意或調整水平	6	<input type="checkbox"/> 2.稱重不在規定範圍	6
			<input type="checkbox"/> 3.未關門即稱重(精秤)	12	<input type="checkbox"/> 4.稱重時物品濺出	4
			<input type="checkbox"/> 5.稱重時先過量再取回	4	<input type="checkbox"/> 6.使用後未歸零	3
			<input type="checkbox"/> 7.使用前後未保持整潔	3	<input type="checkbox"/> 8.秤重容器殘留物品	8
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)			
	器皿操 作及溶 液配製	12	<input type="checkbox"/> 1.未使用適當之定量器皿	12	<input type="checkbox"/> 2.量瓶操作不正確	6
			<input type="checkbox"/> 3.未依實際狀況清洗或潤洗	6	<input type="checkbox"/> 4.吸量管操作不正確	6
			<input type="checkbox"/> 5.其他(請記載事實)			
	滴定 操作	16	<input type="checkbox"/> 1.滴定管傾斜	4	<input type="checkbox"/> 2.裝液時溶液洩出	6
			<input type="checkbox"/> 3.裝液完尖端未充滿	8	<input type="checkbox"/> 4.裝液漏斗未取下	6
			<input type="checkbox"/> 5.滴定時未適當攪拌	7	<input type="checkbox"/> 6.指示劑未適時加入	8
			<input type="checkbox"/> 7.滴定過程使溶液洩出	7	<input type="checkbox"/> 8.指示劑加量不適當	8
			<input type="checkbox"/> 9.滴定完未靜置數秒即讀值	7	<input type="checkbox"/> 10.終點判斷不正確	16
			<input type="checkbox"/> 11.未使用適當工具讀值	6	<input type="checkbox"/> 12.滴定前未充滿滴定管	6
<input type="checkbox"/> 13.讀數不正確			8	<input type="checkbox"/> 14.其他(請記載事實)		
結 果 與 數 據 處 理 60%	有以下 1~10 種狀況，視為無結果以零分計算					
	<input type="checkbox"/> 1.計算式不正確或計算錯誤。		<input type="checkbox"/> 2.未依方法規定操作時。			
	<input type="checkbox"/> 3.以量筒、量瓶等不適當器皿取準確體積。		<input type="checkbox"/> 4.未執行天平功能查核。			
	<input type="checkbox"/> 5.指示劑使用錯誤。		<input type="checkbox"/> 6.過濾操作方式錯誤。(列舉事實)			
	<input type="checkbox"/> 7.樣品溶液之淨滴定體積 < 10 mL。		<input type="checkbox"/> 8.未依要求執行品管試樣檢測。			
	<input type="checkbox"/> 9.重複試樣相對差異 > 20%。		<input type="checkbox"/> 10.查核試樣回收率未介於 80%~120%。			
	其他缺失狀況及扣分標準，扣分係以單一測項計算，如有 2 測項時，扣分應為 2 倍					
	<input type="checkbox"/> 1.試樣溶液淨滴定體積<15 mL	5	<input type="checkbox"/> 2.沉澱淋洗不足	10		
	<input type="checkbox"/> 3. EDTA-2Na 溶液未存於塑膠瓶	5	<input type="checkbox"/> 4.最終濾液混濁	10		
	<input type="checkbox"/> 5.未列出各量測值或計算值之單位(每個 1 分，最多 10 分)					
	<input type="checkbox"/> 6.未回答結果紀錄表上之問題或錯誤(每題 5 分，最多 10 分)					
	<input type="checkbox"/> 7.鉗合滴定法兩次測值之相對差異 S%	S%>2.5%, 扣分=2×(S%-2.5%)		30		
	<input type="checkbox"/> 8.鉗合滴定法平均測值與參考值之相對誤差 E%	E%>4%, 扣分=1.5×(E%-4%)		30		
	<input type="checkbox"/> 9.氧化還原法測值與參考值之相對誤差 E%	E%>4%, 扣分=1.5×(E%-4%)		30		
總分						

監評長簽名：\_\_\_\_\_

監評人員簽名：\_\_\_\_\_

## 伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第一站第五題

試題名稱：201-5 聚氯化鋁中氧化鋁含量及鹼度之測定

### 1 操作說明：

- 1.1 將聚氯化鋁試樣以硝酸處理，使聚合鋁成爲鋁離子，加過剩之乙二胺四乙酸二鈉 (EDTA-2Na) 溶液，與鋁離子形成鉗合物，殘留之 EDTA-2Na 以鋅溶液逆滴定，可求出試樣中之氧化鋁含量。
- 1.2 加鹽酸於聚氯化鋁試樣並煮沸後，加入氟化鉀溶液掩蔽鋁，再以氫氧化鈉溶液滴定，可求出聚氯化鋁試樣之鹼度。

### 2 實驗步驟

- 2.1 依術科承辦單位提供之天平操作標準作業程序進行天平功能查核。
- 2.2 鋅滴定溶液之配製及標定
  - 2.2.1 稱取  $0.87 \pm 0.02$  g 乙酸鋅，溶於適量試劑水中，加入濃鹽酸 2~3 mL 並稀釋至 200 mL。
  - 2.2.2 取 0.05 M EDTA-2Na 溶液 20 mL，加入試劑水 20 mL 及硝酸 (1+12) 2 mL。
  - 2.2.3 使用乙酸鈉溶液調整試樣溶液之 pH 值至約爲 3 (以 pH 3~5 試紙確認) 後，煮沸約 2 分鐘。
  - 2.2.4 冷卻後，加乙酸鈉溶液約 10 mL 及適量指示劑，以鋅溶液滴定，記錄爲空白滴定體積。
  - 2.2.5 取鋁標準溶液 20 mL 及 0.05 M EDTA-2Na 溶液 20 mL，加硝酸 (1+12) 2 mL，覆蓋錶玻璃，煮沸 1 分鐘後冷卻，依步驟 2.2.3 ~2.2.4 操作。
  - 2.2.6 由鋅溶液使用量計算鋅溶液 1 mL 之鋁相當量 (mg Al/mL)。
- 2.3 氫氧化鈉滴定溶液之配製及標定
  - 2.3.1 取 3.3 mL 之 50% 氫氧化鈉溶液，稀釋至 250 mL，保存於適當容器。
  - 2.3.2 精稱  $1.0 \pm 0.05$  g 鄰苯二甲酸氫鉀，溶於 50 mL 試劑水，加入適量指示劑，以氫氧化鈉溶液滴定。
- 2.4 試樣中氧化鋁之測定
  - 2.4.1 精稱試樣  $2.0 \pm 0.1$  g，稀釋至 100 mL。

2.4.2 取 20 mL 試樣溶液，加硝酸 (1+12) 2 mL，覆蓋錶玻璃並煮沸 1 分鐘，冷卻後，加 0.05 M EDTA-2Na 溶液 20 mL，依步驟 2.2.3 ~2.2.4 操作。

## 2.5 試樣中鹼度之測定

2.5.1 精秤試樣  $1.00 \pm 0.05$  g，稀釋至 25 mL。

2.5.2 加 0.25 M HCl 溶液 30 mL，覆蓋錶玻璃，於水浴中加熱 10 分鐘，冷卻後，加入氟化鉀溶液 25 mL。

2.5.3 加入適量指示劑，以 0.25 M NaOH 溶液滴定。

2.5.4 取試劑水 25 mL，依步驟 2.5.2~2.5.3 操作。

## 2.6 品質管制：

2.6.1 查核試樣：依術科承辦單位提供已知氧化鋁濃度之查核試樣依步驟 2.4 操作，求出回收率。

2.6.2 重複試樣：執行鹼度之重複秤重及滴定。

2.7 廢液處理：將剩餘試劑及檢驗廢液依性質傾倒於術科承辦單位準備之容器。

元素	Al	Ba	Ca	Cl	Cu	F	Fe	K
原子量	26.99	137.33	40.08	35.45	63.55	19.00	55.85	39.10
元素	I	Mg	Mn	Na	P	S	Si	Zn
原子量	126.90	24.31	54.94	22.99	30.97	32.07	28.09	65.41

## 3 設備及器皿

## 聚氯化鋁中氧化鋁含量及鹼度之測定

名 稱	規 格	數 量
1 天平	靈敏度 0.0001 g，附 200 g（或全幅）及 10 g 砝碼各 1 顆（可 2 人共用 1 台）。	1 台
2 磁攪拌器	附攪拌子。	1 台
3 加熱裝置		1 套
4 水浴裝置		1 台
5 定量瓶	100 mL，A 級。	2 支
6 定量瓶	200 mL，A 級。	1 支
7 定量瓶	250 mL，A 級。	1 支
8 量筒	100 mL。	2 支
9 滴定管	25 或 50 mL，A 級。	2 支
10 球型吸量管	20 mL，A 級。	2 支
11 球型吸量管	25 mL，A 級。	2 支
12 球型吸量管	30 mL，A 級。	1 支
13 刻度吸量管	2 mL，A 級。	3 支
14 刻度吸量管	10 mL，A 級。	1 支
15 刻度吸量管	5 mL，塑膠材質。	1 支
16 其他必要器皿	視需要供給。	1 組

註：1.本表所列設備及器皿係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.應檢人應依術科承辦單位提供之設備及器皿進行測試，不得額外要求，如造成損壞時，除應照價賠償外，監評人員得視情節酌扣得分。

## 4 試劑及樣品

## 聚氯化鋁中氧化鋁含量及鹼度之測定

名 稱	規 格	數 量
1 乙酸鋅		2 g
2 鹽酸	37 %。	10 mL
3 0.25 M 鹽酸溶液	取 21 mL 濃鹽酸，稀釋至 1 L。	150 mL
4 50% 氫氧化鈉溶液	100 g 氫氧化鈉溶於 100 mL 試劑水中，混合均勻放置於 PE 瓶至溶液澄清。	10 mL
5 1+12 硝酸	濃硝酸與試劑水以 1：12 比例混合。	15 mL
6 鋁標準液 (1 mg Al/ mL)	1.000 g 鋁放於燒杯，覆蓋錶玻璃，小心加少量硝酸 (1+1) 並加熱溶解。放冷後，以試劑水稀釋至 1000 mL。	50 mL
7 0.05M EDTA-2Na 溶液	18.61 g 二水合乙二胺四乙酸二鈉溶於水，稀釋至 1 L，移入聚乙烯製氣密容器儲存。	150 mL
8 乙酸鈉溶液	緩衝用，272 g 三水合乙酸鈉溶於水，稀釋至 1 L。	100 mL
9 氟化鉀溶液	500 g 氟化鉀溶於水，稀釋至 1 L。	100 mL
10 pH 試紙	pH 3~5。	5 張
11 酚酞指示劑	1 g 酚酞溶於 100 mL 乙醇中。	5 mL
12 甲基橙指示劑	0.1 g 甲基橙溶於 100 mL 試劑水中。	5 mL
13 EBT 指示劑	0.5 g Eriochrome Black T 溶解於 100 mL 70% 乙醇。	5 mL
14 MX 指示劑	Murexide ( ammonium purpurate 紫尿酸銨) 0.2 g 與氯化鈉 100 g 混合磨碎。	10 g
15 二甲酚橙溶液	0.1 g 二甲酚橙溶於水，稀釋至 100 mL。	5 mL
16 多元氯化鋁試樣	採用 CNS 規範，含氧化鋁 10~11%，鹼度 45~65%。	10 mL
17 查核試樣	應標示濃度。	10 mL
18 試劑水		2 L

註：1.本表所列設備及試藥量係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加，且各人使用之試藥及試劑應以單獨容器盛裝。

2.本表中各種試藥除規格欄中另行註明者，均應使用分析級。

## 5 結果報告表

## 聚氯化鋁中氧化鋁含量及鹼度之測定

姓名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼		考場	第	試場	第
				第	崗位

## 一、天平功能查核

\_\_\_\_\_g 砝碼，器示值：\_\_\_\_\_g，器差 $\leq 0.0005$  g：是 否

如否，請以標準砝碼進行校準，校準後器示值：\_\_\_\_\_g

\_\_\_\_\_g 砝碼，器示值：\_\_\_\_\_g，器差 $\leq 0.0005$  g：是 否

如否，請監評人員處理

二、乙酸鋅滴定溶液之配製與標定  $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$  分子量\_\_\_\_\_g/mol 指示劑\_\_\_\_\_

