出國報告（出國類別：研究）

歐洲官方實驗室檢驗分析技術研習

服務機關：衛生福利部食品藥物管理署
姓名職稱：許哲綸技正、方俊仁技士
派赴國家：西班牙
出國期間：105 年 05 月 28 日至 06 月 05 日
報告日期：105 年 08 月 24 日

摘　要

為瞭解國際上對於摻偽檢驗之分析技術現況及可能遭遇之技術瓶頸等問題，蒐集相關檢驗資訊及汲取相關工作經驗以作為本署未來檢驗方法開發之借鏡實屬必要。遂於 105 年 05 月 28 日至 06 月 05 日奉派前往西班牙「農產食品仲裁實驗室」進行摻偽檢驗分析技術研習。此次研習內容主要包括：瞭解歐盟官方管制的執行與其法源依據、認識歐盟參考實驗室網絡系統的架構與各層實驗室所肩負的責任與工作及認識「農產食品仲裁實驗室」並瞭解其檢驗方法之確效程序並實際參訪各檢驗部門，包括重金屬、食品化學、分子生物技術、穩定同位素及油脂部門，並蒐集該實驗室執行官方控制時所使用之檢驗方法及相關標準等，另本次研習最主要目的即為拜訪該實驗室之穩定同位素部門，並藉此機會與該部門同仁學習穩定同位素比值質譜儀相關分析技術並與其討論執行相關檢驗所遭遇之困難與瓶頸，尋求可能之解決方式，藉由實際的數據討論與技術交流，也獲得許多實質上的建議與協助，未來也將藉此修正現有之檢驗方法，以期能正確地執行相關穩定同位素比值分析，實驗室的參訪也能瞭解本署是否有需要精進的儀器設備或分析技術等，以此作為標竿學習的參考，持續精進國家實驗室之檢驗能量及技術水平，此外，利用本次的參訪機會，也建立雙方未來之聯繫及溝通管道，增進未來尋求合作與協助的機會。

關鍵字：摻偽檢驗、葡萄酒分析資料庫、穩定同位素比值質譜儀、農產食品仲裁實驗室

目　次

壹、目的 1

貳、過程 2

一、歐盟官方管制及參考實驗室網絡系統簡介 4

（一）官方實驗室 6

（二）歐盟參考實驗室 7

（三）國家參考實驗室 9

二、農產食品仲裁實驗室簡介 9

三、檢驗方法確效程序簡介 13

四、實驗室參訪及檢驗技術研習 15

（一）、重金屬部門 16

（二）、食品化學部門 20

（三）、分子生物技術 24

（四）、穩定同位素部門 29

（五）、油脂部門 56

參、心得 62

肆、建議 65

附件 1、歐盟第 882/2004 號規章部分條文節錄。

附件 2、農產食品仲裁實驗室介紹及檢驗方法確效程序簡報資料。

附件 3、水產品中甲基汞之檢驗方法。

附件 4、農產食品仲裁實驗室蜂蜜中澱粉酶及電導度測定方法。

附件 5、歐盟基改食品及飼料與動物蛋白參考實驗室檢驗方法摘錄。

附件 6、國際葡萄與葡萄酒組織發布之同位素分析相關檢驗方法。

附件 7、歐盟葡萄酒分析資料庫建置相關規定、調查問卷及遞交報告格式。

附件 8、液相層析儀串聯穩定同位素比值質譜儀操作紀錄表。

附件 9、國際橄欖油協會橄欖油感官評方法(含評分紀錄表)。

附件 10、出國報告分享簡報。

壹、目的

近來國際間不法藥物及摻偽事件頻仍，如膠囊或錠狀等保健食品中違法添加減肥及壯陽等西藥成分等，都可能對消費者的健康造成重大危害，然囿於不法藥物及摻偽手法日新月異，執行相關摻偽檢驗之分析，往往需仰賴尖端儀器的投入與操作人員的經驗累積。

為瞭解國際上對於摻偽檢驗之分析技術現況及可能遭遇之技術瓶頸等問題，蒐集相關檢驗資訊及汲取相關工作經驗以作為本署未來檢驗方法開發之借鏡實屬必要。遂於 105 年 05 月 28 日至 06 月 05 日安排前往歐洲官方實驗室-西班牙農糧環境部所屬「農產食品仲裁實驗室」(Laboratorio Arbitral Agroalimentario, LAA)進行摻偽檢驗分析技術研習。

本次研習主要希望能瞭解歐盟對於摻偽檢驗背景資料庫之建置方式，包括如採樣、分析及數據統計等內容，另藉此次實地參訪 LAA 實驗室，期望能蒐集該實驗室執行官方控制(Official Control)時所使用之檢驗方法及相關標準等，亦期能瞭解該實驗室之檢驗設備及拜訪相關檢驗人員，除建立未來雙方之聯繫及溝通管道外，最重要的是以此作為標竿學習的參考，持續精進國家實驗室之檢驗能量及技術水平。

貳、過程

本次赴西班牙農糧環境部所屬「農產食品仲裁實驗室」研習，主要係透過駐西班牙代表處經濟組同仁們的費心協調，協助與該實驗室聯繫並安排進行為期 9 天之研習課程，行程及工作記要如表 1 所示。

本次研習內容主要包括介紹歐盟官方管制(Official Controls)及實驗室網絡系統、馬德里農產食品仲裁實驗室、檢驗方法確效程序及實際參訪各檢驗部門，包括重金屬、食品化學、分子生物技術、穩定同位素及油脂部門，其中本次研習最主要目的即為拜訪該實驗室之穩定同位素部門，並藉此機會與該部門同仁學習穩定同位素比值質譜儀(Stable Isotope Ratio Mass Spectrometer, IRMS)相關分析技術並與其討論執行相關檢驗所遭遇之困難與瓶頸，尋求可能之解決方式。以下將分別針對研習內容加以說明。

表 1、馬德里農產食品仲裁實驗室研習行程表。

日期	地點	工作記要
2016/05/29	台北—西班牙馬德里	起程
2016/05/30 ~ 2016/06/03	西班牙農產食品仲裁實驗室 (西班牙馬德里阿拉瓦卡)	1. 歐盟官方管制及實驗室網絡系統簡介 2. 農產食品仲裁實驗室簡介 3. 檢驗方法確效程序簡介 4. 實驗室參訪及檢驗技術研習 (1) 重金屬部門 (2) 食品化學部門 (3) 分子生物技術部門 (4) 穩定同位素部門 (5) 油脂部門
2016/06/04	西班牙馬德里—台北	返程

第一天剛抵達馬德里農產食品仲裁實驗室門口時，即在該實驗室門口拍照紀念(圖 1)，可發現該實驗門口非常樸實，僅有一面黃底門牌，周圍栽種了許多樹木，對於從事試驗工作而言，是個遠離塵囂且可專心工作的舒適環境。

圖 1、許哲綸技正(左)與方俊仁技士(右)合影於馬德里農產食品仲裁實驗室門口。

在門口向警衛出示護照供查驗並登記後，即由該實驗室副主管 María de Guía Gómez Romero 女士親自到門口接待，簡單介紹實驗室環境後，緊接著就帶領我們到會議室，由實驗室數據品質主管 Henny Hooghuis de Korver 女士及 Jorge Muñoz Palencia 先生為我們進行歐盟參考實驗室網絡系統及馬德里農產食品仲裁實驗室的簡報介紹，會後於會議室共同合影如圖 2，在研習的最後一天，同樣也是由兩位主管共同為我們進行檢驗方法確效程序的簡報介紹，詳細之簡報內容分述於後。

圖 2、與 María de Guía Gómez Romero 女士(左二)、Henny Hooghuis de Korver 女士(右一)及 Jorge Muñoz Palencia 先生(右二)合影。

一、歐盟官方管制及參考實驗室網絡系統簡介

歐盟共同體為確保各成員國能核實遵守飼料及食品法(feed and food law)與動物衛生及動物福利法規(animal health and animal welfare rules)之規定，歐洲議會(European Parliament)及歐盟理事會(European Council)於 2004 年 4 月 29 日訂定第 882/2004 號規章【Regulation (EC) 882/2004】(附件 1)，確立實行官方管制之法源依據。

「官方管制」係指權責機關(competent authority)或歐盟共同體(Community)為驗證食品和飼料、動物健康和動物福利之符合性(compliance)所執行之任何形式之管制行動。官方控制之執行旨在預防(preventing)、消除(eliminating)或降低(reducing)直接或間接來自環境之風險程度至人類及動物最低可接受之程度；保證食品及飼料交易之公平性並保障消費者權益，包括食品及飼料標示與其他提供給消費者之資訊。

執行官方管制時，其採樣(sampling)和分析(analysis)方法均應符合歐盟法規；如果歐盟無相關規定，則可依照國際上認可之規定或方法，例如經歐洲標準化委員會(European Committee for Standardization, CEN)所接受或經國家立法同意者；如果前述兩者都沒有相關規定，則可根據能符合預期目標或根據科學程序所發展出之其他方法。如非依照前述之方法執行官方管制，實驗室則應依據國際認可之標準針對檢驗方法進行確效(validation)，並盡可能依照下列指標(criteria)評估分析方法。

