

# 2023 年度湖南省“楚怡杯”职业院校技能竞赛 赛项规程

## 一、赛项名称

1. 赛项名称：农产品质量安全检测
2. 赛项组别：高职高专组
3. 赛项归属：农林牧渔专业类

## 二、竞赛内容

### 1. 竞赛任务

本赛项包括 2 个竞赛任务。

任务一：农药残留检测项目——“蔬菜中有机磷类农药残留的检测”；任务二：重金属污染检测项目——“茶叶中重金属含量的检测”

2 名选手分别选择一个任务进行比赛，任务一农药残留检测项目的试样前处理过程将由参赛人员现场操作完成；试液的上机测定由赛项专家组安排第三方检测机构按规定统一进行，选手制备样品的回收率和 RSD 值将直接根据检测机构检测数据计分；为了考核参赛选手图谱解读及数据处理能力，参赛选手对所提供的打印图谱计算回收率和 RSD 值并进行数据处理和正确填写检测记录单；此外，开展气相三维仿真软件使用操作考核。

任务二重金属检测竞赛项目考察选手试样预处理（样品消解液由组委会提前准备好，样品消解不作为考核点）、上机测量、数据处理和虚拟仿真等过程。

### 2. 竞赛要求

(1) **技术要求**。全面考察学生对气相色谱法检测蔬菜中农药残留和原子吸收分光光度法测定茶叶中重金属含量的实施过程中所涉及的基本操作、对过程的整体把握和运用能力以及在整个实验过程中的操作文明和操作安全意识。

(2) **职业素养要求**。操作设备规范安全，完成任务有计划、有条理，遇到问题灵活应对，尊重他人、爱护财物，保持赛位整洁等。

## 三、竞赛方式

2 人小组赛，每名选手分别选择一个任务进行比赛，每个任务成绩分别独立计分，最终成绩由二个任务分数相加的总分决定。

## 四、竞赛时量

竞赛总时长 270 分钟。

农药残留检测项目现场操作要求每个参赛队员在 150 分钟内完成（不包含氮吹等待的时间）。计时从实验准备开始，至实验台清洁完毕结束，学生须按规定时间完成操作。气相三维仿真软件操作和数据处理分别要求在 60 分钟内完成，学生须按规定完成操作。

重金属污染检测项目现场预处理操作要求每个参赛队员在 120 分钟内完成；上机检测要求在 30 分钟内完成，学生须按规定完成操作。数据处理要求在 60 分钟内完成；原子吸收三维仿真要求在 60 分钟内完成。

## 五、名次确定办法

按照竞赛总成绩从高到低排序确定名次，不设并列名次。总成绩相同，以完成时间较短者名次列前；总成绩和完成时间均相同者，以操作过程较为规范者名次列前。

## 六、评分标准与评分细则

### 1. 评分标准

每个任务满分100分，总成绩200分。每个任务成绩分别独立计分，最终成绩由2个任务分数相加的总分决定。

表 1“蔬菜中有机磷类农药残留的检测”项目评分标准及分值

考核内容		考核知识点/技能点	分值
样品预处理	制样	制样方法；食品加工器的使用	5
	提取	天平的使用；移液枪的使用；移液管的使用；旋涡振荡器的使用；过滤方法	17
	净化	氮吹仪的使用；旋涡振荡器的使用；移液管的使用	18
	规范与安全	标识规范；文明操作规范；安全操作规范；	5
	熟练度	操作熟练度	5
检测结果	回收率	统一送检,考察回收率结果。仪器操作不作为考核点	8
	RSD 值	统一送检,考察精密度结果。仪器操作不作为考核点	7
数据处理	定性分析	图谱解析；数据记录表填写；标液的配制	6
	定量分析	数据修约原则；计算公式的使用；回收率和 RSD 的计算方法	9
气相三维仿真操作	实验室安全	实验室安全知识；实验仪器设备管理与维护；检测过程中所涉及实验室安全隐患排查；安全防护用品使用及穿戴等	5
	工作站仿真	能够正确配制标液；建立检测方法包括进样口、检测器、色谱柱温度设置，气体流量等设置；设置样品信息并进样；建立标准曲线，对未知样品进行定性和定量分析	15
合计			100

表 2 茶叶中重金属含量的检测项目评分标准及分值

考核内容		考核知识点/技能点	分值
样品预处理	样品称重	分析天平的使用	5
	标样稀释	移液管的使用；容量瓶的使用	12
	萃取分离	分液漏斗的使用	13
	安全、文明	操作安全、实验台面整洁、正确倾倒废弃物	5
	熟练度	选手操作熟练程度	5
上机测量	单火焰原子吸收分光光度计的操作：包括开关气体和点火；软件操作、参数设置；标样、样品液和空白液的进样；测量数据的正确读取		20
数据处理	原始数据记录规范；标准曲线的制作；数据计算方法；数据修约原则；精密度；准确度		20
原子吸收三维仿真	实验室组织管理	能够理解实验室安全管理制度；正确进行实验室安全防护；处理实验室常见安全事故。	5
	样品前处理	参照国标进行试样制备；对样品进行湿法消解；微波消解；压力罐消解；	7
	石墨炉法含量测定	正确进行标准样品配制；独立完成原子吸收分光光度计（石墨炉法）的开关机操作；正确设置分析方法并完成样品的采集；正确进行数据处理并得到分析结果；对原子吸收分光光度计进行日常维护并对使用过程中的常见故障进行处理。	8
合计			100

