**2015年全国职业院校技能大赛高职组**

**“农产品质量安全检测”赛项规程**

**一、赛项名称**

赛项编号：GG-027

赛项名称：农产品质量安全检测

英语翻译：the Safety Testing for Agricultural Products

赛项组别：高职组

赛项归属产业：农产品（食品）流通领域检测行业

**二、竞赛目的**

本赛项通过考查参赛选手利用现代化大型分析仪器（气相色谱、高效液相色谱、原子吸收分光光度计）进行农药残留、兽药残留和重金属污染的检测能力。通过对参赛选手综合素质的评价可以达到检验目前我们大部分高职院校在农产品（食品）质量安全检测人才培养水平的目的，同时也可以为我们广大的农产品（食品）质量安全检测机构的一线检测人员提供人才储备。使竞赛不仅成为展示教学成果的舞台，更要成为促进教师教学、学生学习、专业教学改革、学校专业建设的旗帜和标杆，同时也为新农村建设，农业科技人才队伍培养提供有力的支持，为“三农”服务添砖加瓦。

**三、竞赛内容**

本赛项包括农药残留检测、兽药残留检测、重金属污染检测共3个分项。

（一）农药残留检测项目——“蔬菜中有机磷类农药残留的检测”

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。

本项目全面考察学生对气相色谱法检测蔬菜中农药残留项目的实施过程中所涉及的样品预处理、样品检测（送至第三方检测机构进行，不作为考核点，但选手制备样品的回收率和RSD值将根据检测机构检测数据计分）、数据处理（提供统一打印图谱，考核选手根据图谱计算检测结果的能力）和离线色谱工作站操作4个环节的基本操作与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。

本项目现场操作要求每个参赛队员在2.5个小时内完成。色谱工作站操作和数据处理分别要求在45分钟和60分钟内完成。

该项目具体的竞赛内容组成、考核知识点与技能点，以及各部分比重详见下表：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **项目** | **考核内容** | | **考核知识点/技能点** | **分值比重** |
| 蔬菜中有机磷类农药残留的检测 | 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；移液管的使用；旋涡振荡器的使用；过滤方法 | 14% |
| 净化 | 氮吹仪的使用；旋涡振荡器的使用；移液管的使用 | 16% |
| 其他  操作 | 着装规范；标识规范；文明操作规范；安全操作规范 | 15% |
| 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,考察回收率结果。仪器操作不作为考核点） | 7% |
| 数据  处理 | 定性  分析 | 图谱解读；数据记录表填写 | 5% |
| 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 | 10% |
| 软件  操作 | 方法  建立 | 检测方法的建立（包括进样口、检测器、色谱柱温度设置，气体流量设置等） | 7% |
| 图谱  处理 | 图谱积分处理；标准曲线的建立，未知样品的定性和定量分析等 | 13% |
|  | 总计 | | | 100% |

（二）兽药残留检测项目——“畜禽肉中氟喹诺酮类兽药残留的检测”

检测方法依照《动物性食品中氟喹诺酮类药物残留检测高效液相色谱法》（农业部1025号公告-14-2008）操作。

本项目全面考察学生对高效液相色谱法检测禽畜肉中抗生素残留项目的实施过程中所涉及的样品预处理、样品检测（送至第三方检测机构进行，不作为考核点，但选手制备样品的回收率和RSD值将根据检测机构检测数据计分）、数据处理（提供统一打印图谱，考核选手根据图谱计算检测结果的能力）和离线色谱工作站操作4个环节的基本操作与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。

本项目预处理现场操作要求每个参赛队员在2.5个小时内完成。色谱工作站操作和数据处理分别要求在45分钟和60分钟内完成。

该项目具体的竞赛内容组成、考核知识点与技能点，以及各部分比重详见下表：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **项目** | **考核内容** | | **考核知识点/技能点** | **分值比重** |
| 畜禽肉中氟喹诺酮类兽药残留测定 | 样品预处理 | 采样 | 分析天平的使用 | 5% |
| 提取 | 移液管的使用；离心机、漩涡振荡器的使用 | 15% |
| 净化 | 移液管的使用；固相萃取柱的使用；样品过滤方法 | 20% |
| 其他操作 | 着装规范；标识规范；文明操作规范；安全操作规范 | 10% |
| 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,考察回收率结果。仪器操作不作为考核点） | 7% |
| 数据  处理 | 定性分析 | 图谱解读；数据记录表填写 | 5% |
| 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 | 10% |
| 软件  操作 | 方法建立 | 检测方法的建立（包括进流动相组成、流速、检测波长、检测时间、梯度洗脱方式等） | 7% |
| 图谱处理 | 图谱积分处理，标准曲线的建立，未知样品的定性和定量分析等 | 13% |
|  | 总计 | | | 100% |

（三）重金属污染检测项目——“茶叶中重金属含量的检测”

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 5009.12-2010）操作。

本项目全面考察学生对原子吸收分光光度法测定茶叶中重金属含量项目的实施过程中所涉及样品预处理、上机测量、结果数据处理等3个环节与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。