乙酸鋅重\_\_\_\_\_g，製備\_\_\_\_\_mL

EDTA-2Na 濃度\_\_\_\_\_M，取\_\_\_\_\_mL

空白初讀數\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

鋁標準溶液濃度\_\_\_\_\_mg/mL，加入體積\_\_\_\_\_mL

滴定初讀數\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

## 三、氫氧化鈉滴定溶液之配製與標定 濃 NaOH 濃度\_\_\_\_\_，密度約\_\_\_\_\_g/mL

分子量  $C_8H_5O_4K$ \_\_\_\_\_g/mol，NaOH\_\_\_\_\_g/mol

NaOH 溶液體積\_\_\_\_\_mL，製備\_\_\_\_\_mL，指示劑\_\_\_\_\_

KHP 重\_\_\_\_\_g 標定初讀數\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

## 四、試樣中氧化鋁之測定 試樣編號\_\_\_\_\_；查核試樣含量\_\_\_\_\_ ( )

分子量  $Al_2O_3$ \_\_\_\_\_g/mol，Al\_\_\_\_\_g/mol

試樣重\_\_\_\_\_g，製備\_\_\_\_\_mL，取\_\_\_\_\_mL

查核試樣重\_\_\_\_\_g，製備\_\_\_\_\_mL，取\_\_\_\_\_mL

滴定初讀數\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

查核溶液初讀數\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

## 五、試樣中鹼度之測定

空白初讀數\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

試樣重 1\_\_\_\_\_g，試樣重 2\_\_\_\_\_g，加入 HCl\_\_\_\_\_mL

滴定初讀數 1\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

滴定初讀數 2\_\_\_\_\_mL，終讀數\_\_\_\_\_mL，滴定體積\_\_\_\_\_mL

重要數據經確認無誤 監評人員簽名：\_\_\_\_\_ 操作時間：\_\_\_\_\_時\_\_\_\_\_分

## 6 結果計算表

## 聚氯化鋁中氧化鋁含量及鹼度之測定

姓 名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼		考 場	第	試場	第 崗位
乙酸鋅滴定溶液之配製與標定					
配製濃度約		=	M =		mg Al/mL
標定濃度					mg Al/mL
氫氧化鈉滴定溶液之配製與標定					
配製濃度約					M
標定濃度					M
試樣中氧化鋁之測定					
滴定溶液含鋁					g
滴定溶液含 氧化鋁					g
試樣含氧化鋁					%
查核試樣含氧 化鋁(可採逐步 或直接計算)		%	回收率		%
試樣中鹼度之測定					
試樣 1 含 OH <sup>-</sup>					mmol
試樣 1 含 Al					mmol
試樣 1 鹼度					%
試樣 2 鹼度 (可採逐步或直 接計算)					%
平均鹼度		%	相對差異		%
請回答以下 2 個簡答題					

## 7 評審表

## 聚氯化鋁中氧化鋁含量及鹼度之測定

姓名		檢定日期		年	月	日
准考證號碼		考場	第	考場	第	崗位
操作項目及配分		錯誤項目及扣分		錯誤項目及扣分		
基本操作技巧 40%	天平之使用	12	<input type="checkbox"/> 1.使用前未注意或調整水平	6	<input type="checkbox"/> 2.稱重不在規定範圍	6
			<input type="checkbox"/> 3.未關門即稱重(精秤)	12	<input type="checkbox"/> 4.稱重時物品濺出	4
			<input type="checkbox"/> 5.稱重時先過量再取回	4	<input type="checkbox"/> 6.使用後未歸零	3
			<input type="checkbox"/> 7.使用前後未保持整潔	3	<input type="checkbox"/> 8.秤重容器殘留物品	8
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)			
	器皿操作及溶液配製	12	<input type="checkbox"/> 1.未使用適當之定量器皿	12	<input type="checkbox"/> 2.量瓶操作不正確	6
			<input type="checkbox"/> 3.未依實際狀況清洗或潤洗	6	<input type="checkbox"/> 4.吸量管操作不正確	6
			<input type="checkbox"/> 5.未用塑膠吸管吸取濃 NaOH	6	<input type="checkbox"/> 6.未用塑膠瓶盛裝 NaOH	6
			<input type="checkbox"/> 7.其他(請記載事實)			
	滴定操作	16	<input type="checkbox"/> 1.滴定管傾斜	4	<input type="checkbox"/> 2.裝液時溶液洩出	6
			<input type="checkbox"/> 3.裝液完尖端未充滿	8	<input type="checkbox"/> 4.裝液漏斗未取下	6
			<input type="checkbox"/> 5.滴定時未適當攪拌	7	<input type="checkbox"/> 6.指示劑未適時加入	8
			<input type="checkbox"/> 7.滴定過程溶液洩出	7	<input type="checkbox"/> 8.指示劑加量不適當	8
			<input type="checkbox"/> 9.滴定完未靜置數秒即讀值	7	<input type="checkbox"/> 10.終點判斷不正確	16
<input type="checkbox"/> 11.未使用適當工具讀值			6	<input type="checkbox"/> 12.滴定前未充滿滴定管	6	
<input type="checkbox"/> 13.讀數不正確			8	<input type="checkbox"/> 14.其他(請記載事實)		
結果與數處理	有以下 9 種狀況，視為無結果以零分計算					
	<input type="checkbox"/> 1.計算式不正確或計算錯誤。		<input type="checkbox"/> 2.未依方法規定步驟操作。			
	<input type="checkbox"/> 3.以量筒、量瓶等不適當器皿取準確體積。		<input type="checkbox"/> 4.未執行天平功能查核。			
	<input type="checkbox"/> 5.指示劑使用錯誤。		<input type="checkbox"/> 6.未依要求執行品管試樣檢測。			
	<input type="checkbox"/> 7.鹼度重複試樣絕對差異 > 5 %。		<input type="checkbox"/> 8.查核試樣回收率未介於 80%~120%。			
	其他缺失狀況及扣分標準，扣分係以單一測項計算，如有 2 測項時，扣分應為 2 倍					
	<input type="checkbox"/> 1.未列出各量測值或計算值之單位(每個 1 分，最多 10 分)					
	<input type="checkbox"/> 2.未回答結果紀錄表上之問題或錯誤(每題 5 分，最多 10 分)					
	<input type="checkbox"/> 3.試樣中氧化鋁測值與參考值之相對誤差 E%		E%>4%,	扣分=1.5×(E%-4%)	30	
	<input type="checkbox"/> 4.試樣中鹼度兩次測值之相對差異 S%		S%>4%,	扣分=2×(S%-4%)	30	
<input type="checkbox"/> 5.試樣中鹼度平均測值與參考值之相對誤差 E%		E%>4%,	扣分=1.5×(E%-4%)	30		
總分						

監評長簽名：\_\_\_\_\_

監評人員簽名：\_\_\_\_\_

## 伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第二站

### 試題使用說明

一、試題編號：202-1、202-2、202-3、202-4、202-5

二、試題名稱：第一題：202-1 試樣中鐵(II)之比色定量

第二題：202-2 試樣中鐵(III)之比色定量

第三題：202-3 食品中亞硝酸鹽之測定

第四題：202-4 總磷之比色定量

第五題：202-5 試樣中硫酸鹽之比濁定量

三、檢定時間：每題 3 小時 30 分

四、檢定說明：

1. 每題應由術科承辦單位準備不同濃度試樣，以亂碼編號，由術科承辦單位事先分析提供合於術科測試試題一般說明中所規定之分析數據，供監評人員做為評分標準。（分析數據務必列為機密，術科承辦單位應妥為保管）
2. 試題中之試劑配製及各步驟操作原理亦為測試範圍，將以簡答題方式隨機列印於結果報告表中，應檢人作答時每題字數以不超過 15 字為原則。

## 伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第二站第一題

試題名稱：202-1 試樣中鐵(II)之比色定量

- 1 操作說明：試樣經前處理成爲酸性溶液後，鐵離子以氫氧化羥胺還原成亞鐵離子，亞離子與二氮菲反應生成橘紅色錯離子，測定其吸光度並由檢量線可求出試樣中鐵之含量。
- 2 實驗步驟
  - 2.1 依術科承辦單位提供之導電度計操作標準作業程序進行試劑水品質查核。
  - 2.2 0.01 M 硫酸溶液配製：取 10 mL 0.5 M 硫酸溶液，稀釋至 500mL。
  - 2.3 鐵標準溶液之配製：
    - 2.3.1 精秤約  $0.18 \pm 0.01$  g 六水硫酸亞鐵銨，溶於適量試劑水中，加入 5 mL 0.5 M 硫酸溶液，以試劑水稀釋至 250 mL，作爲儲備溶液。
    - 2.3.2 取 10 mL 儲備溶液，加入 5 mL 0.5 M 硫酸溶液，以試劑水稀釋至 250 mL，作爲標準溶液。
  - 2.4 還原劑溶液之配製：取 2 g 氫氧化羥胺，溶於 10 mL 試劑水，加微量固體檸檬酸鈉至 pH 約 4.5，再加試劑水成 20 mL。
  - 2.5 最大吸光波長測試及檢量線製作：
    - 2.5.1 取 20 mL 鐵標準溶液，稀釋至 50 mL。
    - 2.5.2 以 2 mL 刻度吸量管，逐滴加入檸檬酸鈉溶液至 pH 約 3.5(使用 pH 範圍 3~5 之試紙)，記下所需檸檬酸鈉溶液體積 (a mL)。
    - 2.5.3 分別取 0、5、10、20、30 及 40 mL 鐵標準溶液，置於 50 mL 量瓶中。
    - 2.5.4 於各量瓶加入 1 mL 還原劑溶液，2 mL 二氮菲溶液，a mL 檸檬酸鈉溶液，再加 0.01 M 硫酸溶液稀釋至刻度，混合均勻，靜置 20 分鐘。
    - 2.5.5 取含 20 mL 標準溶液之顯色液，在 490~520 nm 間每隔 5 nm 分別測定吸光度，找出最大吸光波長。
    - 2.5.6 於最大吸光波長下，測定各標準溶液之吸光度，並以最小平方法迴歸。
  - 2.6 試樣中鐵含量測定：
    - 2.6.1 精秤  $0.10 \pm 0.01$  g 試樣，溶於適量試劑水中，加入 5 mL 0.5 M 硫酸溶液，以試劑水稀釋至 250 mL，必要時參考術科承辦單位提供之試樣濃度依標準溶液稀釋方式進行適當稀釋。

- 2.6.2 取適量樣品溶液，依步驟 2.5.4 展色，於最大吸光波長測其吸光度。
- 2.6.3 由檢量線求出試樣濃度。
- 2.7 分析結果：依試樣包裝上標示之單位表示，如 %Fe、%Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ppm Fe 等。
- 2.8 品質管制：
- 2.8.1 以術科承辦單位提供不同來源之固體硫酸亞鐵銨配製適當濃度之溶液或採用已知鐵濃度之溶液進行檢量線確認。
- 2.8.2 以試劑水進行試劑空白分析。
- 2.8.3 本方法無樣品前處理步驟，故試劑空白等同於空白樣品。
- 2.8.4 不同樣品溶液體積顯色所得之結果視為重複分析，應符合重複分析之品管要求，惟以吸光度接近檢量線最高點吸光度 50%者出具數據。
- 2.8.5 以術科承辦單位提供已知含量之固體含鐵試樣或標示濃度之液體試樣進行查核試樣分析，求出回收率。
- 2.8.6 依等量添加原則進行標準品添加分析。
- 2.8 廢液處理：將檢液依性質傾倒於術科承辦單位準備之廢液桶。

元素	Al	B	Ca	Cl	Cu	F	Fe	K
原子量	26.99	10.81	40.08	35.45	63.55	19.00	55.85	39.10
元素	I	Mg	Mn	Na	P	S	Si	Zn
原子量	126.90	24.31	54.94	22.99	30.97	32.07	28.09	65.41

## 3 設備及器皿

## 試樣中鐵(II)之比色定量

名 稱	規 格	數 量
1 天平	靈敏度 0.0001 g，附 200 g（或全幅）及 10 g 砝碼各 1 顆（可 2 人共用 1 台）。	1 台
2 分光光度計	附比色管。	1 套
3 導電度計	附電極及標準液（應標示配製或開封及裝瓶日期）及溫度－導電度對照表。標準液測值與參考值之誤差應小於 2 %。	1 台
4 定量瓶	50 mL，應編碼且同一應檢人不得相同，A 級。	12 個
5 定量瓶	100 mL，應編碼，A 級。	3 個
6 定量瓶	250 mL，應編碼，A 級。	8 個
7 量筒	100 mL。	1 個
8 球型吸量管	5 mL，A 級。	2 支
9 球型吸量管	10 mL，A 級。	2 支
10 球型吸量管	15 mL，A 級。	1 支
11 球型吸量管	20 mL，A 級。	2 支
12 球型吸量管	25 mL，A 級。	1 支
13 刻度吸量管	2 mL，A 級。	3 支
14 刻度吸量管	5 mL，A 級。	1 支
15 刻度吸量管	10 mL，A 級。	1 支
16 其他必要器皿	視需要供給。	1 組

註：1.本表所列設備及器皿係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.應檢人應依術科承辦單位提供之設備及器皿進行測試，不得額外要求，如造成損壞時，除應照價賠償外，監評人員得視情節酌扣得分。

## 4 試藥及試樣

## 試樣中鐵(II)之比色定量

名 稱	規 格	數 量
1 硫酸亞鐵銨標準品	固體，配製檢量線標準溶液。	1 g
2 檢量線確認標準品	與標準品不同來源之固體硫酸亞鐵銨或已知鐵濃度之溶液。	1 g 或 20 mL
3 0.5 M 硫酸溶液	取 28 mL 濃硫酸，稀釋至 1 L。	30 mL
4 氫氧化銦胺		4 g
5 檸檬酸鈉		1 g
6 檸檬酸鈉溶液	25 g 檸檬酸鈉溶於試劑水後，稀釋至 500 mL。	30 mL
7 二氮菲溶液	0.68 g 二氮菲溶於 200 mL 熱試劑水中。	50 mL
8 含鐵試樣	應標示濃度範圍（參考值之 60~160%）。	1 g
9 查核試樣	已知鐵濃度之固體或液體試樣。	1 g 或 20 mL
10 試劑水		5 L

註：1.本表所列試藥及試樣量係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.本表所列各試藥及樣品應以單獨容器盛裝。