### 2. 评分细则

表 1“蔬菜中有机磷类农药残留的检测”项目评分细则

考核环节	考核内容	配分	评分标准	每项分数
样品预处理 (50)	制样	5	1.正确去皮，切成小块	2.5
			2.正确用搅拌机制样，样品打成泥，无明显颗粒	2.5
	提取	17	1.正确使用电子天平	4

			2.正确加入乙腈溶液	3
			3.正确使用旋涡振荡器	2
			4.移液枪的使用	4
			5.正确使用脱水装置	2
			6.正确过滤	2
			净化	18
	2.正确取上清液	3		
	3.正确使用氮吹仪	6		
	4.正确定容	2		
	5.正确使用旋涡混合器	3		
	6.正确使用过滤膜	1		
	规范与安全	10	1.标识规范	1
			2.文明操作规范	1
3.安全操作规范			3	
4.操作熟练度			5	
检测结果 (15)	结果准确性	15	1. 准确性: 计算回收率, 三个回收率均在 60%-120% 之间, 得分为: $(100\%-A) \times 8$ ; 如有一个样品回收率小于 60%或大于 120%, 得分为 $(100\%-A) \times 8 \times 0.4$ ; A 为平均回收率与 100%差值的绝对值; 两个或两个以上样品回收率小于 60%或大于 120%, 得 0 分	8
			2. 精密度: $RSD \leq 1\%$ , 得 7 分; $1\% < RSD \leq 3\%$ , 得 5 分; $3\% < RSD \leq 5\%$ , 得 4 分; $5\% < RSD \leq 8\%$ , 得 3 分; $8\% < RSD \leq 10\%$ , 得 1 分; $10\% < RSD$ , 得 0 分	7
数据处理 (15)	定性分析	6	1.根据给出的标准溶液图谱和样品图谱的保留时间, 定性准确	2
			2.预处理条件填写正确、规范	1
			3.标准溶液配制方法正确	2
			4.原始记录整洁、规范	1
	定量分析	9	1.根据标准公式和样品图谱数据, 计算样品中各农药质量分数 $w$ , 结果准确	3
			2.回收率结果计算准确	3
			3.精密度结果计算准确	2
			4.检测条件填写正确、规范	1
气相三维仿真操作 (20)	实验室安全	5	实验室安全知识; 实验仪器设备管理与维护; 检测过程中所涉及实验室安全隐患排查; 安全防护用品使用及穿戴等	5
	工作站仿真	15	能够正确配制标液; 建立检测方法包括进样口、检测器、色谱柱温度设置, 气体流量等设置; 设置样品信息并进样; 建立标准曲线, 对未知样品进行定性和定量分析	15
合计	100 分			

表 2“茶叶中重金属含量的检测”项目评分细则

考核环节	考核内容	配分	评分标准	每项分数
样品 预处理 (40)	称重	5	分析天平使用准备	1
			分析天平的正确使用	3
			分析天平的整洁	1
	标样稀释	12	移液管正确润洗	1
			移液管握法、取样、放液、读数正确	5
			熟练使用吸耳球	1
			容量瓶初步混匀、静置、准确定容，胶头滴管正确使用	3
			充分混匀	2
	萃取分离	13	加料顺序正确、没有试剂污染、加有机试剂及时盖上	3
			振荡手势正确、不得有液体泄露	2
			正确放气、分层清晰、正确取液	4
			具塞刻度管及时盖盖子	1
			调 pH 摇匀观察颜色、量筒握法正确	3
	实验安全	5	安全操作规范	3
	实验文明		文明操作	2
	熟练度	5	操作熟练度	5
	上机 测量 (20)	仪器正确 操作	7	正确选灯，并进行寻峰
正确进行样品设置				2
确认水封				1
开气顺序正确，顺利点火				2
正确 测量		8	进行能量平衡，并正确较零	1
			火焰稳定后开始测量，正确进行数据采集	2
			测样时浓度不确定时或浓度从高到低必须用纯水吸喷冲洗进样毛细管	3
			样品检测结束后用纯水吸喷冲洗进样毛细管	2
测量 结束		5	关气顺序正确，空气压缩机有放水操作	2
			正确保存数据并打印	1
	本环节操作熟练，安全		2	
数据处理 (20)	测量结果的 标准曲线	4	回归线的相关系数： ( $R^2$ ) $\geq 0.999$ (4分)； $0.997 \leq (R^2) < 0.999$ (3分)； $0.995 \leq (R^2) < 0.997$ (2分)； $0.993 \leq (R^2) < 0.995$ (1分)； ( $R^2$ ) $< 0.993$ (0分)	4
	数据记 录、结果 计算和有 效数字的 保留	10	数据记录准确、完整、美观，计算正确，能正确保留有效数字，可杠改不能涂改	10
	测量结果的 准确度和 精密度	3	平均绝对误差 (3分) MAE $\leq 1\%$ (3分)； $1\% < \text{MAE} \leq 3\%$ (2分)； $3\% < \text{MAE} \leq 5\%$ (1分)； MAE $> 5\%$ (0分)	3
		3	相对标准偏差 (3分) RSD $\leq 1\%$ (3分)； $1\% < \text{RSD} \leq 3\%$ (2分)； $3\% < \text{RSD} \leq 5\%$ (1分)； RSD $> 5\%$ (0分)	3