本项目现场预处理操作要求每个参赛队员在2个小时内完成。上机检测要求在30分钟内完成；数据处理要求在45分钟内完成。

该项目具体的竞赛内容组成、考核知识点与技能点，以及各部分比重详见下表：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **项目** | **考核内容** | | **考核知识点/技能点** | **分值比重** |
| 茶叶中重金属含量的检测 | 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 | 15% |
| 萃取分离 | 分液漏斗的使用 | 20% |
| 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；测量数据得正确读取 | 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 | 30% |
| 其他操作 | | 着装规范；标识规范；文明操作规范；安全操作规范 | 10% |
|  | 合计 | | | 100% |

**四、竞赛方式**

赛项为个人赛，包括农药残留检测、兽药残留检测、重金属污染检测共3个分项，每名选手分别选择其中一个项目进行比赛。每位参赛选手可以有一名指导教师，参赛选手须为2015年同省在籍高职学生。以省（地区）为单位组成参赛队，安排领队1名。

农残、兽残检测竞赛项目的试样前处理过程将由参赛人员现场操作完成（过程评分）。试液的上机测定由赛项专家组安排第三方检测机构专家按规定统一进行（仪器操作不作为选手考核点）。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（结果评分）。为了考核参赛选手图谱解读及数据处理能力，将提供统一的打印图谱，考核选手根据图谱计算回收率和RSD值等数据处理及正确填写检测记录单的能力（结果评分）。此外，开展离线色谱工作站软件使用操作考核（色谱工作站软件由赛项专家组指定）（结果评分）。

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）（过程评分）、上机测量（过程评分）、数据处理（结果评分）等全部过程。

**五、竞赛流程**

（一）竞赛日程

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **日期** | **时间** | **内容** | **地点** | **备注** |
| 第  1  天 | 9:00-13:00 | 报到 |  |  |
| 14:00-14:30 | 选手抽签 |  | 分项目 |
| 14:30-16:00 | 选手熟悉场地 | 生物与食品技术综合实训基地 | 分批次  分项目 |
| 15:00-16:00 | 领队会议 | 会议中心二楼 |  |
| 19:00-20:30 | 裁判会议 | 生物与食品技术综合实训基地 |  |
| 第  2  天 | 8:00-18:30 | 技能操作竞赛 | 生物与食品技术综合实训基地 |  |
| 第  3  天 | 9:00-10:45 | 数据处理  离线工作站 | 公共网络机房 |  |
| 第  4  天 | 9:00-11:00 | 闭幕式 | 会议中心二楼 |  |

（二）竞赛各场次流程

以每赛项39人为例，竞赛具体场次安排如下：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **比赛日期** | | **时间** | **赛程任务安排** | | | **地点** |
| 第2天 | 农残检测项目 | 08:00-11:00 | 第一批样品预处理技能操作竞赛 | | | 生物与食品技术综合实训基地  （203/204） |
| 12:00-15:00 | 第二批样品预处理技能操作竞赛 | | |
| 15:30-18:30 | 第三批样品预处理技能操作竞赛 | | |
| 兽残检测项目 | 08:00-10:35 | 第一批样品预处理技能操作竞赛 | | | 生物与食品技术综合实训基地  （306/307） |
| 09:45-12:20 | 第二批样品预处理技能操作竞赛 | | |
| 12:00-14:35 | 第三批样品预处理技能操作竞赛 | | |
| 13:45-16:20 | 第四批样品预处理技能操作竞赛 | | |
| 15:30-18:05 | 第五批样品预处理技能操作竞赛 | | |
| 重金属检测项目 | 08:00—10:00 | 第一批样品预处理  技能操作竞赛 | 10:00-12:00 | 按预处理完成先后顺序安排上机 | 生物与食品技术综合实训基地  第一、三、五批（103/104）  第二、四、六批（110/111）  上机（421/423） |
| 08:30—10:30 | 第二批样品预处理  技能操作竞赛 |
| 12:00-14:00 | 第三批样品预处理  技能操作竞赛 | 13:30-15:30 |
| 12:30-14:30 | 第四批样品预处理  技能操作竞赛 | 按预处理完成先后顺序安排上机 |
| 15:00—17:00 | 第五批样品预处理  技能操作竞赛 | 16:30—18:30 |
| 15:30—17:30 | 第六批样品预处理  技能操作竞赛 |
| 第3天 | | 09:00-10:00 | 农残检测项目数据处理 | | | 公共网络机房 |
| 10:00-10:45 | 气相工作站操作 | | | 公共网络机房 |
| 09:00-10:00 | 兽残检测项目数据处理 | | | 公共网络机房 |
| 10:00-10:45 | 液相工作站操作 | | | 公共网络机房 |
| 09:00-09:45 | 重金属检测项目数据处理 | | | 公共网络机房 |

**六、竞赛试题**

本赛项为公开试题项目。

**七、竞赛规则**

1.限于竞赛场地设备等条件的制约，3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。

2.参赛选手必须带身份证和学生证，并佩带参赛证件，提前30分钟到候考室检录，在引导员带领下至相应赛场，按签号指定的位置就位，完成相应竞赛任务。只有等比赛正式开始后，方可进行操作。