3.應檢人應依術科承辦單位提供試藥及樣品進行測試，不得額外要求。

4.本表中各種試藥除規格欄中另行註明者，均應使用分析級。

## 5 結果報告表

## 試樣中鐵(II)之比色定量

姓 名				檢定日期	年	月	日	
准考證號碼				考 場	第	試場	第 崗位	
一、試劑水品質查核 0.01 M KCl 標準溶液之導電度測值_____ $\mu\text{mho/cm}$ 試劑水導電度_____ $\mu\text{mho/cm}$ ；符合 CNS 3699 A1 級規範？ <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否。如否，報告監評人員								
二、檢量線標準液配製 硫酸亞鐵銨重_____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL								
三、檢量線確認標準液配製 如為液體溶液，其鐵濃度為_____ 硫酸亞鐵銨重_____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL								
四、最大吸光波長測試 最大吸光波長_____ nm								
波長 nm	490	495	500	505	510	515	520	
吸光度								
五、檢量線製作，迴歸採用 <input type="checkbox"/> 濃度 <input type="checkbox"/> 質量								
量瓶編號								
標準體積 mL								
$\mu\text{g/mL}$ ( $\mu\text{g}$ )								
吸光度								
檢量線方程式 吸光度 = _____ x 濃度(質量) + _____，R 值 = _____ 二者選一 濃度(質量) = _____ x 吸光度 + _____，R 值 = _____								
六、試樣製備 試樣編號_____ 濃度範圍_____ 查核試樣濃度( <input type="checkbox"/> 固體 <input type="checkbox"/> 液體)_____ 試樣重 _____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL 查核試樣_____ g(mL) 製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL 添加標準品(後添加) 樣品體積_____ mL， 標準添加體積_____ mL								
七、顯色結果								
樣品類別	試劑 空白	檢量線 確認	試樣 顯色 1	試樣 顯色 2			查核 樣品	標準品 添加
量瓶編號								
取樣體積 mL								
吸光度								
重要數據經確認無誤 監評人員簽名：_____ 操作時間：_____時_____分								

## 6 結果計算表

## 試樣中鐵(II)之比色定量

姓名		檢定日期		年 月 日		
准考證號碼		考 場		第 試場 第 崗位		
標準配製	儲備溶液					mg/L
	標準溶液					mg/L
檢量線確認標準溶液直接計算						mg/L
檢量線製備  mL 為 例	<input type="checkbox"/> 濃度 <input type="checkbox"/> 質量					μg/mL (μg)
	迴歸結果	Y = <input type="checkbox"/> 吸光度, <input type="checkbox"/> 濃度 a = b = R =				
	感應因子	mL/μg (μg <sup>-1</sup> )	回算值			μg/mL (μg)
	回收率	%	與原標準 差值			μg/mL (μg)
	莫耳吸光係數					L/cm · mol
查核試樣配製						mg/L
試 樣 溶 液	顯色液 1 濃度(質量)	μg/mL (μg)	原濃度 (質量)			μg/mL (μg)
	試樣中鐵質量					mg
	試樣中鐵含量					%
	顯色液 2 求得 之結果(可採逐 步或直接計算)					%
	試樣平均濃度	%	重複試樣 相對差異			%
品 管 項 目	試劑空白	μg/mL (μg)	空白樣品	本試題無樣品前處理步驟， 不執行空白樣品測試		
	檢量線確認 直接計算			μg/mL (μg)	回收率	%
	查核試樣 直接計算			%	回收率	%
	添加質量	μg	標準品 添加濃度			μg/mL (μg)
	添加試樣 總質量	μg	所含 試樣質量			μg
	回收率					%
請回答以下 2 個簡答題						

## 7 評審表

## 試樣中鐵(II)的比色定量

姓名		檢定日期		年	月	日	
准考證號碼		考場	第	試場	第	崗位	
操作項目及配分		錯誤項目及扣分		錯誤項目及扣分			
基本操作技巧 40%	天平之使用	12	<input type="checkbox"/> 1.使用前未注意或調整水平	6	<input type="checkbox"/> 2.稱重不在規定範圍	6	
			<input type="checkbox"/> 3.未關門即稱重(精秤)	12	<input type="checkbox"/> 4.稱重時物品濺出	4	
			<input type="checkbox"/> 5.稱重時先過量再取回	4	<input type="checkbox"/> 6.使用後未歸零	3	
			<input type="checkbox"/> 7.使用前後未保持整潔	3	<input type="checkbox"/> 8.稱重容器殘留物品	8	
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)				
	器皿操作及溶液配製	12	<input type="checkbox"/> 1.未使用適當之定量器皿	12	<input type="checkbox"/> 2.量瓶操作不正確	6	
			<input type="checkbox"/> 3.未依實際狀況清洗或潤洗	6	<input type="checkbox"/> 4.吸量管操作不正確	6	
			<input type="checkbox"/> 5.其他(請記載事實)				
	分光光度計校正及操作	16	<input type="checkbox"/> 1.測定過程 0% T 偏離	8	<input type="checkbox"/> 2.測定過程 100%T 偏離	8	
			<input type="checkbox"/> 3.改變波長時未歸零	16	<input type="checkbox"/> 4.比色管放置方位不正確	4	
			<input type="checkbox"/> 5.拿取比色管位置不正確	5	<input type="checkbox"/> 6.吸光槽未保持整潔	6	
			<input type="checkbox"/> 7.檢量線製備時未由低往高	6	<input type="checkbox"/> 8.測定過程中有交叉污染發生	12	
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)				
	結果與數據 據處理 60%	有以下 1~15 種狀況，視為無結果以零分計算					
		<input type="checkbox"/> 1.計算式不正確或計算錯誤		<input type="checkbox"/> 2.未依方法規定步驟操作			
<input type="checkbox"/> 3.以量筒、量瓶等不適當器皿取準確體積			<input type="checkbox"/> 4.未執行試劑水品質查驗				
<input type="checkbox"/> 5.分光光度計未歸零(0%T)			<input type="checkbox"/> 6.分光光度計未作 100%T 校正				
<input type="checkbox"/> 7.檢量線 $R^2$ 小於 0.995			<input type="checkbox"/> 8.檢量線斜率誤差大於±20%				
<input type="checkbox"/> 9.未依要求執行品管試樣檢測			<input type="checkbox"/> 10.重複試樣誤差大於±20%				
<input type="checkbox"/> 11.查核試樣回收率未介於 80%~120%			<input type="checkbox"/> 12.添加標準品回收率未介於 80%~120%				
<input type="checkbox"/> 13.樣品溶液吸光度未介於標準最高吸光度 20%~100%			<input type="checkbox"/> 14.未執行最高吸光波長測試				
<input type="checkbox"/> 15.各標準溶液吸光度代入檢量線公式計算值與其濃度之誤差大於 15%							
其他缺失狀況及扣分標準							
<input type="checkbox"/> 1.添加試樣吸光度高於檢量線最高點之 150%		10	<input type="checkbox"/> 2.分析結果有效數字不適當		10		
<input type="checkbox"/> 3.未計算莫耳吸光係數		15	<input type="checkbox"/> 4.莫耳吸光係數計算錯誤		10		
<input type="checkbox"/> 5.未列出各量測值或計算值之單位(每個 1 分，最多 10 分)							
<input type="checkbox"/> 6.未回答結果紀錄表上之問題或錯誤(每題 5 分，最多 10 分)							
<input type="checkbox"/> 7.試樣中鐵兩次測值之相對差異 S%			S%>2.5%, 扣分=2×(S%-2.5%)		30		
<input type="checkbox"/> 8.試樣中鐵平均測值與參考值之相對誤差 E%		E%>4%, 扣分=1.5×(E%-4%)		60			
總分							

監評長簽名：\_\_\_\_\_

監評人員簽名：\_\_\_\_\_

## 伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第二站第二題

試題名稱：202-2 試樣中鐵(III)之比色定量

- 1 操作說明：試樣以酸溶解後，加入過氧化氫溶液氧化亞鐵離子，再加入硫氰酸鉀與生成之鐵離子反應形成紅色之硫氰化鐵離子錯合物，測定此溶液在波長 470 nm 下之吸光度，並由檢量線求得試樣鐵之含量。
- 2 實驗步驟
  - 2.1 依術科承辦單位提供之導電度計操作標準作業程序進行試劑水品質查核。
  - 2.2 鐵標準溶液之配製：
    - 2.2.1 精秤約  $0.18 \pm 0.01$  g 六水硫酸亞鐵銨，溶於 10 mL 1 M 硫酸溶液中，稀釋至 250 mL，作為儲備溶液。
    - 2.2.2 取 10 mL 儲備溶液與 10 mL 1 M 硫酸溶液，稀釋至 250 mL，作為標準溶液。
  - 2.3 檢量線製作：
    - 2.3.1 分別取 5、10、20、30 及 40 mL 鐵標準溶液，加入 0.5 mL 3% 過氧化氫溶液及 5 mL 硫氰酸鉀溶液顯色，稀釋至 50 mL。
    - 2.3.2 放置 15 分鐘後，測定各標準溶液於波長 470 nm 下之吸光度，以最小平方法迴歸。
  - 2.4 試樣前處理及展色
    - 2.4.1 精取  $0.20 \pm 0.02$  g 試樣，移至適當容器，加水 20 mL 後覆蓋表玻璃。
    - 2.4.2 以每次添加少量之方式加入 1+1 硫酸 4 mL。
    - 2.4.3 反應轉為緩慢後，加熱使試樣完全分解。
    - 2.4.4 溶液冷卻後，如有固體物先行過濾再稀釋至 100 mL，必要時參考術科承辦單位提供之試樣濃度進行二次稀釋。
    - 2.4.5 取適量之樣品溶液，依步驟 2.3 展色，測定波長 470 nm 下之吸光度。
  - 2.5 分析結果：依試樣包裝上標示之單位表示，如 %Fe、%Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 或 ppm Fe 等。
  - 2.6 品質管制：
    - 2.6.1 以術科承辦單位提供不同來源之固體硫酸亞鐵銨配製適當濃度之溶液或採用已知鐵濃度之溶液進行檢量線確認。
    - 2.6.2 以試劑水進行試劑空白分析。
    - 2.6.3 以試劑水依試樣處理步驟進行方法空白分析。

2.6.4 不同樣品溶液體積顯色所得之結果視為重複分析，應符合重複分析之品管要求，惟以吸光度接近檢量線最高點吸光度 50 %者出具數據。

2.6.5 以術科承辦單位提供已知含量之固體含鐵試樣或標示濃度之液體試樣依試樣處理步驟進行查核試樣分析，求出回收率。

2.6.6 依等量添加原則進行標準品添加分析。

2.6 廢液處理：將檢液依性質傾倒於術科承辦單位準備之廢液桶。

元素	Al	B	Ca	Cl	Cu	F	Fe	K
原子量	26.99	10.81	40.08	35.45	63.55	19.00	55.85	39.10
元素	I	Mg	Mn	Na	P	S	Si	Zn
原子量	126.90	24.31	54.94	22.99	30.97	32.07	28.09	65.41

## 3 設備及器皿

## 試樣中鐵(III)之比色定量

名	稱	規	格	數量
1	天平	靈敏度 0.0001 g，附 200 g（或全幅）及 10 g 砝碼各 1 顆（可 2 人共用 1 台）。		1 台
2	分光光度計	附比色管。		1 套
3	導電度計	附電極及標準液（應標示配製或開封及裝瓶日期）及溫度－導電度對照表。標準液測值與參考值之誤差應小於 2 %。		1 台
4	加熱設備			1 組
5	定量瓶	50 mL，應編碼且同一應檢人不得相同，A 級。		12 個
6	定量瓶	100 mL，應編碼，A 級。		4 個
7	定量瓶	250 mL，應編碼，A 級。		4 個
8	定量瓶	500 mL，應編碼，A 級。		3 個
9	量筒	100 mL。		1 個
10	球型吸量管	5 mL，A 級。		2 支
11	球型吸量管	10 mL，A 級。		2 支
12	球型吸量管	15 mL，A 級。		1 支
13	球型吸量管	20 mL，A 級。		2 支
14	球型吸量管	25 mL，A 級。		1 支
15	刻度吸量管	2 mL，A 級。		3 支
16	刻度吸量管	5 mL，A 級。		1 支
17	刻度吸量管	10 mL，A 級。		1 支
18	其他必要器皿	視需要供給。		1 組

註：1.本表所列設備及器皿係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.應檢人應依術科承辦單位提供之設備及器皿進行測試，不得額外要求，如造成損壞時，除應照價賠償外，監評人員得視情節酌扣得分。

## 4 試藥及試樣

## 試樣中鐵(III)之比色定量

名 稱	規 格	數 量
1 硫酸亞鐵銨標準品	固體，配製檢量線標準溶液。	1 g
2 檢量線確認標準品	與標準品不同來源之固體硫酸亞鐵銨或已知鐵濃度之溶液。	1 g 或 20 mL
3 1. M 硫酸	56 mL 濃硫酸溶於試劑水中，稀釋至 1 L。	100 mL
4 1+1 硫酸	濃硫酸與試劑水以 1：1 比例混合。（注意安全）	10 mL
5 過氧化氫（3 %）	9 mL 35 % 過氧化氫溶於水，稀釋至 100 mL。	10 mL
6 硫氰酸鉀溶液(20W/V%)	100 g 硫氰酸鉀溶於水，稀釋至 500 mL。	90 mL
7 含鐵試樣	合金粉末或其他適當試樣，應標示濃度範圍（參考值之 40~160 %）。	1 g
8 查核試樣	已知鐵濃度之固體或液體試樣。	1 g 或 20mL
9 試劑水		2 L