原子吸收 三维仿真 (20)	实验室 组织管理	5	能够理解实验室安全管理制度；正确进行实验室安全防护；处理实验室常见安全事故。	5
	样品前 处理	7	参照国标进行试样制备；对样品进行湿法消解；微波消解；压力罐消解；	7
	石墨炉法 含量测定	8	正确进行标准样品配制；独立完成原子吸收分光光度计（石墨炉法）的开关机操作；正确设置分析方法并完成样品的采集；正确进行数据处理并得到分析结果；对原子吸收分光光度计进行日常维护并对使用过程中的常见故障进行处理。	8
合计	100 分			

## 七、赛点提供的设施设备仪器清单

各项目的数据处理考核及三维虚拟仿真操作考核在计算机室进行，一名选手一台计算机独立完成。

**表 1 赛场提供计算机及 Windows7 环境**

序号	软件	规格说明	备注
1	电脑操作系统	Windows 7	
2	气相三维虚拟仿真操作	OBEGCV3.0	
3	原子吸收三维虚拟仿真操作	V1.0	

现场操作项目竞赛场地安排：

二个现场操作项目的比赛分别在独立实验室进行。实验室环境标准要求照明、控温良好，能提供稳定的水、电。每个竞赛场地边上设有卫生间，竞赛实训基地及机房边上提供医疗服务站，有正常的楼梯及紧急疏散通道。

每个项目考核场地面积不小于120 m<sup>2</sup>，场地内设有相对独立的长实验台，每个实验台按照每批次选手人数分为不同实验区，每个实验区标明编号。比赛时每个选手占用一个实验区作为比赛用台，其使用面积为1.5 m<sup>2</sup>~2 m<sup>2</sup>，比赛用台旁边设有水槽，供选手使用。

**表 2 农药残留检测项目所用主要设备**

序号	名称	规格	备注
1	气相色谱仪		送检
2	电子天平	0.01 g	2-3 人共用
3	食品加工器	飞利浦	2-3 人共用
4	旋涡混合器	艾本森 Mix Plus	2-3 人共用
5	氮吹仪	奥盛 MD 200-2	2-3 人共用
7	一次性注射器	1 mL	3 支/人
8	微量移液枪及枪头	量程 100 μL	1 支/人
9	具塞量筒	50 mL	3 支/人
10	具塞刻度试管	10 mL	3 只/人
11	微孔滤膜	0.22 μm 有机膜	3 只/人

**表 3 重金属污染检测项目所用主要设备**

序号	名称	型号规格	备注
1	电子天平	0.0001 g	2-3 人共用
2	单火焰原子吸收分光光度计	北京普析 TAS-990SF	共用
3	电脑主机		共用
4	打印机		共用

5	锥形瓶	250 mL	1 只/人
6	分液漏斗	125 mL	10 只/人
7	容量瓶	50 mL	3 只/人
8	吸量管	1.0 mL	3 只/人
9	吸量管	2.0 mL	3 只/人
11	吸量管	5.0 mL	3 只/人
12	吸量管	10.0 mL	3 只/人
13	带塞刻度管	10 mL	10 只/人

表 4 农药残留检测项目所用试剂

序号	名称	规格	备注
1	乙腈	色谱纯	
2	丙酮	色谱纯	
3	氯化钠	分析纯	

表 5 重金属污染检测项目所用试剂

序号	名称	规格	备注
1	样品消解液		不标注浓度, 数据处理时告知真实浓度
2	试剂空白液		
4	硫酸铵溶液	300 g/L	现配
5	柠檬酸铵	250 g/L	现配
6	溴百里酚蓝水溶液	1 g/L	现配
7	二乙基二硫代氨基甲酸钠 (DDTC) 溶液	50 g/L	现配
8	氨水 (1+1)		现配
9	4-甲基-2-戊酮 (MIBK)		
10	水	高纯水	
11	铅标准液	100 µg/mL	

## 八、选手须知

### 1. 选手自带工（量）具及材料清单

选手无需自带工具。

### 2. 主要技术规范及要求

任务一检测方法依照《蔬菜和水果有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》(NY/T761-2008)操作。任务二检测方法依照《食品安全国家标准：食品中铅的测定—火焰原子吸收光谱法》(GB 5009.12-2017)操作。竞赛所需试剂以及部分溶液将统一提供。为每个选手提供的玻璃器皿均洁净干燥，无需洗涤。