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

4.开赛后迟到者，取消参赛资格。选手在竞赛过程中，无论遇到任何问题，请举手向监考人员示意，不得擅自离开考位。

5.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。

6.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。

7.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，体现单位信息与编号信息的，该队竞赛成绩将被取消。

8.竞赛期间，除竞赛组委会、裁判员、赛场工作人员外，其余人员一律不得随意进入竞赛场地。

**八、竞赛环境**

（一）数据处理及色谱工作站操作考核场地

各项目的数据处理考核，及农药残留和兽药残留项目的色谱工作站操作考核在计算机室进行，一名选手一台计算机独立完成。

（二）现场操作项目竞赛场地

三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4楼及机房边上提供供医疗服务站，有正常的楼梯及紧急疏散通道。

每个项目考核场地面积约为120 m2，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 m2～2 m2，比赛用台旁边设有水槽，供选手使用。

竞赛所需试剂以及部分溶液，由组委会提供。

**九、技术规范**

竞赛项目的命题结合农产品（食品）检测职业岗位的技能需求，并参照表中相关国家标准、行业标准制定。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **序号** | **标准号** | **名称** |
| 1 | [NY/T 761-2008](http://www.csres.com/detail/66266.html) | 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 |
| 2 | 农业部1025号公告-14-2008 | 动物性食品中氟喹诺酮类药物残留检测高效液相色谱法 |
| 3 | GB 5009.12-2010 | 食品中铅的测定 |

**十、技术平台**

（一）大赛组委会提供计算机及Windows 7环境

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **软件** | **规格说明** | **备注** |
| 1 | 电脑操作系统 | Windows 7 |  |
| 2 | 气相/液相色谱离线操作软件 | 赛智科技（杭州）有限公司Vi2010 色谱工作站 | 色谱工作站考核用 |
| 3 | 原子吸收分光光度计 | AAWin控制软件V2.1 |  |

（二）各竞赛项目所用主要设备

1.农药残留检测项目

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **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 HR2084 | 2-3人共用 |
| 4 | 旋涡混合器 | 合肥艾本森Mixplus | 2-3人共用 |
| 5 | 氮吹仪 | MD-200氮吹仪（杭州奥盛仪器有限公司） | 2-3人共用 |
| 7 | 一次性注射器 | 1 mL |  |
| 8 | 具塞量筒 | 50 mL |  |
| 9 | 具塞刻度试管 | 10 mL |  |
| 10 | 微孔滤膜 | 0.22 μm | 有机膜 |

2.兽药残留检测项目

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **名称** | **规格** | **备注** |
| 1 | 电子天平 | 奥豪斯 AR2140 | 2-3人共用 |
| 2 | 托盘天平 | 0.1 g | 离心管平衡用 |
| 3 | 旋涡混合器 | 合肥艾本森Mixplus | 2-3人共用 |
| 4 | 离心机 | 卢湘仪TG-16-WS(50ML\*6转子） | 2-3人共用 |
| 5 | 离心管 | 50 mL |  |
| 6 | 固相萃取柱 | HLB、60 mg 3cc |  |
| 7 | 固相萃取装置 | 天津艾维欧SPE-12  (带能调压力的真空泵) | 2~3人共用 |
| 8 | 微孔滤膜 | 0.22 μm | 有机膜 |
| 9 | 液相色谱样品瓶 | 1.8 mL |  |
| 10 | 一次性注射器 | 2 mL |  |

3.重金属污染检测项目

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **名称** | **型号规格** | **备注** |
| 1 | 电子天平 | 奥豪斯AR2140 | 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 | 联想 | 共用 |
| 4 | 打印机 | 惠普 | 共用 |
| 5 | 锥形瓶 | 250 mL |  |
| 6 | 分液漏斗 | 125 mL |  |
| 7 | 容量瓶 | 50 mL |  |
| 8 | 吸量管 | 1.0 mL |  |
| 9 | 吸量管 | 2.0 mL |  |
| 11 | 吸量管 | 5.0 mL |  |
| 12 | 吸量管 | 10.0 mL |  |
| 13 | 吸量管 | 25.0 mL |  |
| 14 | 带塞刻度管 | 10 mL |  |

（三）各竞赛项目所用主要试剂

1.农药残留检测项目

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **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 |  |

2.兽药残留检测项目

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **名称** | **规格** | **备注** |
| 1 | 抗生素标准溶液 | 混合标准溶液 |  |
| 2 | 磷酸盐缓冲溶液 | pH 7.0 |  |
| 3 | 甲醇 | 色谱纯 |  |
| 4 | 纯化水 |  |  |
| 5 | 流动相 |  |  |

3.重金属污染检测项目

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

**十一、成绩评定**

（一）评分标准

1.农药残留检测项目

（1）现场操作考试时间150分钟（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，超时扣3分，超时15分钟停止操作。