1. 準確性(accuracy)
2. 應用性(applicability) (基質與濃度範圍)
3. 偵測極限(limit of detection)
4. 定量極限(limit of determination)
5. 精密度(precision)
6. 重複性(repeatability)
7. 再現性(reproducibility)
8. 回收率(recovery)
9. 選擇性(selectivity)
10. 靈敏度(sensitivity)
11. 線性(linearity)
12. 量測不確定度(measurement uncertainty)
13. 其他規定(other criteria that may be selected as required)

在歐盟，負責執行官方管制的實驗室共同組成了一個金字塔形狀的實驗室網絡系統(如圖 3)，其架構主要包括金字塔上層「參考實驗室」(Reference Laboratories, RL)及下層的「官方實驗室」(Official Laboratories, OFL)，其中參考實驗室依據行政層級又可分為最上層歐盟層級的歐盟參考實驗室(EU Reference Laboratories, EURL)及各會員國層級之國家參考實驗室(National Reference

Laboratories, NRL)。

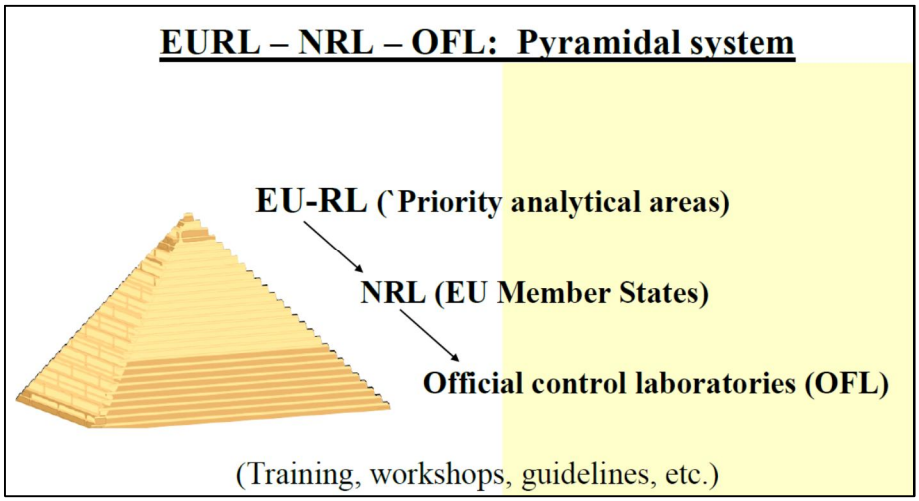

圖 3、歐盟實驗室網路架構示意圖。

歐盟藉由設立歐盟參考實驗室，提供食品與飼料安全監測檢驗分析上的技術支援與協助，而各歐盟成員國則依據歐盟參考實驗室，並結合國家參考實驗室及其國內之官方實驗室，構成一個全面性的實驗室網絡系統，由參考實驗室提供專業之科學技術支援與協助，由經認可之官方實驗室實際執行官方管制之檢驗工作，共同架構一有效率且全面性之檢驗系統，提供強大之檢驗量能以落實歐盟之食品與飼料安全之監管。以下將分別介紹此三層級之實驗室：

（一）官方實驗室

第 882/2004 號法規針對實際執行官方管制行動所採樣之檢體，各權責機關應指定「官方實驗室」以執行該樣品之檢驗分析，然而惟依循下列歐洲標準進行操作並經評估並取得認證之實驗室，權責機關始可指定該實驗室作為官方實驗室。

1. EN ISO/IEC 17025 對測試與校正實驗室能力一般要求。
2. EN ISO/IEC 17025 認證符合性評鑑機構之認證機構一般要求。

考量歐盟食品飼料法中針對不同檢驗項目訂定了不同的檢驗方法，因此前述實驗室應針對個別分析方法或相關之分析方法群進行評估並取得認證。然而當前

述實驗室無法符合認證之要求，權責機關可取消其官方實驗室資格。

（二）歐盟參考實驗室

歐盟參考實驗室主要可分為負責食品與飼料及動物衛生兩個主要領域，其中負責食品與飼料之歐盟參考實驗室，其職責主要包括：

1. 提供國家參考實驗室執行官方控制檢驗分析之方法細節，包括其參考依據。
2. 協調國家參考實驗室運用前述分析方法，特別是必須規劃比對試驗(comparative testing)並確保該比對試驗能依據國際間認可之方式進行。
3. 在其權責範圍內，如果有發展出新的檢驗分析方法，則應協調並具體安排該檢驗方法之應用措施，並通知國家參考實驗室相關進展。
4. 針對國家參考實驗室的工作人員及發展中國家的專家應持續辦理相關基礎與進階教育訓練課程，以協助其執行相關工作。
5. 提供歐盟執委會(Commission)在科學及技術上之協助，尤其是當成員國間針對檢驗方法結果提出異議時。
6. 應與負責檢驗分析歐盟成員國以外之第三方國家之食品及飼料之實驗室共同合作，以確保檢驗之正確執行。
7. 歐盟參考實驗室負責評估國家參考實驗室的表現，若該國家參考實驗室之表現不佳，則應指定新的國家參考實驗室取代之。

歐盟參考實驗室的設立過程，首先由歐盟執委公開邀請各成員國參與，各成員國如果有興趣，則可提出其候選實驗室，該候選實驗室再經過歐洲食品安全局(European Food Safety Agency, EFSA)及歐盟食品暨獸醫辦公室(Food and Veterinary Office, FVO)之科學性客觀評估後決定是否能成為歐盟參考實驗室。

歐盟參考實驗室與官方實驗室一樣，針對個別分析方法或相關之分析方法群同樣應通過相關歐洲標準之評估並取得認證。

成為歐盟參考實驗室之條件，包括以下：

1. 其工作人員在其權責範圍內，必須通過適當之診斷及分析技術訓練合格。
2. 必須具備執行分派任務所需之儀器設備等資源。
3. 必須有合適的管理基礎。
4. 必須確保其工作人員對於特定議題、結果或訊息等均能嚴守保密之義務。
5. 必須對於國際標準及措施具有充分之瞭解。
6. 必須考慮在國家及歐盟層級執行研究活動；
7. 如果有合適的標準物質或試劑，必須使用最新的
8. 必須盡量更新可用之參考物質及試劑與其製造或供應商清單。
9. 必須具有訓練良好的人員處理在歐盟內發生之緊急事件。

歐盟參考實驗室接受來自歐盟執委會年度預算的支持，但必須依照經許可之工作計畫(Work Programme)執行相關任務且必須在規定期限內提供相關之技術及經費資訊，若該歐盟參考實驗室無法遵守其工作要求，其歐盟參考實驗室資格可被取消。

目前負責食品與飼料領域之歐盟參考實驗室依據分析類別可分為基因改造生作物(GMO)、飼料添加物(feed additives)、食品接觸物質(food contact materials)、生物風險(biological tasks)、農藥(pesticides)、汙染物(contaminants)、藥物殘留(residues)等七大群，其分析類別中個別分析項目均設有一個歐盟參考實驗室，目前負責食品與飼料及動物衛生兩個主要領域，共計有 44 個歐盟參考實驗室，其清單可參考下列網址：(http://ec.europa.eu/food/safety/official_controls/legislation/ref-labs/index_en.htm)。

（三）國家參考實驗室

根據第 882/2004 號法規， 歐盟各成員國應針對各歐盟參考實驗室指定一個以上之國家參考實驗室，各會員國可指定位於其他成員國內或歐洲自由貿易聯盟(European Free Trade Association, EFTA)成員國之實驗室作為國家參考實驗室，且一間實驗室可同時被指定為一個以上成員國之國家參考實驗室。

這些國家參考實驗室之主要職責包括：

1. 在其權責範圍內，應配合歐盟參考實驗室提供適當之合作與協助。
2. 在其權責範圍內，應協調負責檢體分析之官方實驗室之活動。
3. 盡可能規劃官方實驗室間之比對試驗(comparative testing)並確保該比對試驗之進行。
4. 當歐盟參考實驗室提供資訊時，應確保能傳達至權責機關和官方實驗室，作為兩者之溝通橋梁。
5. 針對官方管制計畫的實施，提供權責機關科學與技術上的協助
6. 在不違背現有之國家責任下，負責執行其他特定職責。

國家參考實驗室與官方實驗室一樣，針對個別分析方法或相關之分析方法群同樣應通過相關歐洲標準之評估並取得認證。

各成員國應將其國家參考實驗室之名稱與地址資訊轉知歐盟執委會、相應之歐盟國家參考實驗室及其他成員國。當成員國針對某一歐盟國家參考實驗室設有超過一間以上之國家參考實驗室時，必須確保該實驗室間能密切合作，以確保各國家參考實驗室與歐盟參考實驗室間能有效地協調。