### 3. 选手注意事项

(1) 参赛选手严格遵守赛场规章、操作规程，保证人身及设备安全，接受裁判员的监督和警示，文明竞赛。

(2) 各参赛队应在竞赛开始前一天规定的时间段进入赛场熟悉环境。

(3) 限于竞赛场地设备等条件的制约，二个现场操作项目的竞赛需要分批进行，选手参加

考试的批次和竞赛工位将通过抽签决定。参赛选手应持参赛有效证件，按要求到各考核项目指定地点接受检录、抽签决定竞赛座位等。

(4) 参赛选手应按要求佩戴相关证件，并根据竞赛项目要求穿统一的实验服。

(5) 参赛选手进入赛场，不允许携带任何书籍和其他纸质资料（相关技术资料由赛项执委会统一提供），不允许携带通讯工具和存储设备。现场操作考核项目的操作规程、数据记录纸、签字笔等将由组委会统一提供，各参赛队可以根据竞赛需要自行选择使用现场提供的物品。

(6) 竞赛时，在收到开赛信号前不得启动操作，各参赛选手需在抽签确定的工位上完成相应竞赛项目。比赛期间参赛选手不得离开比赛场地，如有特殊情况，需经裁判人员同意后方可离开，但离开期间的时间一律计算在比赛时间内。

(7) 比赛期间，参赛选手必须严格遵守赛场纪律，不得在赛场内大声喧哗，不得作弊或弄虚作假；同时，必须严格遵守操作规程，确保设备和人身安全，并接受裁判员的监督和警示。若因选手个人因素造成设备故障或损坏，无法进行比赛，裁判长有权终止该队比赛；若因非选手个人因素造成设备故障的，由裁判长视具体情况做出裁决。竞赛选手应服从裁判评判，若对裁判评分产生异议，不得与裁判争执与顶撞，但可于规定时限内由领队向竞赛仲裁委员会提出书面仲裁申请；由竞赛促裁委员会调查核实并处理。

(8) 在竞赛规定时间结束时各参赛队应立即停止答题或操作，不得以任何理由拖延竞赛时间。参赛队欲提前结束比赛，应向现场裁判员举手示意并记录比赛终止时间，比赛终止后，不得再进行任何与比赛有关的操作。竞赛操作结束时，各参赛队要按照大赛要求和赛题要求提交竞赛材料，按照现场考试要求的名字进行命名，如不符合命名规则，泄漏单位信息与身份信息的，该队竞赛成绩将被取消。

#### **4. 竞赛直播**

竞赛全程录像，可在指定区域观摩。

## **九、样题（竞赛任务书）**

2023 年度湖南省职业院校技能竞赛  
高职高专组农林牧渔类农产品质量安全检测赛项  
(样卷)

---

竞  
赛  
任  
务  
书

场次号：\_\_\_\_\_ 机位号（工位号、顺序号）：\_\_\_\_\_。  
2022 年 12 月 日

# 注意事项

## 一、竞赛任务概述

本赛项为团体赛，包括蔬菜中有机磷类农药残留检测和重金属污染检测 2 个竞赛任务，各任务分值都为 100 分，本赛项满分为 200 分。每个参赛队由 2 名参赛选手组成，每名选手各选择 1 个任务进行比赛，最终成绩由 2 个任务分数相加的总分决定。

## 二、注意事项

组委会为本赛项提供的玻璃器皿均洁净干燥，无需洗涤。

# 2023 年度湖南省职业院校技能竞赛 高职高专组农林牧渔类农产品质量安全检测赛项

## 任务一：蔬菜中有机磷类农药残留检测竞赛任务

### （一）：样品预处理

#### 注意事项

1. 每位选手做三个平行加标样，样品预处理完成后，由组委会统一送至第三方检测机构检测。
2. 选手提前10分钟进场。选手入场后可检视仪器设备，如有问题可提出更换；比赛正式开始后不再处理任何仪器设备问题，一切后果选手自负。
3. 本次比赛有5个检测关键点，务必先举手示意评分裁判，等评分裁判过来后，方可进行。
4. 比赛时间：150分钟，其中氮吹等待时间扣除。氮吹步骤统一安排，轮流进行。

### 蔬菜中有机磷农药残留检测操作规程

#### 1 制样

黄瓜两根去皮，切小块，放入搅拌机中，打浆。

#### 2 样品提取

准确称取  $10.00 \pm 0.10$  g（**需举手示意裁判**）黄瓜匀浆于 50 mL 离心管中，用移液枪加入标液 100  $\mu$ L（**需举手示意裁判**），用 20 mL 移液管准确移入 20.0 mL 乙腈（**需举手示意裁判**），于旋涡振荡器上混匀 2 min 后用滤纸过滤，滤液收集到装有 2 g ~ 3 g 氯化钠的 50 mL 具塞量筒中，收集滤液 20 mL 左右，盖上塞子，剧烈震荡 1 min，在室温下静置 30 min 左右，使乙腈相和水相完全分层。