（2）离线色谱工作站操作考试为45分钟，数据处理考试时间为60分钟。学生须按规定时间完成操作，超时停止操作。

（3）评分标准

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **考核环节** | **考核内容** | **配分** | **评分标准** | **每项**  **分数** |
| 样品预处理  35 | 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 | 14 | 1.正确使用电子天平 | 4 |
| 2.正确加入乙腈溶液 | 4 |
| 3.正确使用旋涡振荡器 | 2 |
| 4.正确使用脱水装置 | 2 |
| 5.正确过滤 | 2 |
| 净化 | 16 | 1.静置分层充分 | 2 |
| 2.正确取上清液 | 4 |
| 3.正确使用氮吹仪 | 6 |
| 4.正确定容 | 1 |
| 5.正确使用旋涡混合器 | 2 |
| 6.正确过滤膜 | 1 |
| 其他  操作  15 | 操作时间 | 3 | 1.比赛共150分钟，时间超过，3分全扣 | 3 |
| 操作文明 | 5 | 1.规定着装 | 1 |
| 2.违反实验室规定 | 1 |
| 3.工作台清理 | 1 |
| 4.实验器皿洗涤 | 1 |
| 5.标记清晰 | 1 |
| 操作安全 | 2 | 1.出现不安全操作 | 2 |
| 操作熟练度 | 5 | 1.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）×8；如有一个样品回收率小于60%或大于120%，得分为（100%-A）×8×0.4；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≤1%，得7分； 1% <RSD≤ 3%，得5分； 3% <RSD≤ 5%，得4分；5% <RSD≤ 8%，得3分；  8% <RSD≤10%，得1分； 10% <RSD，得0分； | 7 |
| 数据处理15 | 定性分析 | 5 | 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； | 1 |
| 2.检测条件填写正确、规范； | 1 |
| 3.有效数字填写正确； | 2 |
| 4.原始记录整洁，规范； | 1 |
| 定量分析 | 10 | 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 | 4 |
| 离线色谱工作站操作  20 | 新建方法 | 3 | 1.程序升温表设置正确 | 1 |
| 2.测量信息设置正确 | 1 |
| 3.保存方法到指定路径 | 1 |
| 单针序列 | 4 | 1.参数设置正确 | 3 |
| 2.保存序列到指定路径 | 1 |
| 新建标准曲线 | 5 | 1.标准曲线设置正确 | 3 |
| 2.保存标准曲线到指定文件夹 | 2 |
| 谱图处理含量计算 | 5 | 1.未知图谱处理正确 | 2 |
| 2.含量计算正确 | 2 |
| 3.保存及填写审计追踪信息 | 1 |
| 报告设置及打印 | 3 | 1.报告格式正确 | 1 |
| 2.正确打印报告 | 1 |
| 3.其他 | 1 |
| 合计 | 100分 | | | |

2.兽药残留检测项目

（1）现场操作考试时间150分钟。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，超时10分钟以内，每分钟扣0.3分；10分钟以上每分钟扣0.5分，最高扣5分，超时15分钟停止操作。

（2）离线色谱工作站操作考试为45分钟，数据处理考试时间为60分钟。学生须按规定时间完成操作，超时停止操作。

（3）评分标准

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **考核环节** | **考核内容** | **配分** | **评分标准** | **每项分数** |
| 样品  预处理  40 | 采样 | 5 | 1.分析天平使用准备 | 1 |
| 2.分析天平的正确使用 | 2 |
| 3.分析天平的整洁（需举手示意加标样） | 1 |
| 4.数据记录 | 1 |
| 提取 | 15 | 1.移液管正确洗涤、润洗（需举手示意） | 2 |
| 2.移液管握法、取样、放液、读数正确 | 7 |
| 3.熟练使用吸耳球 | 1 |
| 4.正确使用旋涡振荡器 | 2 |
| 5.正确使用托盘天平 | 1 |
| 6.正确配平离心管、放置离心管 | 2 |
| 净化 | 20 | 1.正确使用移液管 | 3 |
| 2.正确活化 | 4 |
| 3.正确上样（需举手示意两次） | 9 |
| 4.正确收集和过滤样品，并装瓶 | 4 |
| 其他  操作  10 | 准备工作 | 5 | 1.着装 | 2 |
| 2.对离心管、试管、固相萃取柱等正确编号 | 3 |
| 整理 | 2 | 1.正确清洗使用过的设备 | 2 |
| 实验文明 | 2 | 1.将废液收集于废液缸中；不浪费试液；无器皿破损 | 2 |
| 实验安全 | 1 | 1.未出现不安全操作 | 1 |
| 检测  结果  15 | 结果准确性 | 15 | 1.准确性：如三个回收率均达到国标中要求的60%~100%，得分为（平均回收率\*8），如有一个回收率未达到60%~100%，即不得分 | 8 |
| 2.精密度：RSD≤3%得7分；3%<RSD≤5%得5分，5%<RSD≤10%得3分；10%<RSD≤15%得1分RSD>15%不得分 | 7 |
| 数据  处理  15 | 定性分析 | 5 | 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； | 1 |
| 2.数据记录表中标样保留时间、峰面积等填写正确 | 4 |
| 定量分析 | 10 | 1.抗生素残留量计算正确（每个1分） | 3 |
| 2.回收率计算正确（每个1分） | 3 |
| 3.精密度结果计算准确 | 2 |
| 4.有效数字保留正确 | 2 |
| 离线色谱工作站操作  20 | 新建方法 | 3 | 1.梯度洗脱表设置正确 | 1 |
| 2.测量信息设置正确 | 1 |
| 3.保存方法到指定路径 | 1 |
| 单针序列 | 4 | 1.参数设置正确 | 3 |
| 2.保存序列到指定路径 | 1 |
| 新建标准曲线 | 5 | 1.标准曲线设置正确 | 3 |
| 2.保存标准曲线到指定文件夹 | 2 |
| 谱图处理含量计算 | 5 | 1.未知图谱处理正确 | 2 |
| 2.含量计算正确 | 2 |
| 3.保存及填写审计追踪信息 | 1 |
| 报告设置及打印 | 3 | 1.报告格式正确 | 1 |
| 2.正确打印报告 | 1 |
| 3.其他 | 1 |
| 合计 | 100分 | | | |