註：1.本表所列試藥及試樣量係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.本表所列各試藥及樣品應以單獨容器盛裝。

3.應檢人應依術科承辦單位提供試藥及樣品進行測試，不得額外要求。

4.本表中各種試藥除規格欄中另行註明者，均應使用分析級。

## 5 結果報告表

## 試樣中鐵(III)之比色定量

姓名		檢定日期	年	月	日				
准考證號碼		考場	第	試場	第	崗位			
<p>一、試劑水品質查核 0.01 M KCl 標準溶液之導電度測值_____ <math>\mu\text{mho/cm}</math></p> <p>試劑水導電度_____ <math>\mu\text{mho/cm}</math>；符合 CNS 3699 A1 級規範？<input type="checkbox"/>是<input type="checkbox"/>否。如否，報告監評人員</p>									
<p>二、檢量線標準液配製</p> <p>硫酸亞鐵銨重_____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL</p>									
<p>三、檢量線確認標準液配製 如為液體溶液，其鐵濃度為_____</p> <p>硫酸亞鐵銨重_____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL</p>									
<p>四、檢量線製作，迴歸採用<input type="checkbox"/>濃度 <input type="checkbox"/>質量</p>									
量瓶編號									
標準體積 mL									
$\mu\text{g/mL}$ ( $\mu\text{g}$ )									
吸光度									
<p>檢量線方程式 吸光度 = _____ x 濃度(質量) + _____，R 值 = _____</p> <p>二者選一 濃度(質量) = _____ x 吸光度 + _____，R 值 = _____</p>									
<p>五、試樣製備 試樣編號_____ 濃度範圍_____ 查核試樣濃度(<input type="checkbox"/>固體<input type="checkbox"/>液體)_____</p> <p>試樣重 _____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL</p> <p>查核試樣_____ g(mL) 製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL</p> <p>添加標準品(後添加) 樣品體積_____ mL，標準添加體積_____ mL</p>									
<p>六、顯色結果</p>									
樣品類別	試劑 空白	空白 樣品	檢量線 確認	試樣 顯色 1	試樣 顯色 2			查核 樣品	標準品 添加
量瓶編號									
取樣體積 mL									
吸光度									
<p>重要數據經確認無誤 監評人員簽名：_____ 操作時間：_____時_____分</p>									

## 6 結果計算表

## 試樣中鐵(III)之比色定量

姓名		檢定日期		年 月 日		
准考證號碼		考 場		第 試場 第 崗位		
標準配製	儲備溶液					mg/L
	標準溶液					mg/L
檢量線確認 溶液直接計算						mg/L
檢量線製備	<input type="checkbox"/> 濃度 <input type="checkbox"/> 質量					μg/mL (μg)
	迴歸結果	Y = <input type="checkbox"/> 吸光度, <input type="checkbox"/> 濃度 a = b = R =				
mL 為 例	感應因子	mL/μg (μg <sup>-1</sup> )	回算值	μg/mL (μg)		
	回收率	%	與原標準 差值	μg/mL (μg)		
	莫耳吸光係數					L/cm · mol
查核試樣配製						mg/L
試 樣 溶 液	顯色液 1 濃度(質量)	μg/mL (μg)	原濃度 (質量)	μg/mL (μg)		
	試樣中鐵質量					mg
	試樣中鐵含量					%
	顯色液 2 求得 之結果(可採逐 步或直接計算)					%
	試樣平均濃度	%	重複試樣 相對差異			%
品 管 項 目	試劑空白	μg/mL (μg)	空白樣品	μg/mL (μg)		
	檢量線確認 直接計算			μg/mL (μg)	回收率 %	
	查核試樣 直接計算			%	回收率 %	
	添加質量	μg	標準品 添加濃度	μg/mL (μg)		
	添加試樣 總質量	μg	所含 試樣質量	μg		
	回收率					%
請回答以下 2 個簡答題						

## 7 評審表

## 試樣中鐵(III)的比色定量

姓名		檢定日期		年 月 日		
准考證號碼		考 場		第 試場 第 崗位		
操作項目及配分		錯誤項目及扣分		錯誤項目及扣分		
基本 操作 技巧 40%	天平之 使用	12	<input type="checkbox"/> 1.使用前未注意或調整水平	6	<input type="checkbox"/> 2.稱重不在規定範圍	6
			<input type="checkbox"/> 3.未關門即稱重(精秤)	12	<input type="checkbox"/> 4.稱重時物品濺出	4
			<input type="checkbox"/> 5.稱重時先過量再取回	4	<input type="checkbox"/> 6.使用後未歸零	3
			<input type="checkbox"/> 7.使用前後未保持整潔	3	<input type="checkbox"/> 8.秤重容器殘留物品	8
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)			
	器皿操 作及溶 液配製	12	<input type="checkbox"/> 1.未使用適當之定量器皿	12	<input type="checkbox"/> 2.量瓶操作不正確	6
			<input type="checkbox"/> 3.未依實際狀況清洗或潤洗	6	<input type="checkbox"/> 4.吸量管操作不正確	6
			<input type="checkbox"/> 5.其他(請記載事實)			
	分光光 度計校 正及操 作	16	<input type="checkbox"/> 1.測定過程 0% T 偏離	8	<input type="checkbox"/> 2.測定過程 100%T 偏離	8
			<input type="checkbox"/> 3.改變波長時未歸零	16	<input type="checkbox"/> 4.比色管放置方位不正確	4
			<input type="checkbox"/> 5.拿取比色管位置不正確	5	<input type="checkbox"/> 6.吸光槽未保持整潔	6
			<input type="checkbox"/> 7.檢量線製備時未由低往高	6	<input type="checkbox"/> 8.測定過程中有交叉污染發生	12
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)			
	結 果 與 數 據 處 理 60%	有以下 1~14 種狀況，視為無結果以零分計算				
		<input type="checkbox"/> 1.計算式不正確或計算錯誤		<input type="checkbox"/> 2.未依方法規定步驟操作		
<input type="checkbox"/> 3.以量筒、量瓶等不適當器皿取準確體積			<input type="checkbox"/> 4.未執行試劑水品質查驗			
<input type="checkbox"/> 5.分光光度計未歸零(0%T)			<input type="checkbox"/> 6.分光光度計未作 100%T 校正			
<input type="checkbox"/> 7.檢量線 R 小於 0.995			<input type="checkbox"/> 8.檢量線斜率誤差大於±20%			
<input type="checkbox"/> 9.未依要求執行品管試樣檢測			<input type="checkbox"/> 10.重複試樣誤差大於±20%			
<input type="checkbox"/> 11.查核試樣回收率未介於 80%~120%			<input type="checkbox"/> 12.添加標準品回收率未介於 80%~120%			
<input type="checkbox"/> 13.樣品溶液吸光度未介於標準最高吸光度 20%~100%						
<input type="checkbox"/> 14.各標準溶液吸光度代入檢量線公式計算值與其濃度之誤差大於 15%						
其他缺失狀況及扣分標準						
<input type="checkbox"/> 1.添加試樣吸光度高於檢量線最高點之 150%		10	<input type="checkbox"/> 2.分析結果有效數字不適當		10	
<input type="checkbox"/> 3.未計算莫耳吸光係數		15	<input type="checkbox"/> 4.莫耳吸光係數計算錯誤		10	
<input type="checkbox"/> 5.未列出各量測值或計算值之單位(每個 1 分，最多 10 分)						
<input type="checkbox"/> 6.未回答結果紀錄表上之問題或錯誤(每題 5 分，最多 10 分)						
<input type="checkbox"/> 7.試樣中鐵兩次測值之相對差異 S%		S%>2.5%, 扣分=2×(S%-2.5%)		30		
<input type="checkbox"/> 8.試樣中鐵平均測值與參考值之相對誤差 E%		E%>4%, 扣分=1.5×(E%-4%)		60		
總分						

監評長簽名：\_\_\_\_\_

監評人員簽名：\_\_\_\_\_

## 伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第二站第三題

試題名稱：202-3 食品中亞硝酸鹽之測定

- 1 操作說明：試樣用熱水萃取並將蛋白質沉澱後過濾，加入對胺苯磺醯胺和 N-1-萘基乙烯二胺二鹽酸鹽，與亞硝酸鹽形成紫紅色偶氮化合物，在波長 540nm 處測其吸光度，可測定亞硝酸鹽之含量。
- 2 實驗步驟
  - 2.1 依術科承辦單位提供之導電度計標準作業程序進行試劑水品質查核。
  - 2.2 亞硝酸鈉標準溶液之配製
    - 2.2.1 精確稱取亞硝酸鈉  $150 \pm 10$  mg，溶於試劑水中並稀釋至 500 mL，作為儲備溶液。
    - 2.2.2 精取 5.0 mL 亞硝酸鈉儲備溶液稀釋至 250 mL，作為標準溶液。
  - 2.3 檢量線之製備：
    - 2.3.1 精取標準溶液 0、2、5、10、15 及 20 mL，分別加水至 60 mL。
    - 2.3.2 加入 10.0 mL 呈色液 I 及 6.0 mL 呈色液 III，混合均勻靜置 5 分鐘。
    - 2.3.3 加入 2.0 mL 呈色液 II，混合均勻靜置 15 分鐘後稀釋至 100 mL。
    - 2.3.4 以波長 540 nm 分別測其吸光度，以最小平方方法迴歸。
  - 2.4 樣品溶液製備
    - 2.4.1 將檢體以碎肉機細碎兩次並混合均勻後，置於不透氣之容器內，貯存放於冷藏之環境，24 小時內儘速分析。（此步驟由術科承辦單位執行）
    - 2.4.2 精確稱取檢體  $5.0 \pm 0.5$  g(精稱至 0.001 g)，精取 10 mL 由術科承辦單位提供已知濃度之亞硝酸鹽溶液加入檢體，混合均勻。
    - 2.4.3 加入四硼酸鈉溶液 5 mL 及 80°C 以上之熱水 100 mL，於沸騰水浴中加熱 15 分鐘，並時時攪拌，然後靜置冷卻至室溫。
    - 2.4.4 加入沉澱劑 I 及 II 各 2.0 mL，充分混合後移入 200 mL 量瓶內，以水定容至 200 mL，混合均勻，於室溫下靜置 30 分鐘，過濾後進行顯色。
  - 2.5 樣品溶液顯色
    - 2.5.1 依術科承辦單位之標示濃度取適量之樣品溶液，稀釋至 60 mL。
    - 2.5.2 加入呈色液 I 10mL 及呈色液 III 6 mL 混合均勻靜置 5 分鐘。

2.5.3 加入呈色液Ⅱ 2 mL，混合均勻靜置 15 分鐘後稀釋至 100 mL。

2.5.4 以波長 540 nm 測定其吸光度。

## 2.6 品質管制：

2.6.1 以術科承辦單位提供不同來源之固體亞硝酸鈉配製適當濃度之溶液或採用已知濃度之溶液進行檢量線確認。

2.6.2 檢量線零點視為試劑空白分析。

2.6.3 以不含亞硝酸鹽之肉類試樣行方法空白分析。

2.6.4 不同樣品溶液體積顯色所得之結果視為重複分析，應符合重複分析之品管要求，惟以吸光度接近檢量線最高點吸光度 50 %者出具數據。

2.6.5 加入自行配製之儲備溶液 10 mL 於 5 g 不含亞硝酸鹽之肉類試樣作為查核試樣進行檢測，其結果應符合評分表之規定。

2.7 廢液處理：將剩餘試劑及檢驗廢液依性質傾倒於術科承辦單位準備之容器。

元素	Al	B	Ca	Cl	Cu	F	Fe	K
原子量	26.99	10.81	40.08	35.45	63.55	19.00	55.85	39.10
元素	I	Mg	Mn	Na	P	S	Si	Zn
原子量	126.90	24.31	54.94	22.99	30.97	32.07	28.09	65.41

## 3 設備及器皿

## 食品中亞硝酸鹽之測定

名	稱	規	格	數量
1	天平	靈敏度 0.0001 g，附 200 g（或全幅）及 10 g 砝碼各 1 顆（可 2 人共用 1 台）。		1 台
2	分光光度計	附比色管。		1 套
3	導電度計	附電極及標準液（應標示配製或開封及裝瓶日期）及溫度－導電度對照表。標準液測值與參考值之誤差應小於 2 %。		1 台
4	水浴加熱設備	可同時進行 4 個試樣加熱（亦可使用大容量水浴槽供 4 人同時使用）。		4 台
5	抽氣過濾裝置			4 台
6	定量瓶	100 mL，應編碼且同一應檢人不得相同，A 級。		12 個
7	定量瓶	200 mL，應編碼，A 級。		4 個
8	定量瓶	250 mL，應編碼，A 級。		2 個
9	定量瓶	250 mL，應編碼，A 級。		1 個
10	量筒	100 mL。		1 個
11	球型吸量管	2 mL，A 級。		1 支
12	球型吸量管	5 mL，A 級。		3 支
13	球型吸量管	10 mL，A 級。		2 支
14	球型吸量管	15 mL，A 級。		1 支
15	球型吸量管	20 mL，A 級。		2 支
16	球型吸量管	25 mL，A 級。		1 支
17	刻度吸量管	2 mL，A 級。		3 支
18	刻度吸量管	5 mL，A 級。		2 支
19	刻度吸量管	10 mL，A 級。		2 支
20	其他必要器皿	視需要供給。		1 組

註：1.本表所列設備及器皿係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.應檢人應依術科承辦單位提供之設備及器皿進行測試，不得額外要求，如造成損壞時，除應照價賠償外，監評人員得視情節酌扣得分。