二、農產食品仲裁實驗室簡介

西班牙「農產食品仲裁實驗室」的行政組織層級架構圖，如圖 5 所示。西班牙農業食品暨環境部(Ministerio de Agricultura, Alimentación y Medio Ambiente, MAGRAMA)轄下設有食品產業司(Dirección General de la Industria Alimentaria)，而該司下常設有包括：產業發展暨創新副司(Subdirección General de Fomento

Industrial e Innovación)、食品鏈結構副司(Subdirección General de Estructura de la Cadena Alimentaria)、有機農業品質認證副司(Subdirección General de Calidad Diferenciada de Agricultura Ecológica)、食品推廣副司(Subdirección General de Promoción Alimentaria)及食品實驗室管制副司(Subdirección General de Control y de Laboratorios Alimentarios)共計 5 個副司，而「農產食品仲裁實驗室」即隸屬於其中之「食品實驗室管制副司」。

農產食品仲裁實驗室總部(Laboratorio Arbitral Agroalimentario, LAA)位於西班牙中部馬德里(Madrid)的阿拉瓦卡(Aravaca)，包括 2 棟主要建築物，如圖 4，共佔地約 7000 m^2，其中 85%作為實驗室之用，該實驗室之工作人員人數約為 80-90 人，另於西班牙北部桑坦德(Santander)設有分部－桑坦德農產食品實驗室(Laboratorio Agroalimentario de Santander, LAS)。

圖 4、馬德里農產食品仲裁實驗室(LAA)外觀一隅。

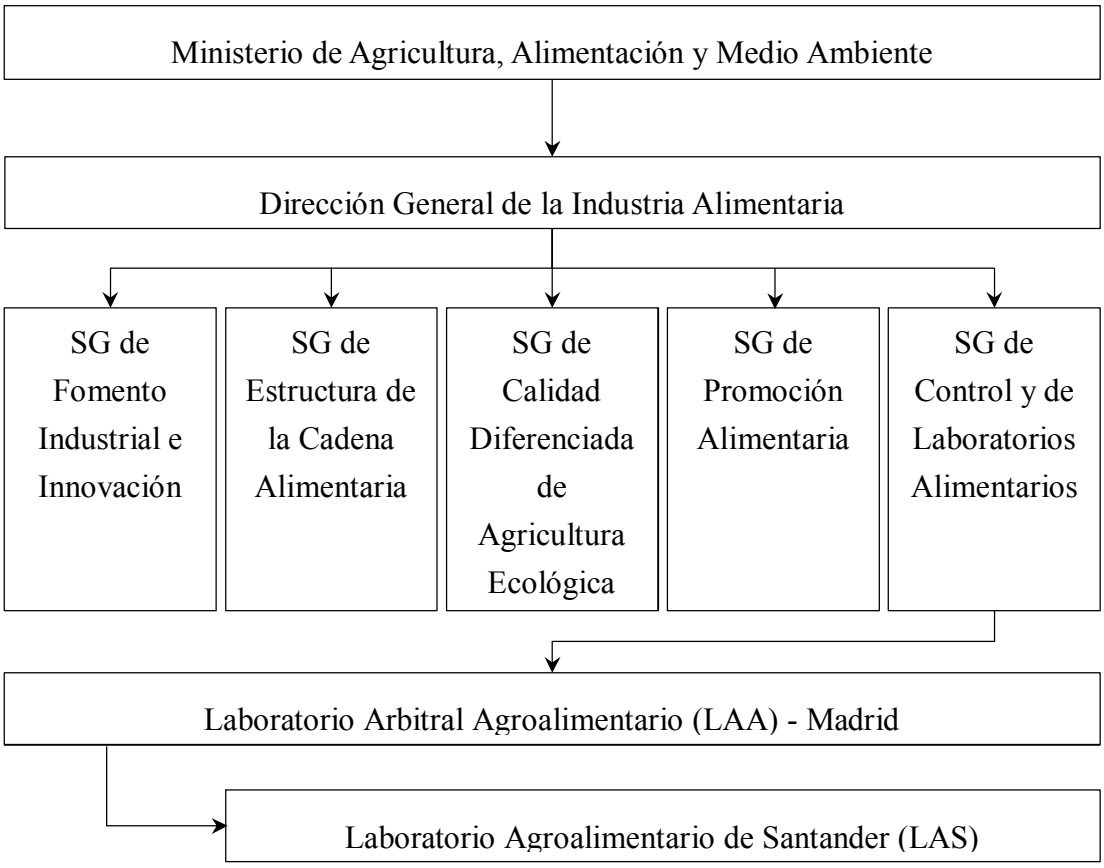

圖 5、農產食品仲裁實驗室行政組織層級架構圖。

西班牙農業部早期為建立一農產品摻偽緩減系統(agricultural products fraud repression system)而於 1933 年設立該實驗室，主要從事酒類及其他酒精性飲料之管制，爾後經西班牙農業部實驗室重整，於 1995 年將仲裁實驗室(Laboratorio Arbitral)與馬德里農產食品實驗室(Laboratorio Agroalimentario de Madrid)整併成為現在之農產食品仲裁實驗室(Laboratorio Arbitral Agroalimentario)。

馬德里農產食品仲裁實驗室(LAA)與桑坦德農產食品實驗室(LAS)係根據 EN ISO/IEC 17025 建立並實行，分別於 1999 及 2005 年通過西班牙國家認證機構(Entidad Nacional de Acreditación, ENAC)的認證，且其環境管理系統依循 ISO 1400 之規定，並於 2003 年取得西班牙標準驗證協會 (Asociación Española de Normalización y Certificación , AENOR)之認證。

農產食品仲裁實驗室的主要功能為藉由執行物理化學、生物性及感官品評等試驗來有效管控農產食品以符合歐盟及國家法規之要求，另提供農產食品部門之技術協助，其職責包括：

1. 協調及支援西班牙各自治區(Comunidades Autónomas, CCAA)農產食品之官方管制(official agri-food analytical control)。
2. 研究及開發官方檢驗分析方法(official analysis methods)。
3. 監督檢驗方法的執行及監視其檢驗結果以驗證其適用性(suitability)和一致性(homogeneity)。
4. 當官方實驗室間檢驗結果不一致時，執行最終仲裁檢驗(arbitration analysis)並發布檢驗結果。
7. 該實驗室是為西班牙國家參考實驗室(NRL)，如同前述國家參考實驗室之職責，該實驗室在其權責範圍內，對上應配合歐盟參考實驗室提供適當之合作，對下則應協調官方實驗室之運作，對西班牙農業食品暨環境部提供科學及技術上的協助，同時規劃比對試驗，作為歐盟參考實驗室、西班牙農業食品暨環境部與官方實驗室之間的溝通橋樑。

農產食品仲裁實驗室在許多檢驗項目都取得國家參考實驗室(NRL)之資格，其中馬德里農產食品仲裁實驗室(LAA)屬國家參考實驗室資格項目包括：重金屬分析、基因改造作物(GMO)、農藥殘留分析、肥料(fertilizers)、飼料中動物蛋白、植物檢疫產品(phytosanitary products)、飼料添加物(feed additive)與植物生長劑等。桑坦德農產食品實驗室(LAS)則在牛乳及乳製品項目具有國家參考實驗室資格。

三、檢驗方法確效程序簡介

方法確效(validation)的定義根據 ISO/IEC 17025:2005 第 5.4.5.1 一節所述，是為「經由檢查與提出客觀證據，以證實某一特定預期用途之特別要求已被達成」。

在西班牙農產食品仲裁實驗室中常使用的檢驗方法包括來自外部組織的檢驗方法，包括如國際標準化組織(International Organization for Standardization, ISO)或歐洲標準委員會(European Committee for Standardization, CEN)等所制定之標準方法等，此外亦有使用實驗室內部自行開發之檢驗方法，在執行相關檢驗前，均應執行方法之確效程序，根據檢驗方法的性質差異可分為定量檢驗方法(quantitative methods)及定性檢驗方法(qualitative methods)，兩種類型之檢驗方法在進行確效時所需進行之評估指標也會有所差異，如表 2 所示。

在定量檢驗方法的部份，需要評估工作範圍、線性、選擇性-專一性、定量極限-偵測極限、準確度、真實性、不確定性，至於定性檢驗方法，僅需評估工作範圍、選擇性-專一性(偽陽型及偽陰性)及偵測極限。

1. 工作範圍(working range)：

   首先需要考慮法規的限量值，工作範圍必須涵蓋其中，然而在有些情況下，法規的限量值是依據定量極限而定，此外，當工作範圍很大時，亦可以將工作範圍拆分為不同區段分別進行評估。

2. 線性(linearity)：

   探討分析物濃度與儀器訊號值之間的線性相關程度，必須探討其線性範圍，一般而言通常是簡單線性回歸，但有時候也可使用二次回歸。

3. 選擇性-專一性(selectivity-specificity)：

   確認儀器的訊號值是來自於分析物而非存在於樣品中的其他基質，通常會添加四種可能之污染物以確認方法之選擇性或專一性。

4. 定量極限-偵測極限(LoQ-LoD)：

定量極限的訂定必須能夠滿足法規限量之需求，例如水或是基改作物其定量極限通常為法規限量的 10 分之 1；重金屬則通常為法規限量的 5 分之 1，使用儀器分析時，偵測極限之訊雜比(s/n)應超過 3，定量極限之訊雜比應超過 10，此外亦可使用檢量線的最低點作為定量極限。

