

# 2024 年河北省职业院校技能大赛高职组“食品安全与质量检测”竞赛 食品理化分析技能考核

## 任务 1 乳品中三聚氰胺含量检测（样品 1） 现场操作规程及要求

赛位号：

注意事项：

1. 考虑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家标准 GB/T 22388-2008《原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》第一法的基础上略有改动。
2. 竞赛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，此法可较好控制比赛时间，同时能够保证结果准确度的可评价性。
3. 选手进场后有 10 分钟赛前准备时间，可检视仪器设备，并在核对单签字，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。
4. 离心、超声步骤统一安排，轮流进行，离心等待时间（暂停其他工作专门在离心机前等待）、超声等待时间（暂停其他工作专门在超声仪机前等待）需按要求举手示意裁判进行确认和记录。有些步骤需按要求举手示意裁判确认。
5. 比赛过程中请做好相应的安全防护措施，并进行设备使用登记。
6. 比赛时间：150 分钟，其中离心、超声等待时间扣除。每超时 3 分钟扣 1 分，超时 30 分钟停止操作。

### 乳品中三聚氰胺含量的检测

#### 1. 样品预处理

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家标准 GB/T 22388-2008《原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》第一法的基础上略有改动。

竞赛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，这样能够较好地控制比赛时间，同时能够保证结果准确度的可评价性。

##### （1） 样品称量

称取 2 g（精确至 0.01 g）乳品试样于 50 mL 具塞塑料离心管中，并及时填写样品称量记录单。

## (2) 样品提取

在上述离心管中用移液枪加入标液 100  $\mu\text{L}$  (举手示意), 使用吸量管准确移入 15.00 mL 三氯乙酸溶液和 5.00 mL 乙腈, 涡旋混匀后超声提取 5 min 后以  $\geq 7000$  r/min 速度离心 5 min, 使用吸量管移取 4.00 mL 上清液 (举手示意) 并加入 2 mL 水充分混匀后作为待净化液。

依次用 3 mL 甲醇、5 mL 水活化固相萃取柱, 转移待净化液至固相萃取柱, 依次用 3 mL 水和 3 mL 甲醇淋洗, 抽至近干后用 6.00 mL 氨化甲醇溶液洗脱, 洗脱液于 50 $^{\circ}\text{C}$  下用氮吹近干。使用吸量管向残留物中准确加入 2.00 mL 流动相 (举手示意), 涡旋混匀 1 min, 用 0.22  $\mu\text{m}$  针式滤膜过滤后, 分别移至液相进样瓶中, 做好标记, 供 HPLC 色谱测定。

## (3) 测定 (由裁判收齐样品后统一上机检测)

### 2. 样品检测

统一送检, 考察回收率、RSD 结果, 仪器操作不作为考核点。

**2024 年河北省职业院校技能大赛高职组“食品安全与质量检测”竞赛**  
**食品理化分析技能考核**

**任务 2 乳品中三聚氰胺含量检测（样品 1） 数据处理规程及要求**

赛位号：

**注意事项**

1. 考试时间 60 分钟，到时立刻停止，不能中途退场，不能提前离场，不得作弊。
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，对未知样品中的三聚氰胺进行定性及定量分析。
3. 如需使用计算器，请使用不具备联网且不具备记忆功能的计算器。
4. 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，三聚氰胺含量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。

请参赛选手根据以下操作规程与检测图谱填写检测记录单。

**乳品中三聚氰胺含量的检测**

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家标准 GB/T 22388-2008《原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》第一法的基础上略有改动。

竞赛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. 样品称量**

称取 2 g（精确至 0.01 g）乳品试样于 50 mL 具塞塑料离心管中，并及时填写样品称量记录单。

**2. 样品提取**

在上述离心管中用移液枪加入标液 100  $\mu$ L，准确移入 15.00 mL 三氯乙酸溶液和 5.00 mL 乙腈，涡旋混匀后超声提取 5 min 后以  $\geq 7000$  r/min 速度离心 5 min，移取 4.00 mL 上清液并加入 2 mL 水充分混匀后作为待净化液。