3.重金属污染检测项目

（1）预处理时间为2小时，上机检测时间为0.5小时，学生须按规定时间完成操作，超时10分钟以内，每分钟扣0.3分；10分钟以上每分钟扣0.5分，最高扣10分，超时30分钟停止操作。

（2）数据处理时间为45分钟。学生须按规定时间完成操作，超时停止操作。

（3）评分标准

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **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 | 15 | 移液管正确润洗 | 1 |
| 移液管握法、取样、放液、读数正确 | 7 |
| 熟练使用吸耳球 | 1 |
| 容量瓶初步混匀、静置、准确定容，胶头滴加不沾液 | 4 |
| 充分混匀 | 2 |
| 萃取分离 | 20 | 加料顺序正确、没有试剂污染、加有机试剂及时盖上 | 4 |
| 振荡手势正确、不得有液体泄露 | 4 |
| 正确放气、分层清晰、正确取液 | 6 |
| 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 | 2 |
| 熟练操作 | 3 |
| 其他  操作  10 | 准备工作 | 4 | 着装 | 2 |
| 分液漏斗和具塞刻度管正确编号 | 2 |
| 整理 | 2 | 整理实验用仪器和台面、将废液收集于废液缸中 | 2 |
| 实验文明 | 2 | 无仪器损坏、无试液浪费、无器皿破损 | 2 |
| 实验安全 | 2 | 未出现不安全操作 | 2 |
| 上机测量  20 | 仪器正确操作 | 7 | 正确选灯，并进行寻峰 | 2 |
| 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 |
| 实验结果  30 | 标准曲线的绘制 | 10 | 回归线的相关系数：  （R2）≥0.999（10分）；0.997≤（R2）<0.999（8分）；  0.995≤（R2）<0.997（7分）；0.993≤（R2）<0.995（6分）  0.99≤（R2）<0.993（5分）；0.95≤（R2）<0.99（4分）；  0.9≤（R2）<0.95（2分）；（R2）<0.9（0分） | 10 |
| 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，能正确保留有效数字，可杠改不能涂改 | 4 |
| 计算结果正确（2分）  相对误差：  R≤1% (4分)；  1%<R≤3% (2分)；  3%<R≤5% (1分)；  R>5% (0分) | 6 |
| 结果的精密度 | 10 | 相对平均偏差计算正确（2分）  S≤1% (8分)；  1%<S≤3% (6分)  3% S ≤5% （4分）；  5%< S≤ 10% （2分）  10%< S≤ 20%（1分）；  S>20% (0分) | 10 |

（二）评分方式

竞赛评分严格按照公平、公正、公开的原则。本次竞赛成绩按照百分制计分。

竞赛过程中，参赛选手如有不服从裁判判决、扰乱赛场秩序、舞弊等不文明行为，由裁判长按照规定扣减相应分数，情节严重的取消竞赛资格，竞赛成绩记0分。

1.农药残检测项目

样品预处理技能操作评分：每个批次13名选手共安排10位裁判，设项目裁判组长1名，操作过程中由5名裁判一组，负责分别对6或7名选手评分，即每位参赛选手将由5名裁判员同时给出分数，最终按裁判给出分数的平均分计算出选手的现场操作竞赛成绩；预处理技能操作竞赛环节打分结束，裁判需在监督人员的现场监督下，对参赛选手的评分结果进行汇总，评分表裁判签字后交于裁判组长；项目裁判组长当天提交赛位号评分结果，经复核无误，由裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

上机检测考核项目的回收率及RSD，为结果评分：由负责大赛检测工作的第三方检测机构裁判按评分标准进行阅卷，登录分数，经复核无误，由裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

离线色谱工作站操作考核环节评分，为结果评分：每个考场由2名裁判进行现场监考；考核结束后，由裁判进行阅卷，登录分数，经复核无误，由裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

数据处理评分，为结果评分：由裁判将试卷拆封并发至各选手完成数据处理；考核结束后，由裁判进行阅卷，登录分数，经复核无误，由裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

2.兽药残留检测项目

样品预处理技能操作评分：每个批次8名选手共安排10位裁判，设项目裁判组长1名。其中5名裁判一组，负责分别对8名选手的采样和提取环节操作评分，即每位参赛选手将由5名裁判员同时给出分数；另外5名裁判一组，负责分别对8名选手的净化和其他操作环节评分，即每名选手有5名裁判评分。最终按裁判给出分数的平均分计算出选手的现场操作竞赛成绩。预处理技能操作竞赛环节打分结束，裁判需在监督人员的现场监督下，对参赛选手的评分结果进行汇总，评分表裁判签字后交于裁判组长；项目裁判组长当天提交赛位号评分结果，经复核无误，由裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

上机检测考核项目的回收率及RSD，为结果评分：由负责大赛检测工作的第三方检测机构裁判按评分标准进行阅卷，登录分数，经复核无误，由裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