5. 精確度(precision)：

準確度的評估包括重複性(repeatability)、中間精密度(intermediate precision)及再現性(reproducibility)，評估準確度時可使用認證參考物質(Certified reference material, CRM)、參考物質(Reference material, RM)、品管物質(Quality control material, QCM)或在低濃度樣品中添加標準品以進行檢驗結果離散程度之評估。

6. 真實性(veracity)：

真實性的評估包括準確度(accuracy)及回收率(recovery)，準確度為實驗測定值相對於參考值之偏離程度，回收率則為實驗測定值相對於參考值之回收比例。

7. 不確定性(uncertainty)：

不確定性為一個估計區間，用以表示受測之真值可能離散之程度，不論執行校正或測試工作，凡量測都無法避免不確定性的產生，不確定性的評估方式有許多種，農產食品仲裁實驗室採用由上而下之方法(Top-down)，假設不確定性都來自於再現性與準確度偏差之貢獻。

表 2、檢驗方法確效指標比較表。

#	Quantitative methods	Qualitative methods
1	Working range	Working range
2	Linearity-Response	-
3	Selectivity-Specificity	Selectivity-Specificity
4	LoQ-LoD	LoQ-LoD
5	Precision	-
6	Veracity	-
7	Uncertainty	-

四、實驗室參訪及檢驗技術研習

在農產食品仲裁實驗室研習期間，除了前述關於歐盟官方管制、歐盟實驗室網絡系統簡介、實驗室簡介、檢驗方法確效程序等概念性、框架性之簡介外，另外最重要的就是參訪該實驗室中各檢驗部門，除可瞭解其儀器設備水平以作為本署之借鏡外，亦可就其所進行之檢驗項目及相關檢驗方法進行討論與交流，藉由西班牙之檢驗經驗瞭解歐盟執行官方管制之現況。

以下將分別針對在不同檢驗部門所見摘要說明，其中穩定同位素部門為本次參訪的重點項目，為解決目前本署執行穩定同位素質譜儀應用於蜂蜜摻偽相關檢驗所遭遇之瓶頸與挑戰，藉由本次實際參訪以瞭解歐盟如何藉由該技術建立背景資料庫並進行摻偽之檢驗判定，同時藉由本次機會認識並與具長久且豐富執行經驗的同仁學習並討論該檢驗技術實際執行之細節，作為未來執行之參考依循。

（一）、重金屬部門

在重金屬部門的參訪主要是由其部門主管 Manuela Mirat Temes 女士引導我們參觀實驗環境並向我們介紹該實驗室之儀器設備，包括常見之感應耦合電漿串聯原子放射光譜儀(inductively coupled plasma-atomic emission spectrometer, ICP-AES)、感應耦合電漿串聯質譜儀(inductively coupled plasma-mass spectrometer, ICP-MS) (圖 6)、自動汞分析儀(automated mercury analyzer)及微波消化裝置(圖 7)等。

參觀過程中也就目前署內同仁正在開發之甲基汞之檢驗方法與 Manuela Mirat Temes 女士進行意見交換，該部門針對甲基汞之檢驗主要係根據歐盟聯合研究中心(Joint Research Centre, JRC)發表於該中心技術報告中所載之標準作業流程-Determination of methylmercury in seafood by elemental mercury analysis: Standard operating procedure 執行[1](附件 3)，該方法正式公布前已完成該中心標準物質與量測研究所(Institute for Reference Materials and Measurements, IRMM)所舉辦之國際量測評估計畫-115 (International Measurement Evaluation Programme, IMEP-115)之比對試驗研究(collaborative trial study)[2]，確認該方法之適用性無虞始正式公告之。

該方法主要測定水產品中甲基汞含量，該方法的前處理步驟主要使用到兩次的液-液萃取，第一次是利用有機溶劑進行萃取，第二次再利用 L-半胱胺酸溶液萃取，由於帶有正點荷的甲基汞(CH_3-Hg^+)容易與強酸氫溴酸(HBr)所解離出帶負電荷之溴離子(Br^-)結合成疏水性之溴化甲基汞(CH_3-Hg-Br)，進而利用甲苯分層萃取之，下一步利用甲基汞離子與硫醇基(thiol)具有很強之親合力，以 L-半胱胺酸將甲基汞離子選擇性地自甲苯層抓回水層，達到淨化之目的。

---

[1] JRC SOP: https://ec.europa.eu/jrc/sites/default/files/IMEP-115%20SOP_Final.pdf

[2] IMEP-115: https://ec.europa.eu/jrc/sites/default/files/imep-115_final_0.pdf

詳細之樣品前處理流程如下：首先取樣品 0.7-0.8 g 置於 50 mL 離心管中，加去離子水 0.5 mL 及氫溴酸 10 mL，震盪混勻後，加甲苯(toluene) 20 mL，激烈震盪至少 2 分鐘，離心(3000 rpm, 10 分鐘)後，取上層有機層液體 15 mL 至以預先加入 1% L-半胱胺酸(L-cysteine)溶液(w/v) 6 mL 之 50 mL 離心管中，再加甲苯(toluene) 15 mL 至前述含有氫溴酸之離心管中，激烈震盪至少 2 分鐘，離心(3000 rpm, 10 分鐘)後，將剩餘上層有機層液體併入含有 L-半胱胺酸(L-cysteine)溶液之 50 mL 離心管中，激烈震盪至少 2 分鐘，離心(3000 rpm, 10 分鐘)後，取下層液體約 2-3 mL 作為檢液，並以自動汞分析儀進行分析。

除了使用前述方法進行甲基汞分析，該部門亦使用歐洲標準化委員會(CEN)所公布之 EN 16801 標準方法「Foodstuffs - Determination of elements and their chemical species - Determination of methylmercury in foodstuffs of marine origin by isotope dilution GC-ICP-MS」[3]，利用氣相層析串聯感應耦合電漿串聯質譜儀(GC-ICP-MS)進行水產品中汞物種之分析，但由於該標準必須付費購買，因此僅能讓我們拍攝該標準方法之封面(圖 8)而無法提供細節資料。

在參觀過程中，我們也發現了一個有趣的蒸餾裝置(圖 9)，經詢問後才知道，剛裝置主要是為了自行純化硝酸之用，由於重金屬消化過程必須使用非常高純度的硝酸，使用市面上販售的高純度硝酸除了價格不菲外，也會擔心純度之變異性，因此她們利用蒸餾裝置進行硝酸的純化，除了可節省經費外，也能確保硝酸的純度能夠符合實際實驗的需求。

在參觀的最後，我們也致贈紀念品表達感激之意，Manuela Mirat Temes 女士也很親切地與我們合影留念(圖 10)。該重金述部門是為西班牙國家參考實驗室，代表其在此檢驗領域位居領導地位，其技術與豐富的經驗相信是未來我們可以請教或效法的對象。