#### 3 净化

用 5 mL 吸量管从具塞量筒中准确移取 4.00 mL 乙腈相溶液（**需举手示意裁判**）于 10 mL 刻度试管中，将其置于氮吹仪中，温度设为 75  $^{\circ}$ C，缓缓通入氮气，蒸发近干，用 2 mL 吸量管准确移入 2.00 mL 丙酮（**需举手示意裁判**），在旋涡混合器上混匀，用 0.22  $\mu$ m 滤膜过滤后，分别移入至自动进样器进样瓶中，做好标记，供色谱测定。

样品瓶编号为：NC 赛位号-1、NC 赛位号-2、NC 赛位号-3。如赛位号为 03，则样品瓶编号为：NC03-1、NC03-2、NC03-3。

#### 4 测定（由裁判收齐样品后统一送至第三方检测机构检测）。

重复平行	1	2	3
蔬菜质量 (g)			
氯化钠质量 (g)			

# 2023 年度湖南省职业院校技能竞赛 高职高专组农林牧渔类农产品质量安全检测赛项

## 任务一：蔬菜中有机磷类农药残留检测竞赛任务 (二)：数据处理

### 注意事项

时间：60 分钟。

#### 请根据以下操作规程与检测图谱填写检测记录单

注意事项：

- 1) 请各位同学根据以下操作规程与检测图谱填写检测记录单。
- 2) 请根据手中的标准样品谱图、空白样品谱图和平行的未知样品谱图，对未知样品中的有机磷类农药进行定性及定量分析。
- 3) 如需使用计算器，请使用 windows 自带的标准型计算器，不得使用科学型计算器。
- 4) 1 号图谱为混合标准溶液（浓度均为 0.05 mg/L）色谱图；2 号图谱为黄瓜空白溶液图谱；3、4、5 号图谱为三个加标样品溶液色谱图。
- 5) 数据处理时，请依据本操作规程所提供的公式来进行，保留时间和峰面积 按图谱完整填写，农药质量分数计算结果保留三位有效数字，回收率和 RSD 保留小数点后一位。

### 蔬菜中有机磷农药残留操作规程

考虑到竞赛的时间要求以及公平公正的大赛原则，本项目操作规程在参照农业行业标准 NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定基础上略有改动。操作规程中由组委会统一准备空白样品，每位选手做三个平行加标样，样品预处理完成后，由组委会统一送至第三方检测机构检测。

#### 1) 制样：

黄瓜两根去皮，切小块，放入搅拌机中，打浆。

#### 2) 样品提取：

准确称取  $10.00 \pm 0.1$  g 黄瓜匀浆于 50 mL 离心管中，加入标液（ $10.0 \mu\text{g/mL}$ ）80  $\mu\text{L}$ ，准确移入 20.00 mL 乙腈，于旋涡振荡器上混匀 2 min 后用滤纸过滤，滤液收集到装有 2 g-3 g 氯化钠的 50 mL 具塞量筒中，收集滤液 20 mL 左右，盖上塞子，剧烈震荡 1 min，在室温下静置 30 min，使乙腈相和水相完全分层。

### 3) 净化:

用移液管从具塞量筒中移取 5.00 mL 乙腈相溶液于 10 mL 刻度试管中, 将其置于氮吹仪中, 温度设为 75 °C, 缓缓通入氮气, 蒸发近干, 用移液管移入 2.00 mL 丙酮, 在旋涡混合器上混匀, 用 0.22 μm 滤膜过滤后, 分别移入至自动进样器进样瓶中, 做好标记, 供色谱测定。

### 4) 测定:

#### (1) 色谱柱

HP-1701, 30 m × 0.325 mm × 0.25 μm

#### (2) 温度

进样口: 200 °C; 检测器: 220 °C; 柱温: 100 °C (保持 0.5 min), 以 15 °C/min 升至 220 °C, 保持 2 min。

#### (3) 气体及流量

氮气, 流速为 1.2 mL/min; 氢气, 流速为 75 mL/min; 空气, 流速为 100 mL/min。

#### (4) 进样方式: 不分流进样。

### 5) 色谱分析

由自动进样器吸取 1.0 μL 标准混合溶液和净化后的样品溶液注入色谱仪中, 根据各色谱图中色谱峰的保留时间进行定性, 根据样品溶液峰面积与标准溶液峰面积比较定量。

### 6) 定性分析

将样品溶液中未知组分的保留时间与标准溶液在相同色谱条件下的保留时间相比较, 如果样品溶液中某组分的保留时间与标准溶液中某一农药的保留时间相差在 ±0.1 min 以内, 可确定为该农药。

### 7) 定量结果计算

试样中被测农药含量以质量分数  $w$  计, 单位以毫克每千克 (mg/kg) 表示, 按公式 (1) 计算。

$$w(\text{mg/kg}) = \frac{A \times \rho \times V_1 \times V_3}{A_s \times m \times V_2} \quad (1)$$

式中:  $\rho$ ——标准溶液中农药的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

$A$ ——样品溶液中被测农药的峰面积;

$A_s$ ——农药标准溶液中被测农药的峰面积;

$V_1$ ——提取溶剂总体积, 单位为毫升 (mL);

$V_2$ ——吸取出用于检测的提取溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$V_3$ ——样品溶液定容体积, 单位为毫升 (mL);

