**2026年河北省职业院校技能大赛高职组**

**“食品安全与质量检测”竞赛技能考核**

**任务1 乳粉中钙含量的测定**

**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，GB 5009.92-2016 《食品中钙的测定》第二法EDTA滴定法基础上略有改动。**

**2．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。**

**3.按试卷要求举手示意裁判进行确认和记录。**

**4．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。**

**5．比赛时间：60分钟，到时间停止操作。**

在本任务中，选手要完成以下任务：

●根据实验操作指导和所提供的专业资料， 准备实验；

●根据实验操作指导，测定样品中钙含量，用相对标准偏差（%）评估测定的重复性；

●完成一份实验报告，应包括：实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施；实验中的物料计算和过程记录、数据处理、结果的评价。

**设备与耗材：**

按照《赛项规程》“设备耗材清单”准备

**试剂与溶液：**

按照《赛项规程》“试剂、药品清单”准备

**实验操作指导**

本部分的操作规程在参照标准 GB 5009.92-2016 《食品中钙的测定》第二法EDTA滴定法基础上略有改动。

1.样品称量

各参赛选手，根据赛项规程要求，利用比赛现场提供的仪器和材料等，独立完成样品消解液、试剂空白液的称量，样品消解液及试剂空白液由组委会提前准备好（参考标准湿法消解制备样品），样品消解不作为操作过程考核点，组委会提供样品消解液及试剂空白液的密度。

分别称量约 1g（精确至0.001g）样品消解液3份（范围 30～120 mg/L）、试剂空白液1份于试管中（*举手示意*），待测。

2.滴定

各参赛选手，根据赛项规程要求，利用比赛现场提供仪器和试剂等，独立完成滴定度（T）的测定、样品消解液及试剂空白液滴定的操作。

1. 滴定度（T）的测定

吸取 0.500 mL 钙标准储备液(100.0 mg/L)两份分别于试管中， 分别加1滴硫化钠溶液(10 g/L)和0.1 mL柠檬酸钠溶液(0.05 mol/L)， 加 1.5 mL 氢氧化钾溶液(1.25 mol/L), 加 3 滴钙红指示剂, 立即以 EDTA 溶液滴定, 至指示剂由紫红色变蓝色为止（*举手示意*）, 记录所消耗的EDTA 溶液的体积。根据滴定结果计算滴定度(T)。

1. 样品消解液滴定

在盛放样品消解液的试管中，分别加 1 滴硫化钠溶液(10 g/L) 和 0.1 mL 柠檬酸钠溶液(0.05 mol/L), 加1.5 mL氢氧化钾溶液 (1.25 mol/L), 加3滴钙红指示剂, 立即以EDTA溶液滴定, 至指示剂由紫红色变蓝色为止（*举手示意*）, 记录所消耗的 EDTA 溶液的体积。

1. 试剂空白液滴定

在盛放试剂空白液的试管中，加 1 滴硫化钠溶液(10 g/L)和 0.1mL 柠檬酸钠溶液(0.05 mol/L), 加1.5 mL氢氧化钾溶液(1.25 mol/L), 加3滴钙红指示剂, 立即以EDTA溶液滴定, 至指示剂由紫红色变蓝色为止（*举手示意*），记录所消耗的 EDTA 溶液的体积。

3.报告处理

各参赛选手，根据赛项规程，独立完成一份过程报告，应包括：实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施，实验中的物料计算和过程记录，定量分析样品中钙的含量 (单位 mg/kg)，计算相对标准偏差（%），结果分析。

**2026年河北省职业院校技能大赛高职组**

**“食品安全与质量检测”竞赛技能考核**

**任务2 火腿肠样品中亚硝酸盐含量的测定**

**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，参照GB 5009.33—2016 食品安全国家标准食品中亚硝酸盐与硝酸盐 第二法分光光度法的测定基础上略有改动。**

**2．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。**

**3.按试卷要求举手示意裁判进行确认和记录。**

**4．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。**

**5．比赛时间：90分钟，到时间停止操作。**

在本任务中，选手要完成以下任务：

●根据实验操作指导和所提供的专业资料，准备实验；

●根据实验操作指导和实验计划，测定给定样品的亚硝酸盐含量；用相对极差（%）评估测定的重复性；

●完成一份实验报告，应包括：实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施；实验中的物料计算和过程记录、数据处理、结果的评价。

**设备与耗材：**

按照《赛项规程》“设备耗材清单”准备

**试剂与溶液：**

按照《赛项规程》“试剂、药品清单”准备

**实验操作指导**

参照GB 5009.33—2016 食品安全国家标准食品中亚硝酸盐与硝酸盐 第二法分光光度法的测定基础上略有改动。

1.样品处理

称取适量样品匀浆,加入饱和硼砂溶液，加入 70℃蒸馏水，沸水浴加热，冷却后定量转移，依次加入沉淀剂，静置后过滤备用。（样品处理不作为操作部分考核内容）

2．标准曲线建立

吸取不同体积的亚硝酸钠标准使用液，分别加入对氨基苯磺酸溶液和盐酸萘乙二胺溶液，充分反应后，测定吸光度（*举手示意*），建立标准工作曲线。（*标准曲线通过科学计算器生成*）

3．待测样品测定

取处理后的样品液，分别加入对氨基苯磺酸溶液和盐酸萘乙二胺溶液，反应后测定吸光度（*举手示意*）。

4.报告处理

各参赛选手，根据试卷要求，独立完成一份过程报告，应包括：实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施，实验中的物料计算和过程记录，定量分析样品中亚硝酸钠的含量（mg/kg），计算相对极差，结果分析。

2026**年河北省职业院校技能大赛高职组**

“**食品安全与质量检测**”**竞赛技能考核**

任务3 乳品中三聚氰胺含量测定——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、氮吹等待时间扣除。到时间停止操作。**

在本任务中，选手要完成以下任务：

●根据实验操作指导和所提供的专业资料，准备实验；

●根据实验操作指导和实验计划，完成样品前处理操作；

**设备与耗材：**

按照《赛项规程》“设备耗材清单”准备

**试剂与溶液：**

按照《赛项规程》“试剂、药品清单”准备

**实验操作指导**

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

1. 样品预处理

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 μL*（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≥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℃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 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）。

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。

**2026年河北省职业院校技能大赛“食品安全与质量检测”**

**竞赛技能考核**

任务3 **乳品中三聚氰胺含量测定——数据处理**

**赛位号：\_\_\_\_\_\_\_**

**注意事项**

**1. 考试时间60分钟，到时立刻停止，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，请使用不能有联网和编程功能计算器**

**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。实验室温度为20℃，湿度为25%。

1.样品称量

称取2.0 g（精确至0.01 g）乳粉试样于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 μL，标液浓度100ug/ml，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≥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

（1）HPLC参考条件：

色谱柱：C18柱，柱长250 mm，内径4.6 mm。粒径5 µm，或等效色谱柱；

流动相：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

用流动相将三聚氰胺标准储备液逐级稀释得到的浓度为0.5、1、2、3、4 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

待测试样中三聚氰胺的含量按下式计算：

X =

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）；

V1—提取液总体积，单位为毫升（mL）；

V2—吸取出用于检测的提取液的体积，单位为毫升（mL）；

V3—样品溶液上机前定容体积，单位为毫升（mL）；

As—标准溶液中三聚氰胺的峰面积；

m—试样质量（g）。

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：

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）；

M0——空白样液中三聚氰胺的质量，单位为毫克（mg）；

Ms——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

式中：

‾——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；

i——每个平行样品。