[3] EN-16801: https://www.document-center.com/standards/show/EN-16801

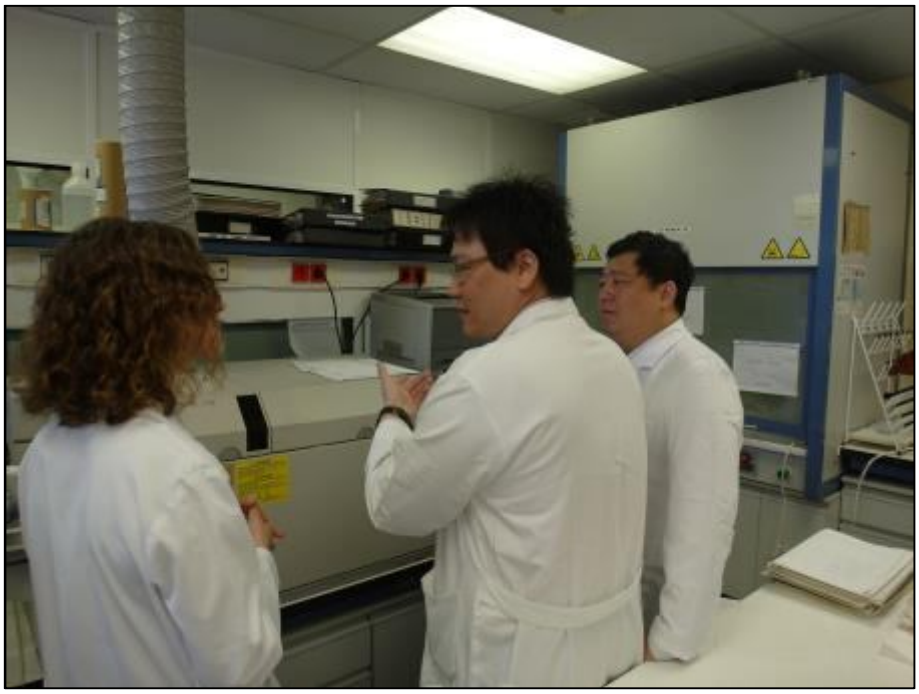

圖 6、感應耦合電漿串聯質譜儀(ICP-MS)外觀。

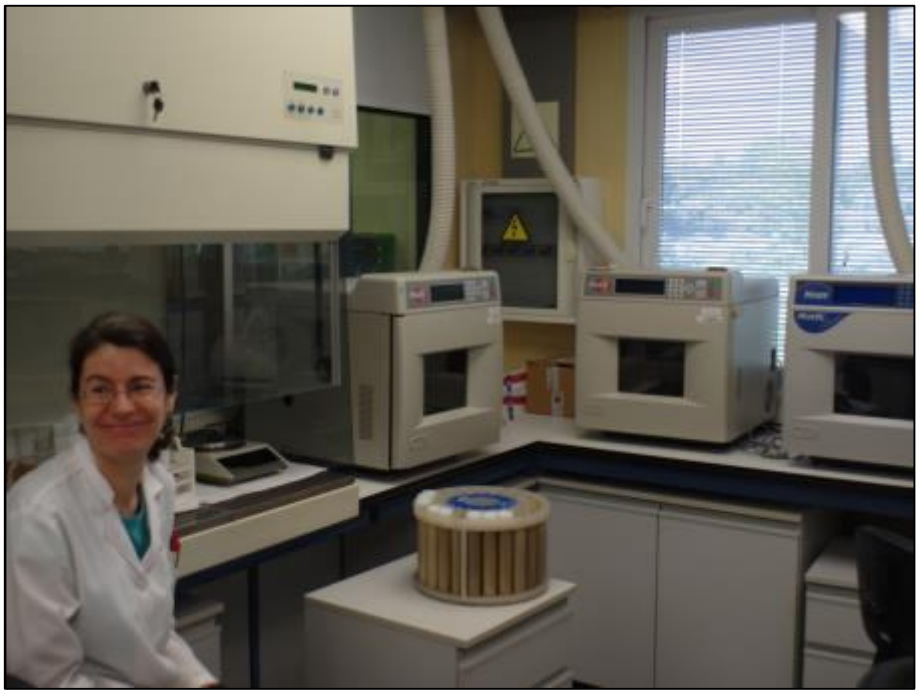

圖 7、微波消化儀外觀。

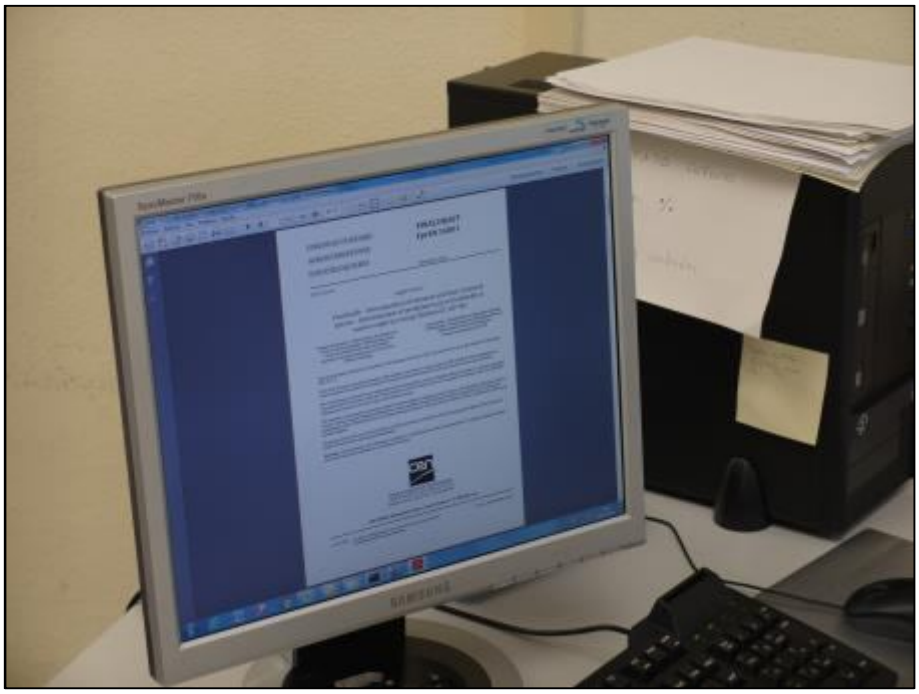

圖 8、CEN EN 1680 標準方法封面頁。

圖 9、自行純化硝酸之蒸餾裝置

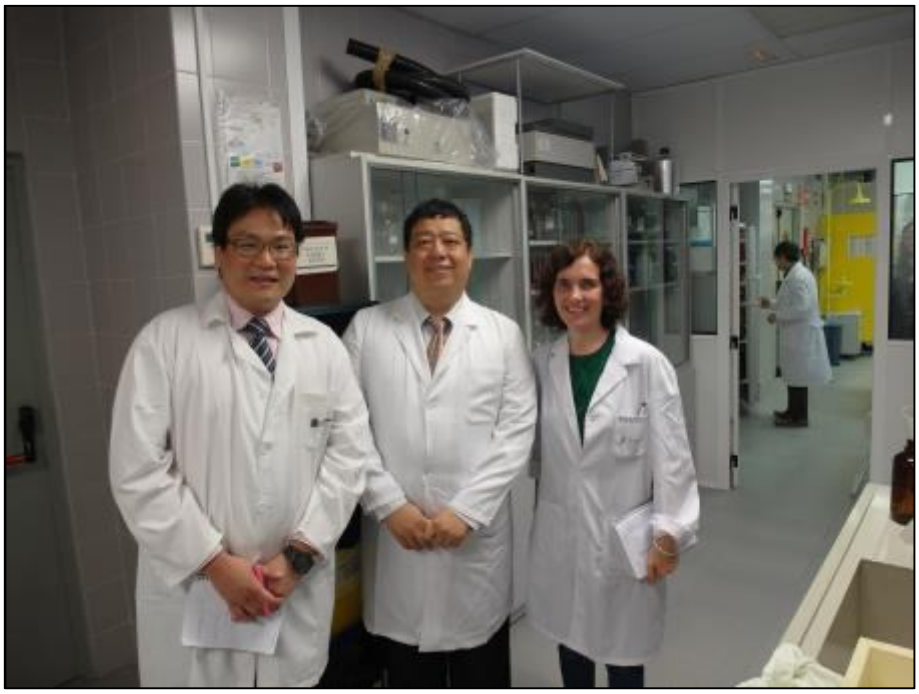

圖 10、與 Manuela Mirat Temes 女士(右)合影。

（二）、食品化學部門

在食品化學部門的參訪主要是由 María de Guía Gómez Romero 女士先帶領我們參觀整個實驗室，在參訪過程中也特別為我們介紹實驗室的一面牆，這面牆上掛滿了許多看起來很有歷史的層析管柱(圖 11)，María 女士表示，這些都是早期進行氣相層析所使用的填充管柱(packed column)，當時必須手動將填充材料填入不銹鋼管柱中，以進行氣相層析，但現今的氣相層析多已改用表面塗層開管式(wall coated open tubular, WCOT)或多孔層開管式(porous layer open tubular, PLOT)之毛細管柱(capillary column)，而不再使用填充管柱，所以他們特別將這些早期的管柱掛在牆上當作紀念，也讓我們能一窺過去教課書中常提到的填充管柱。

在參觀過程 María 也為我們介紹從事農藥相關檢驗的 Sergio Robredo 先生(圖 12)，當天由於適逢馬德里農產食品仲裁實驗室人員的年度健康檢查，所以 Sergio

Robredo 先生手臂上還綁有抽血完後止血用之棉花，他也帶我們參觀了農藥檢測使用的相關儀器設備，主要為常見之氣相層析串聯質譜儀與氣相層析串聯質譜儀，且目前檢驗的農藥品項數量大概為 300 多種。

參觀完農藥檢測的部分， María 女士帶我們到馬德里農產食品仲裁實驗室員工休息及交誼廳稍作休息(圖 13)。在西班牙，大概兩三點才會吃午餐，因此大概十點到十一點左右，陸續就會有員工會到交誼廳休息順便吃些小茶點或水果等。