## 4 試藥及試樣

## 食品中亞硝酸鹽之測定

名 稱	規 格	數 量
1 亞硝酸鈉（標準品）	固體，配製檢量線標準溶液。	1 g
2 檢量線確認標準品	與標準品不同來源之固體亞硝酸鈉或已知亞硝酸鹽濃度之溶液。	1 g 或 20 mL
3 沉澱劑 I	106 g 亞鐵氰化鉀溶於水，稀釋至 1 L。	15 mL
4 沉澱劑 II	220 g 乙酸鋅及 30 mL 冰乙酸，稀釋至 1 L。	15 mL
5 飽和四硼酸鈉溶液	50g 四硼酸鈉溶於水，稀釋至 1 L 溫水中，冷卻至室溫。	1250 mL
6 呈色液 I	2 g 對胺苯磺酸胺，加 800 mL 水於水浴上加熱溶解後，冷卻過濾，濾液徐徐加入 100 mL 濃鹽酸並時時攪拌，稀釋至 1 L。	150 mL
7 呈色液 II	1.0 g N-1-萘基乙烯二胺二鹽酸鹽，稀釋至 1 L，應貯存於褐色瓶，本溶液宜新鮮配製。	30 mL
8 呈色液 III	445 mL 濃鹽酸溶於水，稀釋至 1 L。	100 mL
9 絞肉或肉類製品	製備試樣，不含亞硝酸鹽。	25g
10 亞硝酸鹽試樣溶液	添加至肉中作為試樣用，應標示濃度範圍（以添加至 5 g 試樣後濃度 60~160%標示）。	50 mL
11 試劑水		2 L

註：1.本表所列試藥及試樣量係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.本表所列各試藥及樣品應以單獨容器盛裝。

3.應檢人應依術科承辦單位提供試藥及樣品進行測試，不得額外要求。

4.本表中各種試藥除規格欄中另行註明者，均應使用分析級。

## 5 結果報告表

## 食品中亞硝酸鹽之測定

姓 名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼		考 場	第	試場 第	崗位
<p>一、試劑水品質查核 0.01 M KCl 標準溶液之導電度測值_____ <math>\mu\text{mho/cm}</math></p> <p>試劑水導電度_____ <math>\mu\text{mho/cm}</math>；符合 CNS 3699 A1 級規範？<input type="checkbox"/>是<input type="checkbox"/>否。如否，報告監評人員</p> <p>二、檢量線標準液配製</p> <p>亞硝酸鈉重_____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL</p> <p>三、檢量線確認標準液配製 如為液體溶液，其亞硝酸濃度為_____</p> <p>亞硝酸鈉重_____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL</p> <p>四、檢量線製作，迴歸採用<input type="checkbox"/>濃度 <input type="checkbox"/>質量</p>					
量瓶編號					
標準體積 mL					
$\mu\text{g/mL}$ ( $\mu\text{g}$ )					
吸光度					
<p>檢量線方程式 吸光度 = _____ x 濃度(質量) + _____，R 值 = _____</p> <p>二者選一 濃度(質量) = _____ x 吸光度 + _____，R 值 = _____</p>					
<p>五、試樣製備 試樣編號_____ 濃度範圍_____ 查核試樣濃度(<input type="checkbox"/>固體<input type="checkbox"/>液體)_____</p> <p>試樣 1 重 _____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL</p> <p>試樣 2 重 _____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL</p> <p>查核試樣_____ g(mL) 製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL</p> <p>添加標準品(後添加) 樣品體積_____ mL， 標準添加體積_____ mL</p>					
六、顯色結果					
樣品類別	試劑 空白	空白 樣品	檢量線 確認	試樣 顯色 1	試樣 顯色 2
量瓶編號					
取樣體積 mL					
吸光度					
<p>重要數據經確認無誤 監評人員簽名：_____ 操作時間：_____ 時 _____ 分</p>					

## 6 結果計算表

## 食品中亞硝酸鹽之測定

姓 名		應考日期	年	月	日	
准考證號碼		考 場	第	場	第 崗位	
標準配製	儲備溶液				mg/L	
	標準溶液				mg/L	
檢量線確認 溶液直接計算					mg/L	
檢量線製備  mL 為 例	<input type="checkbox"/> 濃度 <input type="checkbox"/> 質量				μg/mL (μg)	
	回歸結果	Y = <input type="checkbox"/> 吸光度, <input type="checkbox"/> 濃度    a =                    b =                    R =				
	感應因子	mL/μg (μg <sup>-1</sup> )	回算值		μg/mL (μg)	
	回收率	%	與標準 差值		μg/mL (μg)	
	莫耳吸光係數				L/cm · mol	
查核試樣配製					mg/L	
試 樣 溶 液	顯色液 1 濃度(質量)	μg/mL (μg)	原濃度 (質量)		μg/mL (μg)	
	試樣中亞硝酸 鹽質量				mg	
	試樣中亞硝酸 鹽含量				%	
	顯色液 2 求得 之結果(可採逐 步或直接計算)				%	
	試樣平均濃度	%	重複試樣 相對差異		%	
品 管 項 目	試劑空白	μg/mL (μg)	空白樣品		μg/mL (μg)	
	檢量線確認 直接計算			μg/mL (μg)	回收率	%
	查核試樣 直接計算			%	回收率	%
	添加質量	μg	標準品 添加濃度		μg/mL (μg)	
	添加試樣 總質量	μg	所含 試樣質量		μg	
	回收率				%	
請回答以下 2 個簡答題						

## 7 評審表

## 食品中亞硝酸鹽之測定

姓 名		檢定日期		年	月	日	
准考證號碼		考 場	第	考場	第	崗位	
操作項目及配分		錯誤項目及扣分		錯誤項目及扣分			
基本 操作 技巧 40%	天平之 使用	12	<input type="checkbox"/> 1.使用前未注意或調整水平	6	<input type="checkbox"/> 2.稱重不在規定範圍	6	
			<input type="checkbox"/> 3.未關門即稱重(精秤)	12	<input type="checkbox"/> 4.稱重時物品濺出	4	
			<input type="checkbox"/> 5.稱重時先過量再取回	4	<input type="checkbox"/> 6.使用後未歸零	3	
			<input type="checkbox"/> 7.使用前後未保持整潔	3	<input type="checkbox"/> 8.稱重容器殘留物品	8	
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)				
	器皿操 作及溶 液配製	12	<input type="checkbox"/> 1.未使用適當之定量器皿	12	<input type="checkbox"/> 2.量瓶操作不正確	6	
			<input type="checkbox"/> 3.未依實際狀況清洗或潤洗	6	<input type="checkbox"/> 4.吸量管操作不正確	6	
			<input type="checkbox"/> 5.其他(請記載事實)				
	分光光 度計校 正及操 作	16	<input type="checkbox"/> 1.測定過程 0% T 偏離	8	<input type="checkbox"/> 2.測定過程 100%T 偏離	8	
			<input type="checkbox"/> 3.改變波長時未歸零	16	<input type="checkbox"/> 4.比色管放置方位不正確	4	
			<input type="checkbox"/> 5.拿取比色管位置不正確	5	<input type="checkbox"/> 6.吸光槽未保持整潔	6	
			<input type="checkbox"/> 7.檢量線製備時未由低往高	6	<input type="checkbox"/> 8.測定過程中有交叉污染發生	12	
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)				
	結 果 與 數 據 處 理 60%	有以下 1~14 種狀況，視為無結果以零分計算					
		<input type="checkbox"/> 1.計算式不正確或計算錯誤	<input type="checkbox"/> 2.未依方法規定步驟操作				
<input type="checkbox"/> 3.以量筒、量瓶等不適當器皿取準確體積		<input type="checkbox"/> 4.未執行試劑水品質查驗					
<input type="checkbox"/> 5.分光光度計未歸零(0%T)		<input type="checkbox"/> 6.分光光度計未作 100%T 校正					
<input type="checkbox"/> 7.檢量線 $R^2$ 小於 0.995		<input type="checkbox"/> 8.檢量線斜率誤差大於±20%					
<input type="checkbox"/> 9.未依要求執行品管試樣檢測		<input type="checkbox"/> 10.重複試樣誤差大於±20%					
<input type="checkbox"/> 11.查核試樣回收率未介於 80%~120%		<input type="checkbox"/> 12.添加標準品回收率未介於 80%~120%					
<input type="checkbox"/> 13.樣品溶液吸光度未介於標準最高吸光度之 20%~100%							
<input type="checkbox"/> 14.各標準溶液吸光度代入檢量線公式計算值與其濃度之誤差大於 15%							
其他缺失狀況及扣分標準							
<input type="checkbox"/> 1.添加試樣吸光度高於檢量線最高點之 150%		10	<input type="checkbox"/> 2.分析結果有效數字不適當	10			
<input type="checkbox"/> 3.未計算莫耳吸光係數		15	<input type="checkbox"/> 4.莫耳吸光係數計算錯誤	10			
<input type="checkbox"/> 5.未列出各量測值或計算值之單位(每個 1 分，最多 10 分)							
<input type="checkbox"/> 6.未回答結果紀錄表上之問題或錯誤(每題 5 分，最多 10 分)							
<input type="checkbox"/> 7.試樣中亞硝酸鹽兩次測值之相對差異 S%	S%>10%, 扣分=2×(S%-10%)		30				
<input type="checkbox"/> 8.試樣中亞硝酸鹽平均測值與參考值之相對誤差 E%	E%>10%, 扣分=1.5×(E%-10%)		60				
總分							

監評長簽名：\_\_\_\_\_

監評人員簽名：\_\_\_\_\_

## 伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第二站第四題

試題名稱：202-4 總磷之比色定量

- 1 操作說明：試樣以硫酸及過硫酸鹽消化處理，使磷轉變為正磷酸鹽後，加入鉬酸鉍及酒石酸銻鉀與正磷酸鹽作用，再經維生素丙還原為藍色複合物鉬藍，以分光光度計於波長 880 nm 測其吸光度定量。
- 2 實驗步驟
  - 2.1 依承辦單位提供之導電度計操作標準作業程序進行試劑水品質查核。
  - 2.2 磷酸鹽標準溶液之配製：
    - 2.2.1 精秤  $0.10 \pm 0.01$  g 磷酸二氫鉀，以試劑水稀釋至 500 mL，即為磷酸鹽儲備溶液。
    - 2.2.2 取 5.00 mL 儲備溶液稀釋至 250 mL，作為標準溶液。
  - 2.3 混合呈色試劑之配製：
    - 2.3.1 配製 0.1 M 維生素丙溶液：溶解  $0.88 \pm 0.02$  g 維生素丙於 50 mL 試劑水中。
    - 2.3.2 依次混合 50 mL 2.5 M 硫酸溶液，5.0 mL 酒石酸銻鉀溶液，15 mL 鉬酸鉍溶液及 30 mL 維生素丙溶液使成 100 mL 混合呈色試劑，每種試劑加入後，均需均勻混合，且混合前所有試劑均需保持於室溫。
  - 2.4 檢量線之製作：
    - 2.4.1 分別取 0、2.0、5.0、10.0、15.0、20.0 mL 磷標準溶液，加入 5 mL 混合呈色試劑，稀釋至 50 mL。
    - 2.4.2 在 10 ~ 30 分鐘時段內以分光光度計，以波長 880 nm 分別測定吸光度。測各標準溶液之吸光度，以最小平方法迴歸。
  - 2.5 試樣消化：
    - 2.5.1 取  $0.10 \pm 0.01$  g 試樣，溶於 50 mL 試劑水，加入 5 mL 6 M 硫酸溶液及 2 g 過硫酸鉍。
    - 2.5.2 置於已預熱之加熱裝置上，緩慢煮沸 30 ~ 40 分鐘或直至殘留約 10 mL 液體時(注意勿使水樣乾涸)。
    - 2.5.3 冷卻後以試劑水稀釋至約 30 mL，加入 2 滴酚酞指示劑，以 1 M 或適當濃度之氫氧化鈉溶液直至呈淡紅色再加入硫酸至無色。
    - 2.5.4 參考術科承辦單位提供之試樣濃度進行適當稀釋。

- 2.5.5 取適量稀釋試樣，依步驟 2.4 呈色及測定吸光度。
- 2.6 分析結果：依試樣包裝上標示之單位表示，如 %P、%PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、ppm P 等。
- 2.7 品質管制：
- 2.7.1 以術科承辦單位提供不同來源之固體磷酸鹽配製適當濃度之溶液或採用已知濃度之溶液進行檢量線確認。
- 2.7.2 以試劑水進行試劑空白分析。
- 2.7.3 以試劑水依試樣處理步驟進行方法空白分析。
- 2.7.4 不同樣品溶液體積呈色所得之結果視為重複分析，應符合重複分析之品管要求，惟以吸光度接近檢量線最高點吸光度 50%者出具數據。
- 2.7.5 以術科承辦單位提供已知含量之固體試樣或標示濃度之液體試樣依試樣處理步驟進行查核試樣分析，求出回收率。
- 2.7.6 依等量添加原則進行標準品添加分析。
- 2.8 廢液處理：將檢液依性質傾倒於術科承辦單位準備之廢液桶。

元素	Al	B	Ca	Cl	Cu	F	Fe	K
原子量	26.99	10.81	40.08	35.45	63.55	19.00	55.85	39.10
元素	I	Mg	Mn	Na	P	S	Si	Zn
原子量	126.90	24.31	54.94	22.99	30.97	32.07	28.09	65.41

