

操作步骤

### 1、样品称量

本项目拟采用湿法消化，准确称取 2 份茶叶样品 1g（精确到 0.001g）。  
（仅称量）

### 2、试样准备

2 份 1g 茶叶样品消化定容至 50.00mL 的消解液体（消解液由组委会提前处理并制备），每个选手以消解液平行样品作为考核样。消解液浓度范围在 2~3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 3、萃取分离

吸取 2 份样品消解液各 25.0mL，分别置于 125mL 分液漏斗中，补加超纯水至 60mL，加 2mL 柠檬酸铵溶液，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。放置 5min，加入 10.0mL MIBK，剧烈震荡提取 1min，静置分层后，弃去水层，将 MIBK 层放入 10mL 带塞刻度管中，备用。

将铅标准储备液（100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）稀释到 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$  作为标准使用液，根据待测样品的浓度，选择合适工作曲线（5 个标准点与 1 个试剂空白），分别吸取相应体积的铅标准使用液（10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）于 125mL 分液漏斗中，与试样相同方法萃取分离。

### 4、测定

按照岛津 AA-6880C 仪器操作规程对待测样液进行检测，其中仪器工作条件采用系统默认设置。

操作步骤，基于基本的操作规程，比赛时我做于以下操作（红色字迹为操作注意事项）：

①清点仪器，把仪器摆放成自己最为顺手的姿势，烧杯尽量取得刚刚好，因为多了的话很占地方。撤下组委会提供的仪器，我撤下了组委会提供的移液管架、分液漏斗架。因为组委会提供的分液漏斗不适合我下述实验操作。玻璃仪器尽量不要摆放在竖直水平线上，因为一不小心就容易打碎

②称量。称取 1g 样品。样品为粉末，装于透明封口袋中，使用时倒出一点点，称量结束后倒进废液缸。使用天平前一定要观察天平是否水平，我比赛用的是梅特勒天平，表面没有只有四个键，按最大的那个去皮，调平气泡在天平后部！一定不能少这个步骤。称量结束后意思一下用扫子清扫一下天平表面。不能过急，宁可慢都别快。

③填写标签纸，并贴于烧杯上。

④倒试剂，水（50ml 烧杯）两瓶样品（50ml 烧杯）100 $\mu\text{g}/\text{ml}$  铅标准液（50ml 烧杯）10 $\mu\text{g}/\text{ml}$  铅标准溶液（100ml 烧杯）柠檬酸铵（50ml 烧杯）硫酸铵（100ml 烧杯）DDTC（100ml 烧杯）MIBK（100ml 烧杯）尽量不要倒多，每一杯多出十毫升左右，用烧杯上的刻度衡量，因为多了浪费，少了难吸。

⑤配置铅标准液。消解液无色，疑似就是一定浓度的铅标准液。

⑥根据组委会提供的样品浓度，决定添加的量。空白为 0.0ml。补水至 60ml

⑦分组。我使用的是分组加样的方法，样一一样二为①，1ml-4ml 为②，2ml-3ml 为③，

空—5ml 为④。

⑧加样。

- 1、首先添加组①，至 DDTC 5min 静置
- 2、组②添加至 DDTC 5min 静置——加组① MIBK
- 3、组③加至 DDTC 5min 静置——②加 MIBK——弃①水层
- 4、组④加至 DDTC 5min 静置——③加 MIBK——②弃水层
- 5、组④加 MIBK——③弃水层——倒组①②③有机层至比色管
- 6、组④弃水层——倒比色管

加液顺序可根据现场随机改变，我在比赛中由于时间的关系，我把组③④合并为一大组做在平时练习可用四组的方法练习。在比赛中要保证一定要做完样品的萃取液和基本的标准点的萃取液。水层直接弃至废液缸，如果废液过多，举手叫人倒掉。倒完比色管一定要把盖子盖上！排气时要倾斜漏斗，保证漏斗前端干燥，不然震荡会喷液。

⑨收拾台面，清洗烧杯，将漏斗开关开至直立状态。记清比赛前的仪器摆放，比赛结束摆放回赛前状态。不用动废液缸，废纸缸里面的东西。擦桌子。平时练习可以在桌面放一张滤纸垫烧杯。

上机部分：

注意事项：①开始前一定要先检查灯位设定

②开抽风

③用蒸馏水调 0，用蒸馏水空白

④标准液——样 1——样 2 进样一定要用蒸馏水润洗

⑤点火后机子内部产生负压，不要那么快放萃取液。不然会吸干

⑥关抽风

计算（数据处理）：略

平时练习侧重点应该在于那台机器和数据处理，对于预处理实验，需要注意的是控制时间务必在有效的时间内做完全部，在练习的时候需要预留出至少 20 分钟，用来做现场的突发情况处理。例如紧张，仪器问题等。对于一些操作的小纰漏可以不用在意，省赛求的是速度，预处理实验分值只占了 40%，重头戏全部都在后面的部分，但是在预处理试验中务必注意的是**标准点一定要取准**，预处理实验最大的侧重点就是保证完成络合反应，所以反应的时间可长，尽量不要短。不要打碎仪器，若不小心打碎，就当没事发生。可冷静几分钟，再进下一步，不能因小失大。实验过程中，如果遇到各种突发情况，例如试液不够仪器问题等不能慌，淡定的举手，跟裁判反映。要有礼貌，毕竟别人也辛苦，一句谢谢等礼貌用语可以很大程度的改善对裁判等工作人员的坏印象。

在平时操作过程中，不钻操作、流程、提供的仪器用量、用法的牛角尖，对于竞技比赛而言，需要钻的是规则、评分标准的牛角尖。例如评分规则上没写，但是某项操作就是能节省时间等。务必搞清楚牛角尖的对象，无谓的牛角尖只会消耗过多的精力，而且什么都学不到，反而把自己困进去。不进行无谓的讨论，例如两个人对一问题都不确定，就不要更改原有的做法，因为两人一纠结，很容易忘了之前，学不到以后。得不偿失，以我个人的做法，我较为推从的方法是私底下自行的找解决方法，当把问题确定了之后，再进行讨论。如果再次不确定问题，就再次的自己找解决方法。多和老师讨论，不单指指导老师还可以和其他的老师讨论。

在初期练习时，需要把大方向搞清楚，就例如是首先可以通过反复的实验把整个大流程搞熟悉，然后再进行慢慢的操作规范的整改，最后才进行精益求精。我以过来人的身份建议，不提倡在对实验流程，实验原理还是懵懂的时候，进行对某细项如移液管操作等进行规范操作。

心态最为重要，平时练习过程中要以轻松的心态为主，抱以能学到东西的目的进行比

赛（个人觉得，拿奖的想法应该略小于此想法）。踏踏实实的做好每一步，得奖是必然的事。其次的心态是处“事”不慌，就是能应对各种的突发事件，这点需要平时的积累。

总结：放松心情 刻苦训练 学会总结