休息完後，María 女士接著為我們介紹食品化學部門的主管 M.ª del Rosario Marín Tapia 女士，Rosario 女士帶領我們繼續參觀實驗室，也為我們介紹蜂蜜中澱粉酶(Diastase)活性之檢驗。由於蜂蜜中內生性之澱粉酶活性會隨著儲藏時間而逐漸降低，因此針對蜂蜜中澱粉酶之活性訂有標準，以評估蜂蜜品質之好壞。該方法主要利用澱粉溶液與碘試液作用會產生藍色之複合物，可藉由測定 660 nm 之吸光值衡量澱粉含量，蜂蜜中的澱粉酶則會將澱粉分解，因而造成 660 nm 之吸光值降低，並以此評估。澱粉酶之活性定義為 1g 蜂蜜於 40℃下於 1 小時內將 0.01 g 澱粉轉換至規定終點之酵素量，表示方式以澱粉酶值(diastase number, DN)，計算方式如下，其中 t 為使 660 nm 吸光值由 0.760 降至 0.235 所需時間(分鐘)。在參訪結束後，我們也邀請 Rosario 女士與其示範同仁一起合影紀念(圖 14)。

$$DN = {}^{300}/_{t} \qquad \text{(式 1)}$$

圖 11、早期氣相層析管柱之外觀。

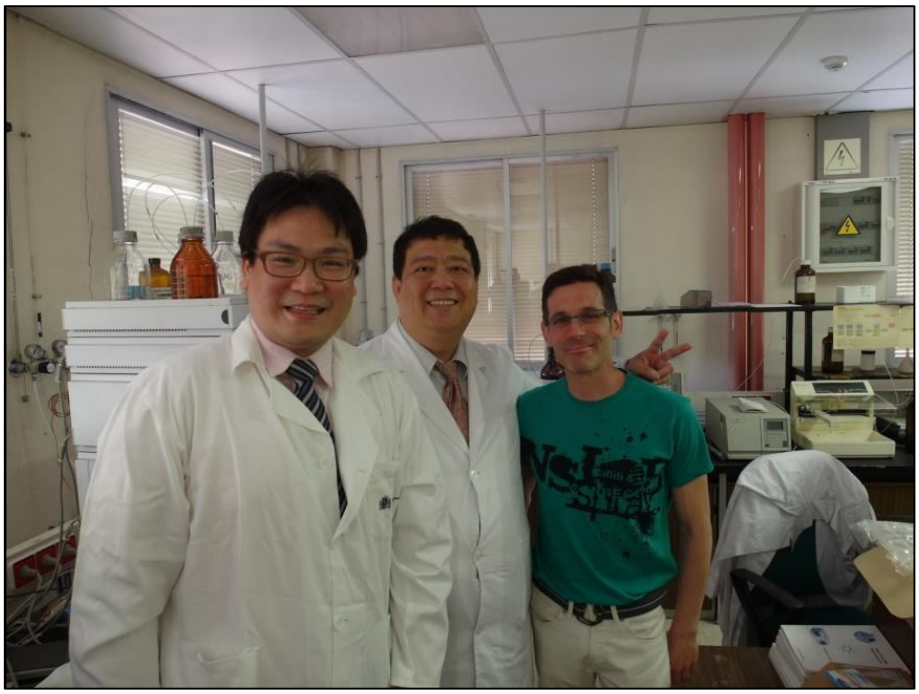

圖 12、與 Sergio Robredo 先生合影(右)。

圖 13、馬德里農產食品仲裁實驗室員工休息及交誼廳。

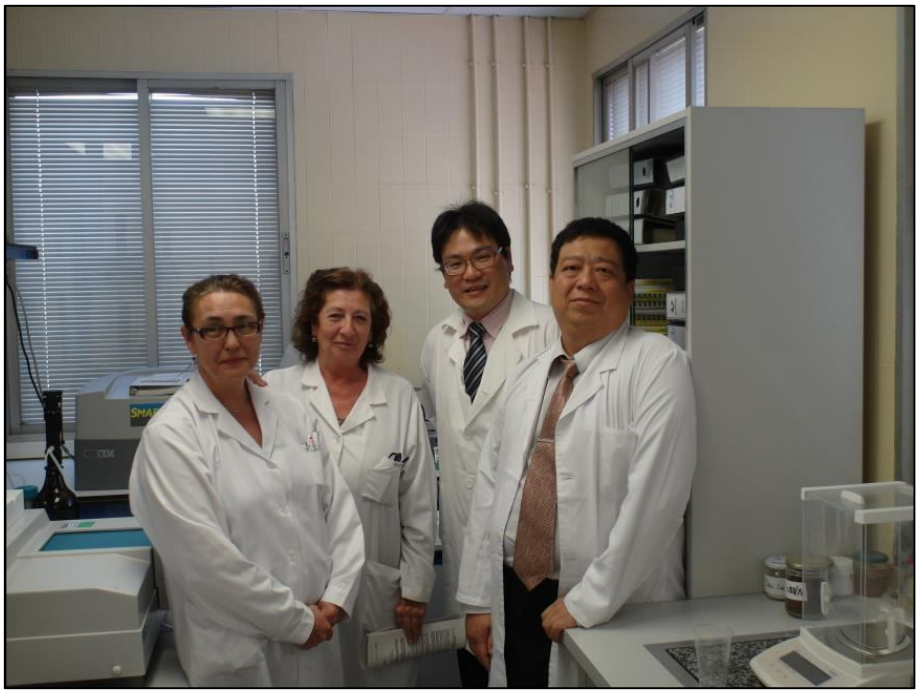

圖 14、與 M.ª del Rosario Marín Tapia(左二)及其同仁合影。

（三）、分子生物技術

在分子生物技術部門的參訪，主要是由該部門主管 Luis Martín Martín 先生帶領我們參觀實驗室並向我們介紹該部門主要從事之檢驗工作，包括基因改造產品的檢驗(genetically modified organism, GMO)及飼料中動物性成分之檢驗，GMO 的檢測主要是防止未經許可之產品流入市面，飼料中動物性成分之檢驗主要為因應狂牛症，避免飼料中混入動物蛋白，進而造成普昂蛋白(prion)之汙染，而造成攝入之動物遭到感染。

檢驗流程大致上均包括樣品前處理、DNA 萃取、聚合酶連鎖反應儀技術(polymerase chain reaction, PCR)倍增基因片段及 DNA 電泳分析。

首先，樣品前處理必須先使用均質機將樣品粉碎(圖 15)，接下來進行 DNA 萃取及淨化(圖 16)，加入含有溴化十六烷基三甲銨(cetyltrimethylammonium bromide, CTAB)溶液均質後，離心取上層液，去除細胞壁或細胞膜等多醣雜質，接下來將上清液加入氯仿(chloroform)震盪萃取，離心取上層液，去除脂溶性成分之雜質，重複氯仿萃取步驟，確保上層液澄清，最後使用乙醇(ethanol)與異丙醇(isopropanol)將萃取得到之 DNA 沉澱下來，小心將上層液體傾斜倒出，並重複以乙醇清洗，最後將得到之沉澱物以真空離心乾燥濃縮機離心乾燥(Speed Vac)後冷藏保存，臨用使加入緩衝溶液復溶。

萃取得到之 DNA，必須檢測其純度與含量，使用到的儀器為超微量分光光度計(Thermo NanoDrop ND-1000 Spectrophotometer)(圖 17)，分別測定 230 nm、260 nm 與 280 nm 的吸光值，其中 230 nm 吸光值主要來自於殘留之有機鹽類或有機溶劑，260 nm 吸光質主要是來至於 DNA 中鹼基的吸收，280 nm 主要則來自於殘留蛋白質中芳香族胺基酸(Tyr, Trp 及 Phe)之吸收。計算 260 nm 與 280 nm 吸光值之比值(A_{260}/A_{280})可評估樣品中 DNA 之純度，一般而言，純 DNA 其比值應接近 1.8，如果比值偏低，可能代表存在有蛋白質或多酚類化合物等在 280 nm

附近有強列吸光之雜質汙染；計算 260 nm 與 230 nm 吸光值之比值(A_{260}/A_{230})同樣也可作為 DNA 純度之評估，一般而言，純 DNA 其比值應介於 2.0 至 2.2，如果比值偏低，可能代表有存在有機鹽類或有機溶劑等汙染。

萃取得到之 DNA，接下就利用聚合酶連鎖反應技術將目標特異性的 DNA 片段放大，主要包含三個階段：變性(denaturation)、黏合(annealing)及延長(elongation)，首先加熱，使雙股模板 DNA 變形分離，接下來降溫，使目標特異性引子配對黏合上單股模板 DNA，在調整溫度至適合 DNA 聚合酶作用之溫度，開始以合成新的 DNA 一股，重複上述步驟，即可將特定的基因片段專一性地倍增放大。Luis 先生也帶我們參觀該部門之 PCR 儀器(圖 18)，有趣的是，他們還在桌上放置了一個外型類似 PCR 儀器的氣球，以假亂真。另外 Luis 特別有跟我說明，因為進行核酸相關的試驗，為了避免交叉污染，因此在該部門設有 2 座無菌操作台，其外框上分別貼有藍色與綠色膠帶(圖 19)，且其中所放置的微量吸管外表也都纏繞了相對應顏色的膠帶，如此可以避免相互混用，降低交叉汙染的發生。

經聚合酶連鎖反應技術放大的 DNA 片段，則會進行膠體電泳，將不同的 DNA 片段分離，完成分離之電泳膠片 ，則利用顯影系統拍照記錄(圖 20)。

為瞭解該部門進行基因改造產品及飼料中動物性成分之檢驗方法，也詢問了 Luis 先生是否有相關方法的參考來源，他也很熱心地分享相關資訊，其檢驗方法或標準操作流程等資訊均依據歐盟基改食品及飼料參考實驗室[4](European Union Reference Laboratory for GM Food and Feed, EURF-GMFF)及歐盟動物蛋白參考實驗室[5](European Union Reference Laboratory Animal Proteins, EURL-AP)網站上所公告之方法進行，該網站也有相關之法規標準可參考下載。Luis 先生也順便示範如何在該網站上找尋方法，並列印部分方法供我們參考(附件 5)，最後，我們