## 3 設備及器皿

## 總磷之比色定量

名	稱	規	格	數量
1	天平	靈敏度 0.0001 g，附 200 g（或全幅）及 10 g 砝碼各 1 顆（可 2 人共用 1 台）。		1 台
2	分光光度計	附比色管。		1 套
3	導電度計	附電極及標準液（應標示配製或開封及裝瓶日期）及溫度－導電度對照表。標準液測值與參考值之誤差應小於 2 %。		1 台
4	加熱設備			1 組
5	定量瓶	50 mL，應編碼且同一應檢人不得相同，A 級。		12 個
6	定量瓶	500 mL，A 級。		4 個
7	定量瓶	250 mL，A 級。		6 個
8	定量瓶	100 mL，A 級。		2 個
9	量筒	100 mL。		1 個
10	球型吸量管	2 mL，A 級。		2 支
11	球型吸量管	5 mL，A 級。		2 支
12	球型吸量管	10 mL，A 級。		2 支
13	球型吸量管	15 mL，A 級。		2 支
14	球型吸量管	20 mL，A 級。		1 支
15	刻度吸量管	2 mL，A 級。		3 支
16	刻度吸量管	5 mL，A 級。		2 支
17	刻度吸量管	10 mL，A 級。		1 支
18	其他必要器皿	視需要供給。		1 組

註：1.本表所列設備及器皿係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.應檢人應依術科承辦單位提供之設備及器皿進行測試，不得額外要求，如造成損壞時，除應照價賠償外，監評人員得視情節酌扣得分。

## 4 試藥及試樣

## 總磷之比色定量

名	稱	規	格	數 量
1	磷酸二氫鉀標準品	固體，配製檢量線標準溶液。		1 g
2	檢量線確認標準品	與標準品不同來源之固體磷酸二氫鉀或已知磷濃度之溶液。		1 g 或 20 mL
3	維生素丙			3 g
4	過硫酸銨			10 g
5	酚酞指示劑	0.1 g 酚酞溶於 100 mL 乙醇中。		10 mL
6	6 M 硫酸溶液	緩慢將 330 mL 濃硫酸加入於 600 mL 試劑水，冷卻後稀釋至 1 L。		50 mL
7	2.5 M 硫酸溶液	緩慢將 140 mL 濃硫酸加入於 300 mL 試劑水，冷卻後稀釋至 1 L。		100 mL
8	2 M 氫氧化鈉溶液	80 g 氫氧化鈉溶於試劑水，稀釋至 1 L。		200 mL
9	酒石酸銻鉀溶液	在 500 mL 量瓶內，溶解 1.3715 g 酒石酸銻鉀於 400 mL 試劑水，稀釋至刻度。貯存於附有玻璃栓蓋棕色瓶中，並保持 4°C 冷藏。		40 mL
10	鉬酸銨溶液	20 g 鉬酸銨溶於水，稀釋至 500 mL。貯存於塑膠瓶並保持 4°C 冷藏。		40 mL
11	含磷試樣	固體或液體試樣，應標示濃度範圍（參考值之 60~160%）。		1 g
12	查核試樣	已知磷濃度之固體或液體試樣。		1 g 或 20 mL
13	試劑水			2 L

註：1.本表所列試藥及試樣量係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.本表所列各試藥及樣品應以單獨容器盛裝。

3.應檢人應依術科承辦單位提供試藥及樣品進行測試，不得額外要求。

4.本表中各種試藥除規格欄中另行註明者，均應使用分析級。

## 5 結果報告表

## 總磷之比色定量

姓名		檢定日期	年	月	日	
准考證號碼		考場	第	試場	第	崗位

一、試劑水品質查核 0.01 M KCl 標準溶液之導電度測值\_\_\_\_\_μmho/cm  
 試劑水導電度\_\_\_\_\_μmho/cm；符合 CNS 3699 A1 級規範？是否。如否，報告監評人員

二、檢量線標準液配製  
 磷酸二氫鉀重\_\_\_\_\_g，製備\_\_\_\_\_mL，取\_\_\_\_\_mL，稀釋至\_\_\_\_\_mL

三、檢量線確認標準液配製 如為液體溶液，其總磷濃度為\_\_\_\_\_  
 磷酸二氫鉀重\_\_\_\_\_g，製備\_\_\_\_\_mL，取\_\_\_\_\_mL，稀釋至\_\_\_\_\_mL

四、檢量線製作，迴歸採用濃度 質量

量瓶編號							
標準體積 mL							
μg/mL ( μg )							
吸光度							

檢量線方程式 吸光度 = \_\_\_\_\_ x 濃度(質量) + \_\_\_\_\_，R 值 = \_\_\_\_\_  
 二者選一 濃度(質量) = \_\_\_\_\_ x 吸光度 + \_\_\_\_\_，R 值 = \_\_\_\_\_

五、試樣製備 試樣編號\_\_\_\_\_濃度範圍\_\_\_\_\_查核試樣濃度(固體液體)\_\_\_\_\_  
 試樣重 \_\_\_\_\_g，製備\_\_\_\_\_mL，取\_\_\_\_\_mL，稀釋至\_\_\_\_\_mL  
 查核試樣\_\_\_\_\_g(mL) 製備\_\_\_\_\_mL，取\_\_\_\_\_mL，稀釋至\_\_\_\_\_mL  
 添加標準品(後添加) 樣品體積\_\_\_\_\_mL，標準添加體積\_\_\_\_\_mL

六、顯色結果

樣品類別	試劑 空白	空白 樣品	檢量線 確認	試樣 顯色 1	試樣 顯色 2			查核 樣品	標準品 添加
量瓶編號									
取樣體積 mL									
吸光度									

重要數據經確認無誤 監評人員簽名：\_\_\_\_\_ 操作時間：\_\_\_\_\_時\_\_\_\_\_分

## 6 結果計算表

## 總磷之比色定量

姓名		檢定日期		年 月 日		
准考證號碼		考 場		第 試場 第 崗位		
標準配製	儲備溶液					mg/L
	標準溶液					mg/L
檢量線確認 溶液直接計算						mg/L
檢量線製備  mL 為 例	<input type="checkbox"/> 濃度 <input type="checkbox"/> 質量					μg/mL (μg)
	回歸結果	Y = <input type="checkbox"/> 吸光度, <input type="checkbox"/> 濃度      a =                      b =                      R =				
	感應因子	mL/μg (μg <sup>-1</sup> )	回算值			μg/mL (μg)
	回收率	%	與原標準 差值			μg/mL (μg)
	莫耳 吸光係數					L/cm · mol
查核試樣配製						mg/L
試 樣 溶 液	顯色液 1 濃度(質量)	μg/mL (μg)	原濃度 (質量)			μg/mL (μg)
	試樣中總磷 質量					mg
	試樣中總磷 含量					%
	顯色液 2 求得 之結果(可採逐 步或直接計算)					%
	試樣平均濃度	%	重複試樣 相對差異			%
品 管 項 目	試劑空白	μg/mL (μg)	空白樣品			μg/mL (μg)
	檢量線確認 直接計算			μg/mL (μg)	回收率	%
	查核試樣 直接計算			%	回收率	%
	添加質量	μg	標準品 添加濃度			μg/mL (μg)
	添加試樣 總質量	μg	所含 試樣質量			μg
	回收率					%
請回答以下 2 個簡答題						

## 7 評審表

## 總磷之比色定量

姓 名		檢定日期		年	月	日	
准考證號碼		考 場	第	試場	第	崗位	
操作項目及配分		錯誤項目及扣分		錯誤項目及扣分			
基本 操作 技巧 40%	天平之 使用	12	<input type="checkbox"/> 1.使用前未注意或調整水平	6	<input type="checkbox"/> 2.稱重不在規定範圍	6	
			<input type="checkbox"/> 3.未關門即稱重(精秤)	12	<input type="checkbox"/> 4.稱重時物品濺出	4	
			<input type="checkbox"/> 5.稱重時先過量再取回	4	<input type="checkbox"/> 6.使用後未歸零	3	
			<input type="checkbox"/> 7.使用前後未保持整潔	3	<input type="checkbox"/> 8.秤重容器殘留物品	8	
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)				
	器皿操 作及溶 液配製	12	<input type="checkbox"/> 1.未使用適當之定量器皿	12	<input type="checkbox"/> 2.量瓶操作不正確	6	
			<input type="checkbox"/> 3.未依實際狀況清洗或潤洗	6	<input type="checkbox"/> 4.吸量管操作不正確	6	
			<input type="checkbox"/> 5.其他(請記載事實)				
	分光光 度計校 正及操 作	16	<input type="checkbox"/> 1.測定過程 0% T 偏離	8	<input type="checkbox"/> 2.測定過程 100%T 偏離	8	
			<input type="checkbox"/> 3.改變波長時未歸零	16	<input type="checkbox"/> 4.比色管放置方位不正確	4	
			<input type="checkbox"/> 5.拿取比色管位置不正確	5	<input type="checkbox"/> 6.吸光槽未保持整潔	6	
			<input type="checkbox"/> 7.檢量線製備時未由低往高	6	<input type="checkbox"/> 8.測定過程中有交叉污染發生	12	
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)				
	結 果 與 數 據 處 理 60%	有以下 1~14 種狀況，視為無結果以零分計算					
		<input type="checkbox"/> 1.計算式不正確或計算錯誤			<input type="checkbox"/> 2.未依方法規定步驟操作		
<input type="checkbox"/> 3.以量筒、量瓶等不適當器皿取準確體積				<input type="checkbox"/> 4.未執行試劑水品質查驗			
<input type="checkbox"/> 5.分光光度計未歸零(0%T)				<input type="checkbox"/> 6.分光光度計未作 100%T 校正			
<input type="checkbox"/> 7.檢量線 $R^2$ 小於 0.995				<input type="checkbox"/> 8.檢量線斜率誤差大於 $\pm 20\%$			
<input type="checkbox"/> 9.未依要求執行品管試樣檢測				<input type="checkbox"/> 10.重複試樣誤差大於 $\pm 20\%$			
<input type="checkbox"/> 11.查核試樣回收率未介於 80%~120%				<input type="checkbox"/> 12.添加標準品回收率未介於 80%~120%			
<input type="checkbox"/> 13.樣品溶液吸光度未介於標準最高吸光度之 20%~100%							
<input type="checkbox"/> 14.各標準溶液吸光度代入檢量線公式計算值與其濃度之誤差大於 15%							
其他缺失狀況及扣分標準							
<input type="checkbox"/> 1.添加試樣吸光度高於檢量線最高點之 150%		10	<input type="checkbox"/> 2.分析結果有效數字不適當	10			
<input type="checkbox"/> 3.未計算莫耳吸光係數		15	<input type="checkbox"/> 4.莫耳吸光係數計算錯誤	10			
<input type="checkbox"/> 5.未列出各量測值或計算值之單位(每個 1 分，最多 10 分)							
<input type="checkbox"/> 6.未回答結果紀錄表上之問題或錯誤(每題 5 分，最多 10 分)							
<input type="checkbox"/> 7.試樣中磷兩次測值之相對差異 S%	S%>2.5%, 扣分=2×(S%-2.5%)		30				
<input type="checkbox"/> 8.試樣中磷平均測值與參考值之相對誤差 E%	E%>4%, 扣分=1.5×(E%-4%)		60				
總分							

監評長簽名：\_\_\_\_\_

監評人員簽名：\_\_\_\_\_

## 伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試題第二站第五題

試題名稱：202-5 試樣中硫酸鹽含量之比濁定量

- 1 操作說明：試樣經前處理成爲水溶液後，加入緩衝溶液及氯化鋇，與硫酸鹽生成大小均勻之懸浮態硫酸鋇沉澱物，以分光光度計於 420 nm 測其吸光度並由檢量線求出試樣濃度。
- 2 實驗步驟
  - 2.1 依術科承辦單位提供之導電度計標準作業程序進行試劑水品質查核
  - 2.2 硫酸鹽標準溶液之配製：
    - 2.2.1 精秤約  $0.20 \pm 0.02$  g 硫酸鈉，溶於 10 mL 0.5 M 鹽酸溶液中，稀釋至 250 mL，作爲儲備溶液。
    - 2.2.2 取 50 mL 上述溶液，稀釋至 250 mL，作爲標準溶液。
  - 2.3 檢量線製作：
    - 2.3.1 分別取 15、20、25、30 及 40 mL 硫酸鹽標準溶液，稀釋至 100 mL，置於 250 mL 錐型瓶。
    - 2.3.2 硫酸鋇濁度之形成：加入 20 mL 緩衝溶液，以磁石攪拌混合，攪拌時加入一匙氯化鋇並立刻計時，於定速率下攪拌  $60 \pm 2$  秒。
    - 2.3.3 硫酸鋇濁度之測定：攪拌終了，於  $5 \pm 0.5$  分鐘以濁度計或分光光度計 420 nm 測定各標準液之濁度讀值（吸光度），以最小平方法迴歸。
  - 2.4 試樣之測定
    - 2.4.1 試樣前處理：精秤  $0.20 \pm 0.01$  g 試樣，加作入 5 mL 0.5 M 鹽酸溶液，參考術科承辦單位提供之試樣濃度進行適當稀釋。  
註：鹼性試樣應檢核配製溶液係爲酸性。
    - 2.4.2 硫酸鋇濁度之形成：量取適量溶液稀釋至 100 mL，依步驟 2.3.2~2.3.3 操作。
  - 2.5 分析結果：依試樣包裝上標示之單位表示，如 %SO<sub>4</sub>、ppm SO<sub>4</sub>、mg/L SO<sub>4</sub> 等。
  - 2.6 品質管制：
    - 2.6.1 以術科承辦單位提供不同來源之固體硫酸鹽配製適當濃度之溶液或採用已知硫酸鹽濃度之溶液進行檢量線確認。
    - 2.6.2 以試劑水進行試劑空白分析。

