**2019年江西省职业院校技能大赛**

**高职组农产品质量安全检测赛项公开赛卷（试题库）**

本赛项包括2个竞赛内容，赛题分别如下：

**一、黄瓜中有机磷农药检测项目**

该项目主要分为样品预处理、数据处理和离线色谱工作站操作3个竞赛环节。

**（一）样品预处理**

本项目操作规程在参照行业标准《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》第一部分第二法的基础上略有改动。

操作规程中由专家组统一准备空白样品，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，统一送至第三方检测机构检测。

赛场为每个选手提供的玻璃器皿均洁净干燥，无需洗涤。

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

称取10.00 g ± 0.1 g黄瓜匀浆于50 mL离心管中，由裁判在样品中统一加入有机磷标准溶液，准确移入20 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，使乙腈相和水相分层。

3.净化

用移液管从具塞量筒中准确移取4 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℃，缓缓通入氮气，蒸发近干，用移液管准确移入2 mL丙酮，在旋涡混合器上混匀，用0.2 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

由裁判收齐样品后统一送至第三方检测机构检测。根据检测结果的回收率和RSD进行评判。

**（二）数据处理**

考核参赛选手图谱解读、标准溶液配制及数据处理能力。数据处理时提供统一打印图谱（图谱将从题库中统一抽取）。按照标准中的色谱分析方法进行定性定量分析。

1.正确填写数据处理记录表；

2.正确记录预处理和检测过程中涉及到的原始数据；

3.正确计算试样中的农药残留量，以质量分数计，单位为毫克每千克（mg/kg）；

4.正确计算结果的准确性和精密度：以回收率表示结果准确性，以RSD值表示结果精密度。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；

5.按要求正确配制标准溶液；

6.所有计算结果保留三位有效数字。

**（三）离线色谱工作站**

离线色谱工作站主要考核学生利用软件建立气相色谱分析方法、标准曲线、出具未知样检测报告等方面的能力。

1.新建方法

按照有机磷类农药残留的气相检测参数设置色谱工作站的方法文件进行操作，主要包括程序升温条件、色谱柱、载气流速、燃气流速、检测器条件、运行时间等。

2.单针序列

按照提供的标样、未知样进样序列表安排色谱工作站的进样序列等操作。

3.新建标准曲线

按照标准曲线相关系数的要求，利用外标法在色谱工作站上制作有机磷农药的标准曲线，并进行标准曲线的参数设置，主要包括标准曲线名、方法、组分单位、响应值的类型、方程的类型等。

4.未知样的谱图处理和含量计算

根据未知样图谱，设置基本积分参数，包括峰高、峰宽、斜率等，并手动积分删除杂峰，利用前面制作的标准曲线计算含量，保存处理的未知样图谱，填写审计追踪信息并保存。

5.报告设置及上传文件夹

选用指定的报告样式文件设置检测报告，并按给定的方法进行打印，待所有操作完成后，将所操作的文件夹重新命名，上传到指定的电脑。

**二、茶叶中重金属含量检测项目**

本项目检测方法在参照国标方法GB 5009.12-2017《食品安全国家标准 食品中铅的测定》第三法-火焰原子吸收光谱法的基础上略有改动。

该项目主要分为样品预处理、上机测量和数据处理3个竞赛环节。

**（一）样品预处理**

赛场为本赛项提供的玻璃器皿均洁净干燥，无需洗涤。

1.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1g～3g。

2.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 μg /mL～5 μg /mL之间。

3.萃取分离

分别准确吸取样品1号消解液和2号消解液10 ml及试剂空白液10 ml，分别置于125 mL分液漏斗中，补加水至60 mL。

准确加入2 mL柠檬酸铵溶液，溴百里酚蓝水溶液3滴～5滴，用氨水调pH至溶液由黄变蓝，准确加入硫酸铵溶液10 mL，DDTC溶液10 mL，摇匀。

放置5 min左右，准确加入10 mL MIBK，剧烈振摇提取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。

将铅标准储备液（100 µg /mL）稀释到10 µg/mL。

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（10 µg/mL）相应体积于125 mL分液漏斗中。与试样相同方法萃取。

**（二）上机测量**

按照北京普析TAS-990F仪器操作规程对待测样液进行检测，其中燃烧器参数已调试设置好。上机测试结果报告中应包含全部检测原始数据，不得随意增加或删减。

**（三）数据处理**

1.正确填写检测记录单；

2.正确记录仪器检测条件；

3.正确记录预处理和上机检测过程中涉及到的原始数据；

4.正确计算试样中铅含量结果，单位为毫克每千克（mg/kg）。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。计算结果有效数字按照国标要求进行保留；

5.正确判断结果的准确性和精密度。以相对误差表示结果准确性，以相对平均偏差表示结果精密度。