[4] EURL-GMFF: http://gmo-crl.jrc.ec.europa.eu/gmomethods/

[5] EURL-AP: http://eurl.craw.eu/en/187/method-of-reference-and-sops

很感謝 Luis 先生的說明，也邀請 Luis 先生與同行的 María 女士一起合影(圖 21)。

圖 15、樣品均質機外觀。

圖 16、Luis Martín Martín 先生介紹 DNA 萃取流程。

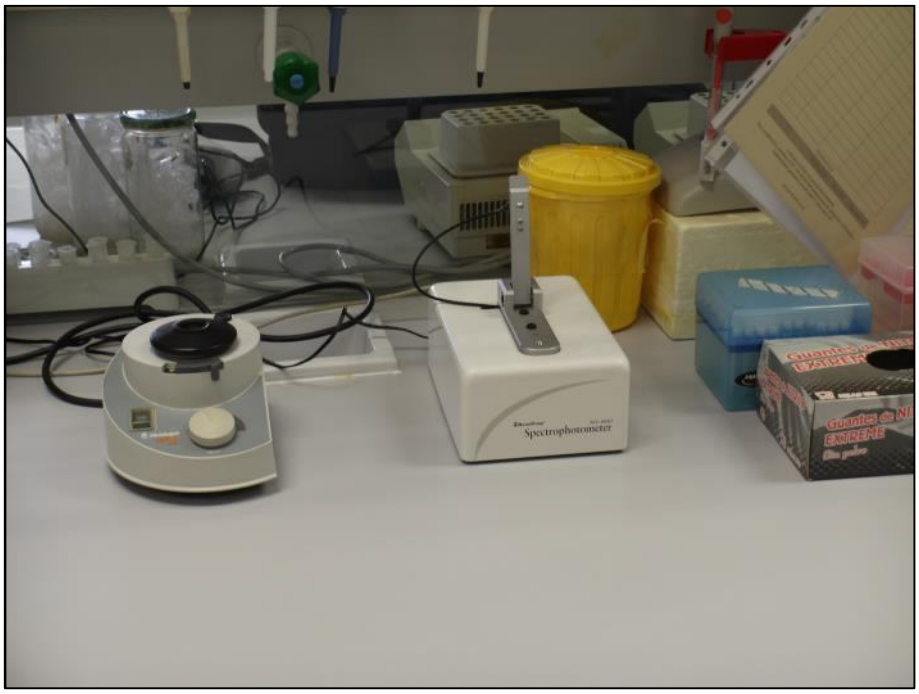

圖 17、超微量分光光度計(Thermo NanoDrop ND-1000 Spectrophotometer)。

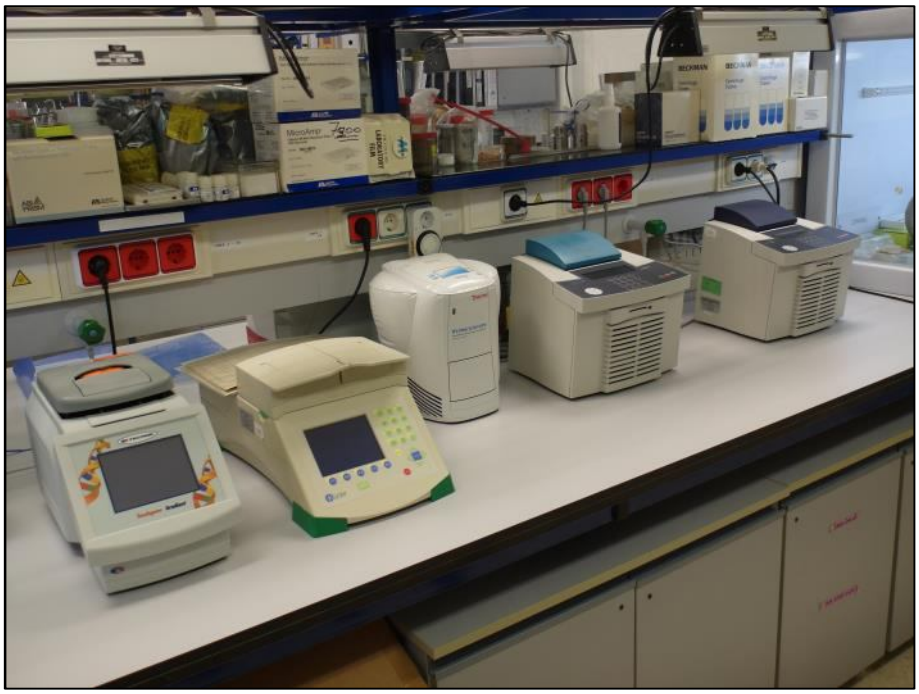

圖 18、聚合酶連鎖反應儀(PCR)外觀。

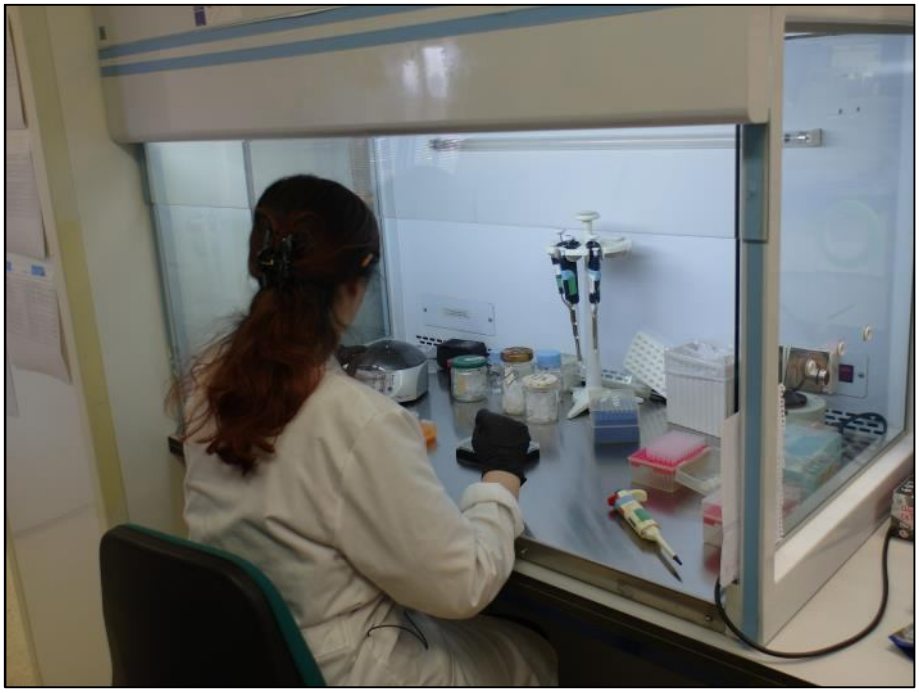

圖 19、無菌操作台外觀。

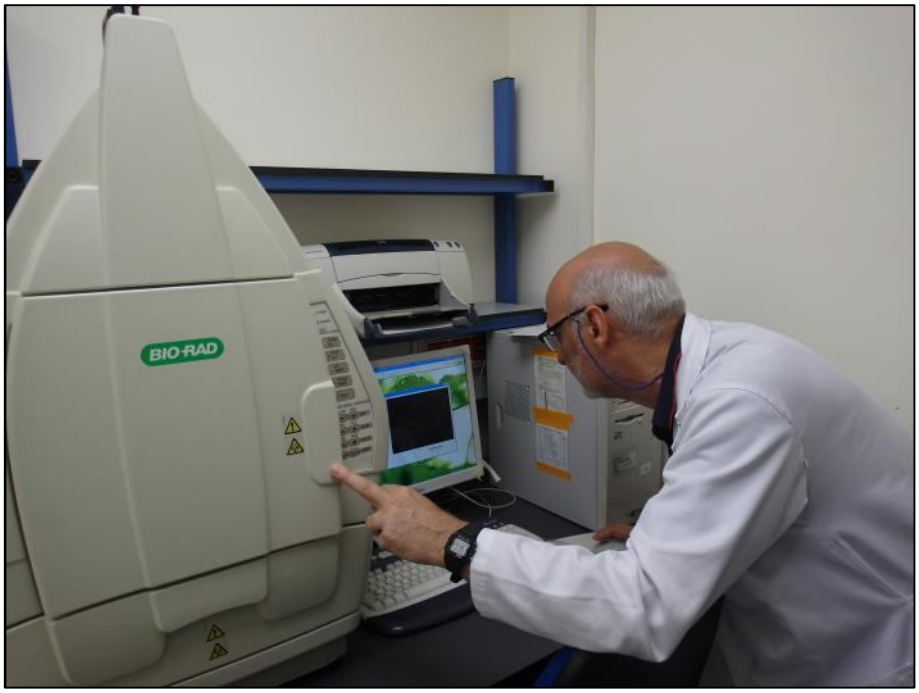

圖 20、Luis Martín Martín 先生示範 DNA 電泳膠片顯影系統。

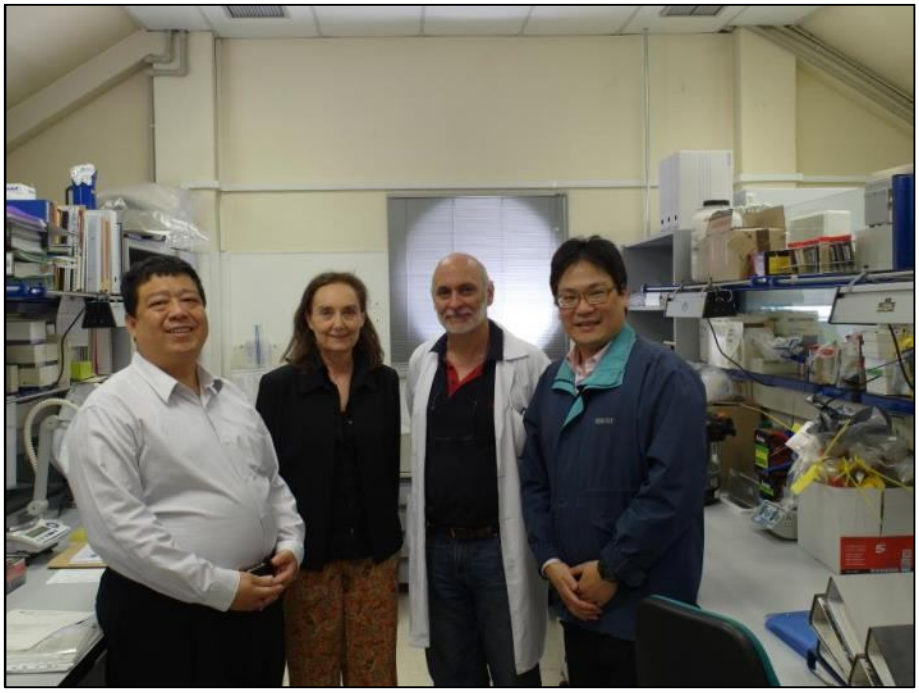

圖 21、與 Luis Martín Martín 先生(右二)及 María de Guía Gómez Romero 女士(左二)合影。

（四）、穩定同位素部門

在穩定同位素部門的參訪我們總共停留了 2 天，都是由其部門主管 Ana Isabel Cabañero Ortiz 女士帶領我們並介紹儀器設備及說明相關檢驗方法。

參訪的第 1 天，Ana 女士首先為我們進行該部門應用穩定同位素比值質譜儀(IRMS)進行蜂蜜摻偽檢驗之簡報，內容主要分享其發表於 Journal of Agricultural and Food Chemistry 期刊之研究成果[6]，該研究主要提出一套使用液相層析儀串聯穩定同位素比值質譜儀(LC-IRMS)測定蜂蜜中葡萄糖(glucose)、果糖(fructose)及蔗糖(sucrose)之碳穩定同位素比值藉以判定蜂蜜中是否有額外摻糖之技術。

植物依據其固定二以化碳(CO_2)的代謝路徑差異，可分為 C3 植物(Calvin cycle)及 C4 植物(Hatch-Slack cycle)。進行 Calvin cycle 的植物，吸收自空氣中的

[6] *J. Agric. Food Chem*. **2006**, 54, 9719-9729.

CO_2 會先與核酮糖-1,5-二磷酸(Ribulose-1,5-bisphosphate, RuBP)結合而產生 2 分子的 3 碳化合物-3-磷酸甘油酸(3-phosphoglycerate, PGA)，因次又稱 C3 植物；而進行 Hatch-Slack cycle 的植物，其吸收自空氣中的 CO_2 會先與磷酸烯醇式丙酮酸(phosphoenolpyruvate, PEP)結合而形成 1 分子的 4 碳化合物-草醯乙酸(oxaloacetate, OAA)，因此又稱為 C4 植物。一般而言，單子葉植物，如玉米、甘蔗等多屬 C4 植物，而雙子葉植物，如大部分的開花植物，也是蜜蜂採集花蜜的來源，多屬 C3 植物。