$m$ ——试样的质量, 单位为克 (g)。

### 8) 回收率计算

每种农药, 根据三个加标试样的农药测定质量, 分别计算出回收率, 再算出回收率平均值。

### 9) 加标样 RSD 计算

每种农药, 根据三个加标试样质量分数测定值, 计算出一个 RSD。

赛位号： \_\_\_\_\_

### 蔬菜中有机磷类农药残留的检测记录

赛位号： \_\_\_\_\_

样品名称： \_\_\_\_\_

检测依据： \_\_\_\_\_

#### 检测条件

色谱柱： \_\_\_\_\_

温度(T/°C)： 进样口： \_\_\_\_\_； 检测器： \_\_\_\_\_；

柱温： \_\_\_\_\_

气体及流量： 载气 \_\_\_\_\_

燃气 \_\_\_\_\_

助燃气 \_\_\_\_\_

进样方式： \_\_\_\_\_

农药标准品信息：

农药名称						
保留时间 (min)						
峰面积						
浓度 (µg/mL, 两位有效数字)						

测定结果 1

加标样品编号	1	2	3	样品空白
试样质量 (g)	9.98	10.03	10.04	10.02
样品保留时间 min				
定性结果 1				
提取溶剂总体积 (mL)				
吸取用于检测的提取液体积 (mL)				

样品溶液最终定容体积 (mL)				
峰面积				
农药添加质量分数 $\omega$ (mg/kg)				/
平均值 $\omega$ (mg/kg)				/
回收率 (%)				/
平均回收率 (%)				/

测定结果 2

样品编号	1	2	3	样品空白
试样的质量 (g)	9.98	10.03	10.04	10.02
样品保留时间 min				
定性结果 2				
提取溶剂总体积 (mL)				
吸取用于检测的提取液体积 (mL)				
样品溶液最终定容体积 (mL)				
峰面积				
农药添加质量分数 $\omega$ (mg/kg)				/
平均值 $\omega$ (mg/kg)				/
回收率 (%)				/
平均回收率 (%)				/
精密度 RSD 值 (%)				/

## 测定结果 3

样品编号	1	2	3	样品空白
试样的质量 (g)	9.98	10.03	10.04	10.02
样品保留时间 min				
定性结果 3				
提取溶剂总体积 (mL)				
吸取用于检测的提取液体积 (mL)				
样品溶液最终定容体积 (mL)				
峰面积				
农药添加质量分数 $\omega$ (mg/kg)				/
平均值 $\omega$ (mg/kg)				/
回收率 (%)				/
平均回收率 (%)				/
精密度RSD值 (%)				/

# 2023 年度湖南省职业院校技能竞赛 高职高专组农林牧渔类农产品质量安全检测赛项

## 任务一：蔬菜中有机磷类农药残留检测竞赛任务 (三)：气相三维仿真操作

时间：60 分钟。

### 【注意事项】

1. 考生登录仿真考试系统，启动软件开始考试之后，网页不要关闭，如考生自己关闭网页造成成绩收取错误，考生自己负责。
2. 考试过程中 3D 操作界面不要关闭，关闭则视为考试结束。
3. 仿真操作考试结束后，返回到网页考试界面点击结束本项目，3D 界面会自动关闭，不要直接手动关闭 3D 界面，如果考生自己关闭 3D 界面造成后果，考生自己负责。
4. 操作中如果出现卡顿或死机，举手示意。
5. 启动软件开始考试后，左上角会有 60 分钟倒计时，倒计时结束，3D 界面会自动关闭，考试结束。

### 【操作规程】

#### 一、功能介绍

角度控制：英文输入法下，通过以下按键控制角度

W--前，S--后，A--左，D--右、鼠标右键--视角旋转

视角高度：Q—降低视角，E—抬高视角。

#### 二、操作步骤

##### 1. 实验室安全排查及规范操作

- 1) 实验员个人防护用品穿戴。
- 2) 实验室隐患查找，请依次检查钢瓶室、前处理室、天平室和仪器室，查找隐患点并进行处理。

##### 2. 农残上机检测仿真操作

###### 2.1 配制标样

- 1) 依次配制 3 个单标和 5 个适宜浓度的混标标准样品。

乐果、倍硫磷、三唑磷三种农药储备液浓度分别为 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。未知样中乐果、倍硫磷农药浓度大约为 0.15  $\mu\text{g}/\text{mL}$  左右，三唑磷大约为 0.25  $\mu\text{g}/\text{mL}$  左右。

- 2) 开机测试

- 1) 氮气、空气和氢气管路的输出压力分别为 0.4 Mpa、0.4 Mpa 和 0.2 Mpa 左右。

2) 色谱参考条件如下:

温度

进样口温度: 220 °C

检测器温度: 250 °C

柱温: 150 °C (保持 2 min), 以 8 °C/min 的升温速率升温至 250 °C (保持 12 min)