离线色谱工作站操作考核环节评分，为结果评分：每个考场由2名裁判进行现场监考；考核结束后，由裁判进行阅卷，登录分数，经复核无误，由裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

数据处理评分，为结果评分：由裁判将试卷拆封并发至各选手完成数据处理；考核结束后，由裁判进行阅卷，登录分数，经复核无误，由裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

3.重金属污染检测项目

样品预处理技能操作评分：每个预处理赛场6-7名选手安排3名裁判，设项目裁判组长1名。每位参赛选手由3名裁判员同时给出分数的平均分计算现场操作分数。预处理技能操作竞赛环节打分结束，裁判需在监督人员的现场监督下，对参赛选手的评分结果进行汇总，评分表裁判签字后交于裁判组长；项目裁判组长当天提交赛位号评分结果，经复核无误，由裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

上机测量操作评分：上机环节5名选手安排3名裁判，设项目裁判组长1名。根据3名裁判员同时给出分数的平均分计算每位选手上机操作分数。上机测量操作竞赛环节打分结束，裁判需在监督人员的现场监督下，对参赛选手的评分结果进行汇总，评分表裁判签字后交于裁判组长；项目裁判组长当天提交赛位号评分结果，经复核无误，由裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

数据处理评分，为结果评分：由裁判将试卷拆封并发至各选手完成数据处理；考核结束后，由裁判进行阅卷，登录分数，经复核无误，由裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

**十二、奖项设定**

本赛项为个人赛，竞赛根据选手参加的项目分别设单项奖，竞赛成绩按照百分制计分，以三个竞赛项目中的排序确定名次。

按照大赛要求，赛项设一等奖、二等奖、三等奖，各项目的获奖比例分别为各项目参赛人数的10%、20%和30%。竞赛名次按选手总成绩高低排定，成绩按四舍五入取小数点后2位保留。总成绩相同者，以权重最高的预处理环节成绩(重金属项目含上机测量)高者为先，预处理环节相同时，各项目按权重次高的模块得分高者为先，以此类推。

获得一等奖的个人赛参赛选手的指导教师由组委会颁发优秀指导教师证书。

**十三、赛项安全**

为确保2015年全国职业院校技能大赛农产品质量安全检测竞赛安全顺利的进行，保障各地参赛队师生的人身安全，及时有效的处理大赛期间突发安全事故，保证大赛安全有序的进行，特制定以下方案及突发安全事故应急预案。

1.严格按照《高等学校实验室安全管理办法》的有关规定准备和开展赛项的竞赛活动。

2.成立竞赛安全工作组，分设安全用电、用气、防火等安保人员，对赛场内所有设施设备进行安全检查，排除各种安全隐患。

3.对竞赛中可能出现的伤害事故，做好相应的应急准备，备好急救药品及车辆，确保及时实施救助。

4.制定赛场指示图，竞赛期间遇有突发或紧急情况，有关人员按赛场疏散图指标指示，有指定专人指引、带领及时做好疏散。

5.针对各个赛项的安全隐患，特做如下应急预案：

（1）加强赛场安保，与比赛无关人员禁止进入竞赛场地；

（2）用到易燃试剂或气体的比赛场地加配灭火器材，并配备足够的安全员；

（3）农药残留检测项目有个氮吹环节，要用到氮气钢瓶，准备这单元时固定好钢瓶防止倾倒，比赛时每个钢瓶位置配置一名志愿者确保气瓶的安全使用；

（4）重金属污染检测项目上机检测单元要用到乙炔钢瓶，配置钢瓶柜和专门的志愿者管理，确保气瓶安全使用。另外原子吸收分光光度计的吸风罩保证与仪器的火焰有安全的距离，防止火焰烧到吸风罩。

**十四、申诉与仲裁**

（一）申诉

1.参赛队对不符合竞赛规定的设备、工具、软件，有失公正的评判、奖励，以及对工作人员的违规行为等，均可提出申诉。

2.申诉应在竞赛结束后2小时内提出，超时不予受理。申诉时，应按照规定的程序由参赛队领队向相应赛项仲裁工作组递交书面申诉报告。报告应对申诉事件的现象、发生的时间、涉及到的人员、申诉依据与理由等进行充分、实事求是的叙述。事实依据不充分、仅凭主观臆断的申诉不予受理。申诉报告须有申诉的参赛选手、领队签名。

3.赛项仲裁工作组收到申诉报告后，应根据申诉事由进行审查，6小时内书面通知申诉方，告知申诉处理结果。如受理申诉，要通知申诉方举办听证会的时间和地点；如不受理申诉，要说明理由。

4.申诉人不得无故拒不接受处理结果，不允许采取过激行为刁难、攻击工作人员，否则视为放弃申诉。申诉人不满意赛项仲裁工作组的处理结果的，可向大赛赛区仲裁委员会提出复议申请。

（二）仲裁

大赛采用两级仲裁机制。赛项设仲裁工作组，赛区设仲裁委员会。赛项仲裁工作组接受由代表队领队提出的对裁判结果的申诉。大赛执委会办公室选派人员参加赛区仲裁委员会工作。赛项仲裁工作组在接到申诉后的2小时内组织复议，并及时反馈复议结果。申诉方对复议结果仍有异议，可由省（市）领队向赛区仲裁委员会提出申诉。赛区仲裁委员会的仲裁结果为最终结果。