依次用 3 mL 甲醇、5 mL 水活化固相萃取柱，转移待净化液至固相萃取柱，依次用 3 mL 水和 3 mL 甲醇淋洗，抽至近干后用 6.00 mL 氨化甲醇溶液洗脱，洗脱液于 50℃ 下用氮吹近干。向残留物中准确加入 2.00 mL 流动相，涡旋混匀 1

min, 用 0.22 μm 针式滤膜过滤后, 分别移至液相进样瓶中, 做好标记, 供 HPLC 色谱测定。

### 3. 测定 (由裁判收齐样品后统一上机检测)

#### (1) HPLC 参考条件:

色谱柱:

C<sub>18</sub> 柱, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm。粒径 5 μm, 或等效色谱柱;

流动相:

C<sub>18</sub> 柱: 离子对试剂缓冲液-乙腈 (90+10, V+V), 混匀。

流速: 1 mL/min;

柱温: 40℃;

检测波长: 240 nm;

进样量: 20 μL。

#### (2) 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同一色谱柱上的保留时间相比较, 如果样品溶液中某组分的保留时间与标准溶液中三聚氰胺的保留时间相差在±0.05 min 内的可认定为三聚氰胺。

#### (3) 标准曲线的绘制及样液定量测定 (检测机构评价)

用流动相将三聚氰胺标准储备液逐级稀释得到的浓度为 0.8、2、20、40、80 μg/mL 的标准工作液, 浓度由低到高进样检测, 以峰面积-浓度作图, 得到标准曲线回归方程。待测样液中三聚氰胺的信号响应值应在标准曲线线性范围内, 超过线性范围应适当稀释后再进行分析。

### 4. 定量结果计算

试样中三聚氰胺的含量按下式计算:

$$X = \frac{V_3 \times c \times A \times V_1 \times 1000}{V_2 \times m \times A_s \times 1000}$$

式中:

$X$ —试样中三聚氰胺的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

$A$ —样液中三聚氰胺的峰面积;

$c$ —标准溶液中三聚氰胺的浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

$V_1$ —提取液总体积，单位为毫升（mL）；

$V_2$ —吸取出用于检测的提取液的体积，单位为毫升（mL）；

$V_3$ —样品溶液上机前定容体积，单位为毫升（mL）；

$A_s$ —标准溶液中三聚氰胺的峰面积；

$m$ —试样质量（g）

计算结果保留 3 位有效数字。

#### 5. 回收率计算：

根据3个加标试样的测定质量，分别计算出一个回收率，再算出回收率平均值。回收率根据下式计算：

$$P = \frac{M - M_0}{M_s} \times 100\%$$

式中：

$P$ ——加标回收率，（%）；

$M$ ——样品中三聚氰胺的质量，单位为毫克（mg）；

$M_0$ ——空白样液中三聚氰胺的质量，单位为毫克（mg）；

$M_s$ ——加入标准三聚氰胺的质量，单位为毫克（mg）。

#### 6.加标样 RSD 计算：

RSD 根据下式计算

$$RSD = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\bar{x}}$$

式中：

$\bar{x}$ ——三个平行加标试样中三聚氰胺质量分数平均值，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$n$ ——平行样品个数，为 3；

$x_i$ ——每个平行样品。

**2024 年河北省职业院校技能大赛高职组“食品安全与质量检测”竞赛**  
**食品理化分析技能考核**

**任务 3 乳品中三聚氰胺含量检测（样品 1） 液相色谱虚拟仿真**  
**规程及要求**

**赛位号：**

**【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。

**一、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

**二、三聚氰胺上机检测仿真操作**

**1. 配制标样**

- 1) 配制适宜浓度的 5 个标准样品

备注：未知样中三聚氰胺的浓度约在  $6\text{ }\mu\text{g/g}$  左右

**2 开机测试**

- 1) 仪器配置
- 2) 仪器开机
- 3) 打开仪器工作站

4) 工作站中点击方法—编辑完整检测方法，对检测方法进行编辑，方法信息如下：

色谱柱：C<sub>18</sub> 柱，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5  $\mu\text{m}$

流动相：离子对试剂缓冲液-乙腈（90+10，V+V）

流速：1 mL/min；

柱温：40℃；

检测波长：240 nm；

进样量：20 μL。

### 3 数据分析

### 4 仪器关机