气体及流量

载气: 氮气, 纯度 $\geq$ 99.999%, 流速 10 mL/min

燃气: 氢气, 纯度 $\geq$ 99.999%, 流速 75 mL/min

助燃气: 空气, 流速为 100 mL/min

3) 进样方式: 手动进样, 进样量: 1.0  $\mu$ L

2.3 数据分析

2.4 仪器关机

# 2023 年度湖南省职业院校技能竞赛 高职高专组农林牧渔类农产品质量安全检测赛项

## 任务二：茶叶中铅的含量检测竞赛任务

### (一)：样品预处理

时间：120 分钟

#### 1. 样品称量

用称量纸称取  $2.0000 \pm 0.0050\text{g}$  茶叶样品 1 份，及时填写样品称量记录单。

#### 称量记录单

赛位号			
样品名称	茶叶	样品状态	粉状(√) 匀浆( )、原样( )
检测项目		检测依据	GB5009.12-2017
m (g)			

#### 2. 试样准备

由组委会提前制备提供给每个选手 3 份消解液和 1 份试剂空白液，1-3 号样品消解液作为考核样。消解液中铅含量为  $1\sim 5 \mu\text{g/mL}$ 。

#### 3 萃取分离

分别准确移取 1 号样品消解液、2 号样品消解液、3 号样品消解液及试剂空白液 10.00 mL 于 4 个 125 mL 分液漏斗中，补加水至 60 mL。分别准确加入 2.0 mL 柠檬酸铵溶液，溴百里酚蓝水溶液 3~5 滴，用氨水调至溶液由黄色变为蓝色，再分别准确加入硫酸铵溶液 10.0 mL 和 DDTC 溶液 10.0 mL，摇匀。

静置 5 min 左右，准确加入 10.00 mL MIBK，剧烈震荡提取 1 min，静置分层后，弃去水层，将 MIBK 层放入 10 mL 带塞刻度管中，备用。

#### 4 铅系列标准溶液制备

将铅标准储备液 ( $100 \mu\text{g/mL}$ ) 稀释成  $10 \mu\text{g/mL}$  的标准工作溶液。定容完毕后，**需举手示意裁判**。根据待测样品中的铅含量，分别吸取不同体积的该铅标准工作溶液 ( $10 \mu\text{g/mL}$ ) 于 125 mL 分液漏斗中，按试样相同方法萃取，制成合适的铅系列标准溶液。

### (二)：上机操作测量

上机操作时间：30 分钟。

1. 按照火焰原子吸收分光光度计仪器操作规程对待测样品溶液和铅系列标准溶液进行测量，其中燃烧器参数已经由组委会调试设置好。

2. 测量：空气压缩机调出口压力为 0.2-0.25 Mpa，乙炔调出口压力为 0.05 Mpa-0.07 Mpa，灯电流：2 mA；狭缝宽度：0.5 nm；测定重复次数 3 次；开气前请举手示意，待现场**裁判确认后**再点火，关气前请举手示意，待现场**裁判确认后**再关气，原吸仪器不用关。

3. 数据打印和保存：测量完毕打印标准曲线和测量数据各 1 份，选手签字（考生号和“我已确认”，交于裁判。以考生号作为文件名保存，保存路径：C:\Documents and Settings\桌面\2023 年湖南省赛。

# 2023 年度湖南省职业院校技能竞赛 高职高专组农林牧渔类农产品质量安全检测赛项

## 任务二：茶叶中铅的含量检测竞赛任务 (三)：检测数据处理

时间：60 分钟

### 茶叶中重金属含量的检测数据处理操作规程

(1)数据处理时间为 60 分钟，到时立刻停止，不得作弊，否则成绩以零分处理。(2)检测报告统一提供，在茶叶中重金属含量检测记录单中进行数据记录和处理。

#### 1. 样品称量

#### 2. 试样准备

2.1 消解液和试剂空白由组委会提前制备提供，每个选手 3 份样品消解液和 1 份试剂空白液，原始记录单上由组委会填好相应样品质量，供后续计算。

2.2 1 号样品消解液、2 号样品消解液、3 号样品消解液作为考核样。

#### 3. 萃取分离

3.1 分别吸取样品 1 号样品消解液、2 号样品消解液、3 号样品消解液 10.00 mL 及试剂空白液 10.00 mL，分别置于 125 mL 分液漏斗中，补加水至 60 mL。

3.2 加 2.00 mL 柠檬铵溶液，溴百里酚蓝水溶液 3~5 滴，用氨水调 pH 至溶液由黄变蓝，加硫酸铵溶液 10.00 mL，DDTC 溶液 10.00 mL，摇匀。

3.3 放置 5 min 左右，加入 10.00 mL MIBK，剧烈震荡提取 1 min，静置分层后，弃去水层，将 MIBK 层放入 10 mL 带塞刻度管中，备用。

3.4 将铅标准储备液（100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）稀释到 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

3.5 分别吸取铅标准使用液（10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）0.00 mL，1.00 mL，2.00 mL，3.00 mL，4.00 mL，5.00 mL（相当于 0.0  $\mu\text{g}$ ，10.0  $\mu\text{g}$ ，20.0  $\mu\text{g}$ ，30.0  $\mu\text{g}$ ，40.0  $\mu\text{g}$ ，50.0  $\mu\text{g}$  铅）于 125 mL 分液漏斗中。与试样相同方法萃取。