**十五、竞赛观摩**

为贯彻公开、公平、公正的比赛原则，本赛项特别设置专用观摩通道。在不干扰竞赛正常进行的前提下，嘉宾、观摩团队等各界人员在指定时间，由专人引导进入观摩通道，沿指定路线、在指定区域内现场观赛。各观摩人员需事先申领观摩证，并佩戴观摩证参加观摩。为保证竞赛的公平性，谢绝参赛选手、指导教师和领队观摩。

观摩比赛时各观摩人员应严格遵守各项观摩纪律，现场观摩时，观摩人员须按指定路线进入指定区域，不得随意走动、大声喧哗，比赛过程中不允许摄像，并服从现在工作人员安排；没有观摩证不得进入比赛场地观摩比赛；不得发表不雅评论或在评论中透露竞赛院校信息。

**十六、竞赛视频**

竞赛全过程（包括开幕式、技能操作竞赛环节、数据处理及工作站操作竞赛环节、闭幕式（颁奖仪式）、领队会议、选手参观场地等）进行现场摄像，刻盘存档。

本赛项将聘请专业人士负责竞赛的摄影、摄像工作。特别是在选手抽签检录、竞赛现场、裁判工作等，与竞赛公正性直接相关，且为参赛院校普遍关注的环节，适当增加拍摄的频率和密度。在不干扰竞赛正常进行的前提下，力争全方位、多角度、真实的记录竞赛全貌。

制作优秀选手采访、优秀指导教师采访、裁判专家点评和企业人士采访视频资料，突出赛项的技能重点与优势特色。为宣传、仲裁、资源转化提供全面的信息资料。

**十七、竞赛须知**

（一）参赛队须知

1.参赛要求：本赛项包括农药残留检测、兽药残留检测、重金属污染检测共3个分项，均为个人赛。每个分项每省（自治区、直辖市）限报1名选手，举办有相应分项省级选拔赛的省份，在不超过参赛队限额的情况下，可增加1-2个相应分项的参赛名额（具体以教育部公布名额分配为准）。参赛选手须为2015年在籍高职学生。为鼓励和促进各院校的全面发展，同一院校参加同一分项的参赛选手不超过2名。前两届全国职业院校技能大赛高职组农产品质量安全检测赛项一等奖获奖选手不得参赛。

2.指导教师须为本校专职教师。

3.领队：每个参赛省、自治区、直辖市、兵团可配领队1名，负责竞赛的协调工作。

4.参赛队对大赛执委会发布的所有文件都要仔细阅读，确切了解大赛时间安排、评判细节等，以保证顺利参加大赛。

5.参赛队领队负责本参赛队的参赛组织和与大赛的联络，并按时参加领队会议。

6.参赛队按照赛项赛程安排，凭赛项组委会颁发的参赛证和有效身份证件参加竞赛及相关活动。

7.参赛队选手必须统一购买在竞赛期间的意外伤害保险。

8.参赛选手应自觉遵守赛场纪律，服从裁判、听从指挥。

9.对于本规则没有规定的行为，裁判组有权做出裁决。在有争议的情况下，裁判的裁决是最终裁决，任何媒体资料都不做参考。

10.本竞赛项目的解释权归大赛组委会。

（二）指导教师须知

1.1名选手限1名指导教师。指导教师经报名并通过资格审查后确定，选手和指导教师的对应关系一经确定不得随意变更。

2.做好本单位比赛选手的业务辅导、心理疏导和思想引导工作，对参赛选手及比赛过程报以平和、包容的心态；同共维护竞赛秩序。

3.自觉遵守竞赛规则，尊重和支持裁判工作，不随意进入比赛现场及其他禁止入内的区域，发现违规取消该队参赛资格。

4.当本单位参赛选手对比赛进程中出现异常或疑问，应及时了解情况，客观作出判断，并做好选手的安抚工作，经内部进行协商，认为有必要时可在规定时限内向赛项仲裁工作组反映情况或提出书面仲裁申请。

（三）参赛选手须知

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，三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（相关技术资料由组委会提供），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，现场提供的物品各参赛队可以根据竞赛需要自行选择使用。

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，严禁作弊行为。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.竞赛期间，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、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.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。

9.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。

10.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，体现单位信息与编号信息的，该队竞赛成绩将被取消。

（四）工作人员须知

1.严守大赛岗位职责，听从赛区组委会办公室指挥调度。

2.在执委会及下设工作机构负责人的领导下，以高度负责的精神、严肃认真的态度和严谨细致的作风做好工作。

3.熟悉比赛的有关规定，认真执行比赛规则，严格按照工作程序办事。

4.注意文明礼貌，保持良好形象，举止文明，态度和气，工作主动，服务热情。

5.不相互打听、传递比赛情况。

6.按规定统一着装，佩带大赛工作证上岗。

**十八、资源转化**

本次竞赛的竞赛内容设计上，所有的竞赛任务均以真实职业岗位任务为基础（所有竞赛项目均取自检测机构一线检测任务），并根据高职农产品（食品）质量安全检测专业教育的特点进行了提炼与组合，按照人才培养的需要，全面考核了实践操作（动手能力）、检测数据处理（计算能力）、检测结果报告（职业素质）、检测仪器（工作站软件）的使用等，充分体现了全面考核的目的，实现了对参赛选手综合素质的评价。