2.6.3 不同樣品溶液體積所得之結果視為重複分析，應符合重複分析之品管要求，惟以濁度或吸光度接近檢量線最高點 50%者出具數據。

2.6.4 以術科承辦單位提供已知含量之固體硫酸鹽試樣或標示濃度之液體試樣依試樣處理步驟進行查核試樣分析，求出回收率。

2.6.5 依等量添加原則進行標準品添加分析。

2.7 廢液處理：將檢液依性質傾倒於術科承辦單位準備之廢液桶。

元素	Al	B	Ca	Cl	Cu	F	Fe	K
原子量	26.99	10.81	40.08	35.45	63.55	19.00	55.85	39.10
元素	I	Mg	Mn	Na	P	S	Si	Zn
原子量	126.90	24.31	54.94	22.99	30.97	32.07	28.09	65.41

## 3 設備及器皿

## 試樣中硫酸鹽含量之比濁定量

名	稱	規	格	數量
1	天平	靈敏度 0.0001 g，附 200 g（或全幅）及 10 g 砝碼各 1 顆（可 2 人共用 1 台）。		1 台
2	分光光度計	附比色管。		1 套
3	導電度計	附電極及標準液（應標示配製或開封及裝瓶日期）及溫度－導電度對照表。標準液測值與參考值之誤差應小於 2 %。		1 台
4	磁攪拌器	附攪拌子，可不經轉速控制鈕開機。		1 組
5	計時器			1 個
6	定量瓶	100 mL，A 級。		12 個
7	定量瓶	250 mL，A 級。		6 個
8	定量瓶	500 mL，A 級。		3 個
9	量筒	100 mL。		1 個
10	球型吸量管	10 mL，A 級。		2 支
11	球型吸量管	15 mL，A 級。		1 支
12	球型吸量管	20 mL，A 級。		2 支
13	球型吸量管	25 mL，A 級。		2 支
14	球型吸量管	30 mL，A 級。		2 支
15	球型吸量管	50 mL，A 級。		2 支
16	刻度吸量管	5 mL，A 級。		1 支
17	刻度吸量管	10 mL，A 級。		1 支
18	其他必要器皿	視需要供給。		1 組

註：1.本表所列設備及器皿係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.應檢人應依術科承辦單位提供之設備及器皿進行測試，不得額外要求，如造成損壞時，除應照價賠償外，監評人員得視情節酌扣得分。

## 4 試藥及試樣

## 試樣中硫酸鹽含量之比濁定量

名 稱	規 格	數 量
1 氯化鋇	氯化鋇結晶，細度 20 ~ 30 網目。	10 g
2 硫酸鈉（標準品）		1 g
3 檢量線確認標準品	與標準品不同來源之固體硫酸鈉或已知濃度之溶液。	1 g 或 20 mL
4 0.5 M 鹽酸溶液	42 mL 濃鹽酸溶於試劑水中，稀釋至 1 L。	80 mL
5 緩衝溶液	溶解 30 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 、5 g $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ 、1.0 g $KNO_3$ 及 20 mL 99 % $CH_3COOH$ 於約 500 mL 試劑水中，稀釋至 1 L。	300 mL
6 硫酸鹽試樣	固體或液體試樣，應標示濃度範圍（參考值之 40~160%）。	1 g 或 20 mL
7 查核試樣	已知濃度之固體或液體試樣。	1 g 或 20 mL
8 試劑水		2 L

註：1.本表所列試藥及試樣量係為每站 1 位應檢人所需，如人數較多時應依比率增加。

2.本表所列各試藥及樣品應以單獨容器盛裝。

3.應檢人應依術科承辦單位提供試藥及樣品進行測試，不得額外要求。

4.本表中各種試藥除規格欄中另行註明者，均應使用分析級。

## 5 結果報告表

## 試樣中硫酸鹽含量之比濁定量

姓 名				檢定日期	年	月	日	
准考證號碼				考 場	第 試場	第 崗位		
一、試劑水品質查核 0.01 M KCl 標準溶液之導電度測值_____ $\mu\text{mho/cm}$ 試劑水導電度_____ $\mu\text{mho/cm}$ ；符合 CNS 3699 A1 級規範？ <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否。如否，報告監評人員								
二、檢量線標準液配製 硫酸鈉重 _____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL								
三、檢量線確認標準液配製 如為液體溶液，其硫酸鹽濃度為_____ 硫酸鈉重 _____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL								
四、檢量線製作，迴歸採用 <input type="checkbox"/> 濃度 <input type="checkbox"/> 質量								
量瓶編號								
標準體積 mL								
$\mu\text{g/mL}$ ( $\mu\text{g}$ )								
吸光度								
檢量線方程式 吸光度 = _____ x 濃度(質量) + _____，R 值 = _____ 二者選一 濃度(質量) = _____ x 吸光度 + _____，R 值 = _____								
五、試樣製備 試樣編號_____濃度範圍_____查核試樣濃度( <input type="checkbox"/> 固體 <input type="checkbox"/> 液體)_____ 試樣重 _____ g，製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL 查核試樣_____ g(mL) 製備_____ mL，取_____ mL，稀釋至_____ mL 添加標準品(後添加) 樣品體積_____ mL，標準添加體積_____ mL								
六、顯色結果								
樣品類別	試劑 空白	空白 樣品	檢量線 確認	試樣 顯色 1	試樣 顯色 2		查核 樣品	標準品 添加
量瓶編號		—						
取樣體積 mL		—						
吸光度		—						
重要數據經確認無誤 監評人員簽名：_____ 操作時間：_____時_____分								

## 6 結果計算表

## 試樣中硫酸鹽含量之比濁定量

姓名		檢定日期		年	月	日	
准考證號碼		考場	第	試場	第	崗位	
標準配製	儲備溶液						mg/L
	標準溶液						mg/L
檢量線確認溶液 直接計算							mg/L
檢量線製備	<input type="checkbox"/> 濃度 <input type="checkbox"/> 質量						μg/mL (μg)
	回歸結果	Y = <input type="checkbox"/> 吸光度, <input type="checkbox"/> 濃度      a =      b =      R =					
mL 為例	感應因子	mL/μg (μg <sup>-1</sup> )	回算值				μg/mL (μg)
	回收率	%	與原標準 差值				μg/mL (μg)
查核試樣配製							mg/L
試 樣 溶 液	顯色液 1 濃度(質量)	μg/mL (μg)	原濃度 (質量)				μg/mL (μg)
	試樣中硫酸鹽 質量						mg
	試樣中硫酸鹽 含量						%
	顯色液 2 求得 之結果(可採逐 步或直接計算)						%
	試樣平均濃度	%	重複試樣 相對差異				%
品 管 項 目	試劑空白	μg/mL (μg)	空白樣品	—			μg/mL (μg)
	檢量線確認 直接計算			μg/mL (μg)	回收率	%	
	查核試樣 直接計算			%	回收率	%	
	添加質量	μg	標準品 添加濃度				μg/mL (μg)
	添加試樣 總質量	μg	所含 試樣質量				μg
	回收率						%
請回答以下 2 個簡答題							

## 7 評審表

## 試樣中硫酸鹽含量之比濁定量

姓 名		檢定日期		年	月	日	
准考證號碼		考 場	第	試場	第	崗位	
操作項目及配分		錯誤項目及扣分		錯誤項目及扣分			
基本 操作 技巧 40%	天平之 使用	12	<input type="checkbox"/> 1.使用前未注意或調整水平	6	<input type="checkbox"/> 2.稱重不在規定範圍	6	
			<input type="checkbox"/> 3.未關門即稱重(精秤)	12	<input type="checkbox"/> 4.稱重時物品濺出	4	
			<input type="checkbox"/> 5.稱重時先過量再取回	4	<input type="checkbox"/> 6.使用後未歸零	3	
			<input type="checkbox"/> 7.使用前後未保持整潔	3	<input type="checkbox"/> 8.稱重容器殘留物品	8	
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)				
	器皿操 作及溶 液配製	12	<input type="checkbox"/> 1.未使用適當之定量器皿	12	<input type="checkbox"/> 2.量瓶操作不正確	6	
			<input type="checkbox"/> 3.未依實際狀況清洗或潤洗	6	<input type="checkbox"/> 4.吸量管操作不正確	6	
			<input type="checkbox"/> 5.其他(請記載事實)				
	分光光 度計校 正及操 作	16	<input type="checkbox"/> 1.測定過程 0% T 偏離	8	<input type="checkbox"/> 2.測定過程 100%T 偏離	8	
			<input type="checkbox"/> 3.改變波長時未歸零	16	<input type="checkbox"/> 4.比色管放置方位不正確	4	
			<input type="checkbox"/> 5.拿取比色管位置不正確	5	<input type="checkbox"/> 6.吸光槽未保持整潔	6	
			<input type="checkbox"/> 7.檢量線製備時未由低往高	6	<input type="checkbox"/> 8.測定過程中有交叉污染發生	12	
			<input type="checkbox"/> 9.其他(請記載事實)				
	結 果 與 數 據 處 理 60%	有以下 1~14 種狀況，視為無結果以零分計算					
		<input type="checkbox"/> 1.計算式不正確或計算錯誤			<input type="checkbox"/> 2.未依方法規定步驟操作		
<input type="checkbox"/> 3.以量筒、量瓶等不適當器皿取準確體積				<input type="checkbox"/> 4.未執行試劑水品質查驗			
<input type="checkbox"/> 5.分光光度計未歸零(0%T)				<input type="checkbox"/> 6.分光光度計未作 100%T 校正			
<input type="checkbox"/> 7.檢量線 R 小於 0.995				<input type="checkbox"/> 8.檢量線斜率誤差大於±20%			
<input type="checkbox"/> 9.未依要求執行品管試樣檢測				<input type="checkbox"/> 10.重複試樣誤差大於±20%			
<input type="checkbox"/> 11.查核試樣回收率未介於 80%~120%				<input type="checkbox"/> 12.添加標準品回收率未介於 80%~120%			
<input type="checkbox"/> 13.樣品溶液吸光度未介於標準最高吸光度之 20%~100%							
<input type="checkbox"/> 14.各標準溶液吸光度代入檢量線公式計算值與其濃度之誤差大於 15%							
其他缺失狀況及扣分標準							
<input type="checkbox"/> 1.添加試樣訊號高於檢量線最高點之 150%		10	<input type="checkbox"/> 2.未能控制恆速攪拌	10			
<input type="checkbox"/> 3.未依規定時間讀值		10	<input type="checkbox"/> 4.分析結果有效數字不適當	10			
<input type="checkbox"/> 5.未列出各量測值或計算值之單位(每個 1 分，最多 10 分)							
<input type="checkbox"/> 6.未回答結果紀錄表上之問題或錯誤(每題 5 分，最多 10 分)							
<input type="checkbox"/> 7.試樣中硫酸鹽兩次測值之相對差異 S%	S%>8%,	扣分=2×(S%-8%)	30				
<input type="checkbox"/> 8.試樣中硫酸鹽平均測值與參考值之相對誤差 E%	E%>10%,	扣分=1.5×(E%-10%)	60				
總分							

監評長簽名：\_\_\_\_\_

監評人員簽名：\_\_\_\_\_

肆、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試評審驗算紀錄表

姓 名		檢 定 日 期	年 月 日
准 考 證 號 碼		考 場	
第 題 第 站：			
操 作 重 大 缺 失			
結 果 報 告 驗 算			
不 及 格 原 因			

監評長簽名：\_\_\_\_\_ 監評人員簽名：\_\_\_\_\_

伍、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試總評審表

姓名		檢定日期	年	月	日
准考證號碼					
試題	試題名稱	原始分數	扣分	實得數	
第一站					
第二站					
成績總評					
評定		及格			
		不及格			
		取消資格			

監評長簽名：\_\_\_\_\_

監評人員簽名：\_\_\_\_\_

陸、儀器校正及試劑配製紀錄表

一、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試分析天平測試紀錄表

天平編號:		校正日期:	
標準砝碼編號:		校正人員:	
濕度:		合格否:	
溫度:			
線性測試		再現性測試	
法碼重量(g)	測重(g)	法碼重量(g)	測重(g)
		次數	
		1	
		2	
		3	
		4	
		5	
		6	
		7	
		8	
		9	
		10	
		平均重量(g)	
		標準偏差	
備註： 允許差值 4位數天平：0.5mg 2位數天平：0.05g		審核 人員	審核 人員





四、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試分光光度計查核紀錄表 年 月 日

測試溶液：			測試波長：		吸光槽編號及配對測試結果					
序號	儀器編號	儀器型號	吸光度	合格否	1	2	3	4	5	6
1										
2										
3										
4										
5										
6										
7										
8										
9										
10										
11										
12										
13										
14										
15										
16										
17										
18										

審核人員： \_\_\_\_\_

校正人員： \_\_\_\_\_

五、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試試劑配製紀錄表

試題編號		試題名稱			
試劑編號			配製人員		
試劑名稱		配製濃度		配製日期	
配製方法:					
配製過程:					
試劑編號			配製人員		
試劑名稱		配製濃度		配製日期	
配製方法:					
配製過程:					
試劑編號			配製人員		
試劑名稱		配製濃度		配製日期	
配製方法:					
配製過程:					
備註：配製過程應詳細填寫試藥編號及取用量			審核人員	:	審核人員