#### 4. 上机测定

##### 4.1 参数设定

4.1.1 根据组委会提供的灯管座位表选择检测使用灯（灯已经预热）

4.1.2 进行样品检测参数和样品设置

4.2 测量：仪器测定条件：空气压缩机出口压力：0.2~0.25 MPa；乙炔出口压力：0.05~0.07 MPa；灯电流：2 mA；狭缝宽度：0.4 nm；测定重复次数 3 次。

#### 5. 结果计算

$$x = (m_1 - m_0) / m_2 \quad (\text{公式 1})$$

式中：

$x$ ——试样中铅的含量，单位为毫克每千克或毫克每升（mg/kg 或 mg/L）；

$m_1$ ——测定样液中铅的含量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$m_0$ ——空白溶液中铅的含量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$m_2$ ——试样质量或体积，单位为克或毫升（g 或 mL）。

## 6. 消化样的相对标准偏差RSD计算

根据三个消化样铅含量的测定值，计算出 RSD。

RSD 根据下式计算：

$$RSD = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (\text{公式 2})$$

式中： $\bar{x}$ ——三个样品中铅含量测定值的平均值，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$n$ ——平行样品个数，为 3；

$x_i$ ——每个样品的测定值。

## 7. 消化样平均绝对误差计算

根据三个消化样铅的测定值，计算平均绝对误差 MAE。

平均绝对误差 MAE 根据下式计算：

$$MAE = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - x)^2}{n-1}}}{x} \times 100\%$$

式中： $x$ ——消化样中铅含量真实值，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$n$ ——平行样品个数；

$x_i$ ——每个平行样品的含量。

计算结果保留到小数点后两位；RSD 和 MAE 保留到小数点后 1 位。

## 茶叶中重金属含量的检测记录与数据处理：

赛位号：

样品名称		样品状态	粉状 (√)、匀浆 ( )、原样 ( )			
检测项目		检测依据				
检测环境	温度	湿度				
前处理方法	湿法消解 (√)、微波消解 ( )、干法 ( )，浸提 ( )					
仪器条件	燃气：_____； 助燃气：_____； 狭缝宽度：_____； 空心阴极灯：_____； 灯电流：_____； 检测波长：_____nm					
重 复 次 数	消解液 1	消解液 2	消解液 3	空白消解液		
取样量 $m$ (g)	2.0000	2.0000	2.0000	0.0000		
试样处理体积总体积 $V_2$ (mL)	10.00	10.00	10.00	10.00		
测定用试样体积 $V_3$ (mL)	10.00	10.00	10.00	10.00		
试样萃取体积 $V_1$ (mL)	10.00	10.00	10.00	10.00		
被测定用质量浓度 $c$ (mg/L)						
测定值 $X$ (mg/kg)						
平 均 值 $\bar{X}$ (mg/kg)						
真实值 (mg/kg)						
相对标准偏差 RSD (%)						
平均绝对误差 MAE (%)						
标 准 曲 线	质量浓度 (mg/L)					
	吸光度					
	线性回归方程及线性回归系数 $R$					

# 2023 年度湖南省职业院校技能竞赛 高职高专组农林牧渔类农产品质量安全检测赛项

## 任务二：茶叶中铅的含量检测竞赛任务

### （四）：仿真软件操作检测

#### 【注意事项】

- 1、请按照顺序完成操作，操作结束之前，请勿退出软件，一旦退出，后果自负。
- 2、电脑或软件出现异常，请及时报告现场裁判。
- 3、操作完成后，系统自动打分。在报告第一页空白处签署“赛位号，我已确认”字样。选手在赛位上安静等待至比赛结束，现场裁判宣布比赛结束前不得离场。
- 4、比赛时间 60 分钟，到时立刻停止，否则视为作弊。

#### 【操作规程】

1. 实验室安全排查及规范操作
  - 1.1 实验室安全管理制度
  - 1.2 实验室隐患查找
  - 1.3 常见安全事故处理
2. 重金属铅上机检测仿真操作
  - 2.1 样品前处理
    - 2.1.1 湿法消解
    - 2.1.2 标准样品配制
  - 2.2 含量测定（石墨炉法）
    - 2.2.1 开机前维护
    - 2.2.2 仪器开机，依次氩气气路开关
    - 2.2.3 打开循环冷却水开关。点击，打开阴极灯门
    - 2.2.4 选择灯位
    - 2.2.5 打开计算机开关
    - 2.2.6 打开原子吸收分光光谱仪主机开关
  - 2.3 建立分析方法
    - 2.3.1 启动软件，软件自动开机自检
    - 2.3.2 开工作界面
    - 2.3.3 打开点灯窗口
    - 2.3.4 打开灯电源
    - 2.3.5 检查 Pb 的灯电流
    - 2.3.6 新建方法，设置元素测定波长
    - 2.3.7 设置狭缝宽度
    - 2.3.8 填写标样和试样的重复次数
    - 2.3.9 设置炉程序参数
    - 2.3.10 方法保存
  - 2.4 数据分析
  - 2.5 仪器关机