由于本赛项所有竞赛项目均来自检测机构一线常检检测任务，而且均需应用现代化大型分析仪器进行检测分析，因此本赛项的举办对职业院校农产品（食品）安全检测专业的实践教学具有非常重要的引导，促进作用。因此，本赛项教学资源转化以将竞赛内容转化成理实一体实训项目应用于实践教学。

附件：三个项目现场考核操作指南

附件1：

**蔬菜中有机磷农药检测现场考核操作指南**

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国标方法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（所有样品中加标样的操作由一名裁判使用一把移液枪、一份标准溶液来统一完成），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。

组委会为每个选手提供的玻璃器皿均洁净干燥，无需洗涤。

**一、制样**

黄瓜两根去皮，切小块，放入搅拌机中，打浆。

**二、样品提取**

准确称取10.00±0.1克黄瓜匀浆于50mL离心管中，由指定裁判加入标液*100uL*，准确移入20.0 mL乙腈，于旋涡振荡器上混匀2min后用滤纸过滤，滤液收集到装有2g~3g氯化钠的50mL具塞量筒中，收集滤液20mL左右，盖上塞子，剧烈震荡1min，在室温下静置30 min，使乙腈相和水相分层。

**三、净化**

用移液管从具塞量筒中移取4.0mL乙腈相溶液于10mL刻度试管中，将其置于氮吹仪中，温度设为75℃，缓缓通入氮气，蒸发近干，用移液管移入2.0mL丙酮，在旋涡混合器上混匀，用0.2um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。

**四、测定**

由裁判收齐样品后统一送至第三方检测机构检测。

**五、分析**

定量分析时，回收率以三份平行加标样中待测成分的绝对质量来计算，RSD值以三份平行加标样中待测成分的质量分数来计算。

备注：本赛项有几个检测关键点，需举手示意裁判。

附件2：

**畜禽肉中氟喹诺酮类兽药残留的检测**

**现场考核操作指南**

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《动物性食品中氟喹诺酮类药物残留检测高效液相色谱法》（农业部1025号公告-14-2008）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，样品预处理后，由组委会统一送至第三方检测机构检测。

组委会为每个选手提供的玻璃器皿均洁净干燥，无需洗涤。

**一、采样**

准确称取3份牛肉样品（已由组委会事先粉碎成肉糜）2±0.05g于50mL具塞离心管中，记录数据；举手示意，由裁判在样品中统一加入混合抗生素标准溶液100μL。

**二、提取**

1.准确移取20.0mL磷酸盐缓冲液在每份已称量好的牛肉样品中，用玻璃棒搅匀后；

2.将离心管置于漩涡振荡器上，中速振荡5min；

3.用空离心管和纯化水在托盘天平上进行配平，然后高速离心（10000r，5min）；

4.将上清液倒入50mL烧杯中，以备过柱用。

**三、净化**

3.1 将固相萃取柱在特定装置上安装好，分别先用2.0mL甲醇、再用2.0mL水活化；

3.2 将活化好的固相萃取柱安装在固相萃取仪上，取离心所得上清液5.0mL过柱；

3.3 用水2.0mL清洗，挤干；

3.4 用流动相2.0mL洗脱；并用5mL试管收集洗脱液；

3.5 用2mL的一次性注射器吸取洗脱液，并将收集的洗脱液过0.22μm 有机系膜，直接装在样品瓶中，做好标记，供色谱测定。

**四、测定**

由裁判收齐样品后统一送至第三方检测机构检测。

**五、分析**

定量分析时，回收率以三份平行加标样中待测成分的绝对质量来计算，RSD值以三份平行加标样中待测成分的质量分数来计算。

备注：本赛项有几个检测关键点，需举手示意裁判。

附件3：

**茶叶中铅含量定量检测现场考核操作指南**

注意：组委会为本赛项提供的玻璃器皿均洁净干燥，无需洗涤。

**一、样品称量**

本项目拟采用湿法消化,采用合适称量方法和相应称量器皿称取1～3g。

**二、试样准备**

消解液和试剂空白由组委会提前制备提供，每个选手2份消解液和1份试剂空白液，1号样品消解液和2号样品消解液作为考核样。消解液浓度在1～3µg /mL之间。

**三、萃取分离**

1.分别吸取样品1号消解液和2号消解液25.0ml及试剂空白液25.0ml，分别置于125mL分液漏斗中，补加水至60mL。

2.加2mL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10.0mL，DDTC溶液10mL，摇匀。

3.放置5min左右，加入10.0mL MIBK，剧烈震摇提取1min，静置分层后，弃去水层，将MIBK层放入10mL带塞刻度管中，备用。

4.将铅标准储备液（100µg /mL）稀释到10µg/mL。

5.根据待测样品的浓度，选择合适工作曲线，分别吸取铅标准使用液（10µg/mL）相应体积于125mL分液漏斗中。与试样相同方法萃取。

**四、测定**

按照北京普析TAS-990F仪器操作规程对待测样液进行检测，其中燃烧器参数已经由组委会调试设置好。

**五、结果**

试样中铅含量, 单位为毫克每千克或毫克每升（mg/kg 或mg/L）。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示。