六、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試樣品配製紀錄表

試題編號		試題名稱			
樣品編號			配製人員		
樣品名稱		配製濃度		配製日期	
配製方法:					
配製過程:					
樣品編號			配製人員		
樣品名稱		配製濃度		配製日期	
配製方法:					
配製過程:					
樣品編號			配製人員		
樣品名稱		配製濃度		配製日期	
配製方法:					
配製過程:					
備註：配製過程應詳細填寫試藥編號及取用量			審核人員	：	審核人員





## 柒、實驗室安全守則及應變常識

### 一、實驗室安全守則

- (一) 在實驗室內嚴禁吸煙及高聲喧嘩。
- (二) 打開盛有乾燥劑之乾燥器時，請勿將蓋子覆在桌面，用完請即蓋上。
- (三) 公用儀器、藥品用畢應即放回原處。
- (四) 一切儀器應按正確方法使用，對於用法不明之電氣儀器切勿任意開動以免損壞或發生危險。
- (五) 儀器零件及附件，請勿任意拆卸以免丟失。
- (六) 請勿將光度計之吸光槽做為普通試管使用。
- (七) 請勿為了一時之便，任意拆卸成套儀器零件，作為他用。
- (八) 請勿使用不潔之藥匙挖取藥品，也勿以不潔之吸管或滴管吸取藥液，以免造成污染。
- (九) 打洞橡皮塞或軟木塞（須先用木砧滾壓）時，應以水潤滑由小端向大端打，切勿使打洞器刃口與桌面磨擦，以免損壞打洞器及桌面。
- (十) 使用安全吸球時，請勿讓藥液吸入球內。
- (十一) 盛過鹼液之滴定管或分液漏斗，用畢應即洗淨，否則其活栓會被黏住。
- (十二) 抽氣過濾時，布氏漏斗中濾紙之大小以能蓋住全部孔洞為宜，不可過大翹起，所用橡皮管宜使用硬質者，若要保留濾液，則使用水流抽氣器（Aspirator）時，應加裝緩衝瓶，以防自來水倒流入濾液中。
- (十三) 滴定前請先檢查滴定管活栓是否靈活，以及會不會漏。
- (十四) 滴定时，請將注加藥液之漏斗取下，被滴定之溶液請以錐形瓶盛之，不宜使用燒杯盛之。
- (十五) 請勿任意拆散量瓶、有塞燒瓶等蓋子或滴定管，分液漏斗等活栓。
- (十六) 電爐下面要加爐墊（可用磚塊，但千萬不可用報紙或其他易燃物）不可直接置於桌面使用，否則會燒壞桌面。
- (十七) 稱量易潮解之藥品時，請使用稱量瓶，不宜使用稱藥紙盛之。
- (十八) 稱量自烘箱中取出之物品時，應先用坩堝夾夾至乾燥器中，待冷後始行稱量。
- (十九) 使用量瓶配製難溶藥品之溶液時，宜先讓藥品在燒杯內溶解後，才倒入量瓶，然後用試劑水洗滌燒杯多次，並將各次洗液均倒入量瓶中。
- (二十) 添加溶劑至量瓶之刻度時，其最後 1~2mL，宜使用吸管添加，較能避免過量，若

量瓶內液體之溫度高於或低於常溫，宜待其達到常溫時，始行加滿至刻度。加至刻度後，更應蓋上蓋子上下倒置，使其充分混合。

- (廿一) 洗完玻璃儀器後，應用試劑水沖洗，沖試劑水時，不可用手指按住瓶口或管口振盪，沖試劑水後更不可用衛生紙或抹布擦乾。若要乾燥，須任其自然滴乾或烘乾。
- (廿二) 不可將塑膠製品，橡皮製品或有精確刻度之玻璃儀器放入烘箱烘乾。
- (廿三) 烘箱內棉花或紙片著火時，請即切斷電源，並關閉氣門，切勿打開烘箱之門，以免空氣進入，火勢更旺。
- (廿四) 在定量實驗時不可使用量筒或滴管量取試料或藥液，更不可使用量筒配製標準溶液。
- (廿五) 玻璃、紙張、垃圾等固體，切勿投入水槽。
- (廿六) 稀釋濃硫酸時，要將濃硫酸徐徐倒入試劑水中，並不斷攪拌之（最好再於容器之外用水冷卻），千萬不可將試劑水注入濃硫酸中。
- (廿七) 不可將有刻度之玻璃儀器或厚薄不均勻之玻璃儀器置於電爐上加熱，否則則會炸裂。
- (廿八) 揮發性之溶劑極易燃燒，切勿靠近火焰，不溶於水之有機溶煤著火時，切勿用水滅火，以免更助長火勢蔓延。酒精、丙酮及冰乙酸均可溶於水，故可用水滅火。
- (廿九) 添加酒精燈中酒精時，必須將酒精燈完全熄滅後，方可添加。
- (三十) 燒玻璃時，必須注意玻璃冷卻很慢，非放置一段時間不可用手去摸，以防火灼傷。
- (卅一) 切勿將燒熱之玻璃容器投入水中急速冷卻。
- (卅二) 振盪分液漏斗時，應將其尖端朝下，以免戳傷鄰近之人，且由於所用之溶媒多易揮發，因此振盪數下，即應排氣一次。
- (卅三) 當直接加熱試管內物質時切勿將試管口對著自己或他人，爲了避免試管內溶液濺出，宜常旋轉振盪試管，以免局部過熱。
- (卅四) 切勿用口吸取強酸、強鹼或有毒物質。
- (卅五) 凡爲有毒物質或致癌物質污染之儀器，桌面及其他處所，務請清除乾淨，以免危害他人健康。
- (卅六) 切勿把臉覆在容器上去嗅任何氣體或液體氣味，以免中毒。
- (卅七) 將玻璃管、溫度計或漏斗插入軟木塞或橡皮塞時，宜先用水濕潤塞子及玻璃管，然後用手巾包裹玻璃管，握住其近塞子之末端，徐徐旋入，以免玻璃管中途折斷

傷手。

(卅八) 在實驗進行中，遇有疑問，應即向監評人員報告，切勿自作聰明，任意變更實驗程序，以免發生危險。

(卅九) 實驗完畢，務請將所用儀器洗淨，並排列整齊。桌面藥品請加蓋，有罩儀器亦請將罩子罩上。

(四十) 應遵守監評員所指定之一切注意事項。

## 二、應變常識

(一) 電器著火，應先切斷電源。比水輕且與水不互溶之液體著火時，切勿以水滅火，以免助長其蔓延，宜用砂、濕布或實驗衣隔絕其空氣。衣服著火，可用水澆之。

(二) 酸或鹼濺到衣服時，須分別用  $\text{NH}_4\text{OH}$  或  $\text{CH}_3\text{COOH}$  中和。

(三) 酸濺到皮膚時，先用水沖洗（若濺到濃硫酸，須先擦去，始沖水，以免濃硫酸遇水生熱反被燙傷），然後用飽和  $\text{NaHCO}_3$  溶液沖洗，再以固體  $\text{NaHCO}_3$  敷於傷處。10 分鐘後洗去  $\text{NaHCO}_3$ ，並以乾淨毛巾拭乾，然後塗以卡隆油(Carron oil)，即石灰與等量亞麻仁油之混合物。

(四) 鹼濺到皮膚時，先用水沖洗，然後用飽和硼酸溶液沖洗，再以固體硼酸敷於傷處。10 分鐘後洗去硼酸，並用乾淨毛巾拭乾，然後塗以充有碳酸之凡士林。

(五) 溴濺到皮膚時，先用水沖洗，然後用濃硫代硫酸鈉沖洗，然後洗去硫代硫酸鈉，並用乾淨毛巾擦乾。然後塗以卡隆油或凡士林。

(六) 酚酞濺到皮膚時，先用 50% 酒精充分洗滌，拭乾後塗以卡隆油或凡士林。

(七) 灼傷（燙傷及燒傷）時宜迅速除去受傷部位束縛性衣物，如指環、手鐲、腰帶、鞋襪等，切勿弄破水泡以免阻礙局部血液之供給，宜儘可能將受傷部位浸於冷水中，以減少熱量在燒傷組織內擴張，並減輕痛楚。然後保持受傷部位清楚乾爽，切勿使用油膏或油質敷料敷於傷處。如傷處易受感染時，如傷手或傷足，可用消毒或清潔敷料輕輕敷紮。嚴重灼傷時應保護傷者免受風寒並常常給予傷者特殊飲料（即每杯開水加鹽及小蘇打各半茶匙）以補充傷者體液之損失，十五分鐘喝半杯，直到送達醫院為止。

(八) 為化學藥品灼傷時，宜先用大量流水沖去化學藥品，並確保水流暢通以免有腐蝕性之液體在受傷部位下面積聚，然後依前項所述法則處理之。

(九) 刺激性化學藥品濺到眼睛時，應立刻用清水洗滌眼睛，其法如下：將患者之頭側向

受傷之一邊，用手指撐開眼皮，使水慢慢灌入眼內，水應灌入眼睛內角，使其在眼皮下眼球上流過，至少要沖洗一公升以上之水將藥品充分沖去。若所濺到之化學藥品為酸或鹼時，則用水沖洗後，再用 2%NaHCO<sub>3</sub>(濺到酸時)或飽和硼酸溶液(濺到鹼時)沖洗，然後用乾淨毛巾拭乾，並點入數滴橄欖油。

(十) 當有外物侵入眼睛時，必須遵守下列禁忌事項：

1. 在雙手未徹底洗淨前不要檢查眼睛。
2. 不要揉擦眼睛，因為揉擦將驅使外物深入組織，增加取出困難，且易引起發炎。
3. 不可用火柴、牙籤等來剔除眼中外物。
4. 若外物深入眼球，不要企圖將外物取出，應即將受傷部位蓋一塊消毒紗布或乾淨之布立刻送醫，動作愈快，挽回患者視力之機會愈大。

(十一) 若外物沒有埋入眼球可依下述方法將外物取出：

1. 翻開眼瞼，看看外物有無在眼裡層之表面，若有則用乾淨手帕之一角或一支濕之棉籤，輕輕地將其沾出。
2. 令患者向下看，用姆指和食指抓緊上眼瞼之睫毛部分，將上眼瞼向前拉並向下壓到下眼瞼上面，於是存於上眼瞼裡之外物可隨眼淚流出。
3. 用硼酸溶液(1/2 茶匙泡一杯冷開水即得)洗眼。

(十二) 誤食酸類(如 HCl、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)，可服碳酸氫鈉(小蘇打)溶液以中和之，然後再多食牛乳和蛋白或橄欖油以保護消化系統之內壁。

(十三) 誤食鹼類(如 NaOH、KOH、NH<sub>4</sub>OH 等)時，宜服用乙酸溶液或檸檬汁以中和之，然後再多食牛乳和蛋白或橄欖油。千萬不可讓患者嘔吐。

(十四) 誤食硫酸銅時，宜先服吐劑，次服牛乳與雞蛋，再服興奮劑。

〔註 1〕每半杯水加幾茶匙小蘇打不斷讓病人喝即可引起嘔吐，乳鎂劑產生氣體較少，以之作為催吐劑比小蘇打好，如果不能用流質吐劑時，可將手指或湯匙柄或羽毛放在患者喉部使其嘔吐。

〔註 2〕濃咖啡、濃茶、白蘭地酒均可作為興奮劑。

(十五) 誤食碘時，可服澱粉糊及牛乳，必要時並須服興奮劑。

(十六) 誤 AgNO<sub>3</sub>時，宜服食鹽水，使 Ag<sup>+</sup>生成 AgCl 沉澱以解毒。

(十七) 誤食鉛質時，可服 EDTA 溶液以解毒。

〔註 1〕EDTA 全名 Ethylenediamine tetraacetic acid，又名 Versene 或 Sequestrol。

(十八) 誤食汞或汞鹽時，須即服吐劑或即洗胃（使用單寧酸，牛乳或蛋白洗胃較佳，因其可與汞形成沉澱）。並以 BAL 治療之。

(十九) 氰化物中毒時，宜速服 Amylnitrile 並注射 10mL 3% Sodium nitrile (nitrile 可使 hemoglobin 轉變成 methemoglobin，這種變性血紅素可和  $\text{CN}^-$  結合成無害之 cyanmethemoglobin 中分出，生成 thiocyanate 排出。如無上述藥物，應速給患者吐劑，並移至有新鮮空氣處所。呼吸困難時，宜輪流用冷熱水沖洗頭及脊柱，並施行人工呼吸及嗅以氨氣。

(二十) 一氧化碳中毒時，須供給充分氧氣，並嗅以乙酸。

## 捌、技術士技能檢定化學職類乙級術科測試時間配當表

每一檢定場，每日排定測試場次一場；程序表如下：

時 間	內 容	備 註
07：50—08：30	1.監評前協調會議（含監評檢查機具設備） 2.應檢人抽題及工作崗位。 3.場地設備及供料、自備機具及材料等作業說明。 4.測試應注意事項說明。 5.應檢人試題疑義說明。 6.應檢人檢查設備及材料。 7.其他事項。	
08：30—12：00	第一階段測試	
12：00—13：00	監評人員休息用膳時間	
13：00—16：30	第二階段測試	
16：30—	檢討會（監評人員及術科測試辦理單位視需要召開）	