使用穩定碳同位素比值來檢測蜂蜜可能的摻偽是近來常用且有效的檢驗技術，主要是檢測蜂蜜中穩定碳同位素(^{12}C 及 ^{13}C)比值。由於大部分的蜜源植物多屬 C4 植物，其穩定碳同位素比值($\delta^{13}C$)多介於-23 至-28‰，另一方面，常用來混摻入蜂蜜的蔗糖及玉米糖等，其來源植物屬 C3 植物，其穩定碳同位素比值($\delta^{13}C$)則多介於-9 至-15‰。美國公定分析化學家協會(AOAC)所發表的官方方法 998.12 即利用當添加 C4 植物來源的糖至蜂蜜中，其穩定碳同位素比值($\delta^{13}C$)會提高之特性來檢測蜂蜜中是否有額外添加 C4 植物來源的糖，另外採用萃取自蜂蜜中的蛋白質作為內標，校正不同蜂蜜之間的穩定同位素比值差異，該官方方法之偵測極限為 7%，然而由於該方法之偵測極限較高且當面對不肖業者改添加同樣是 C3 植物來源的糖，如甜菜糖，使用此方法即無法檢測出穩定碳同位素比值的變化，因此無法分辨來自 C3 植物糖的摻假。

為了克服現有官方方法的瓶頸，該實驗室開發出一套使用液相層析儀串聯穩定同位素比值質譜儀(LC-IRMS)的檢驗方法，首先收集了來不同產區及不同蜜源的 79 件蜂蜜樣品，依照 AOAC 998.12 方法，使用元素分析儀串聯穩定同位素比值質譜儀(EA-IRMS)進行蜂蜜及萃取之蛋白質穩定碳同位素比值分析。

另一方面則進行液相層析儀串聯穩定同位素比值質譜儀(LC-IRMS)的分析，蜂蜜樣品以去離子水稀釋後，以濾膜(0.45 μm)過濾，濾液置於樣品瓶中是為檢液。

蜂蜜中的醣類，主要包括果糖(fructose)、葡萄糖(glucose)及蔗糖(sucrose)等，藉由液相層析分離後會依滯留時間先後進入液相層析儀連接介面(LC-Isolink)，在此介面中會同步導入反應酸液(0.5 M 正磷酸液)及氧化劑液(0.5 M 過二硫酸鈉液)，將移動相中有機物完全氧化轉換成二氧化碳(CO_2)，後續再藉由選擇性濾膜將水除去，剩下的二氧化碳就會進入質譜儀進行分析，即可測定穩定碳同位素之含量，並可分別計算出蜂蜜中蔗糖、果糖及葡萄糖之穩定碳同位素比值($\delta^{13}C$)。相對於元素分析儀，使用液相層析串聯穩定同位素比值質譜儀，過程中許多因素或條件都可能造成同位素比值發生分化(fractionation)，而影響實驗數值，因此在測試層析條件時，應當特別注意，應與元素分析儀所得到之數值比對，確認沒有發生同位素分化的情況。

該實驗室測試出對於蜂蜜中醣類擁有良好分離效果之液相層析條件如下：使用配位基交換(ligand-exchange)層析管柱(Thermo HyperREZ Carbohydrate H^+, 內徑 7.8 mm × 30 cm, 8 mm)，以去離子水作為移動相進行等梯度流洗(isocratic)，流速為 400 μL/min，於液相層析儀連接介面中反應酸液及氧化劑液之流速均為 50 μL/min，管柱及連接介面反應溫度分別為 25℃及 99.9℃。質譜儀之加速電壓為 10 kV，離子源壓力為 2.3×10^{-6} mbar，以 70 eV 之電子撞擊能量進行離子化，3 個法拉第杯(Faraday cup)偵測器同步且連續地監測 $CO2^{\cdot+}$之 3 個主要離子訊號，分別為 m/z 44 ($^{12}CO_2$)、m/z 45 ($^{13}CO_2$、$^{12}C^{17}O^{16}O$)及 m/z 46 ($^{12}C^{18}O^{17}O$)。

其研究結果說明如下，首先討論 EA-IRMS 的分析結果，如果根據早期 AOAC 978.71 方法[若蜂蜜之$\delta^{13}C_{honey}$<-23.5‰，純蜜；$\delta^{13}C_{honey}$>-21.5‰，摻假蜜；-23.5 ≦$\delta^{13}C_{honey}$≦-21.5‰，疑似摻假蜜]，79 件蜂蜜樣品，共有 69 件(87%)樣品為純蜜；9 件(11%)樣品為摻假蜜；1 件(2%)樣品為疑似摻假蜜。

然而若依據新的 AOAC 998.12 方法，採用蜂蜜中蛋白質做內標，依下式計算蜂蜜中 C4 糖含量(%)，如蜂蜜萃取得到蛋白質之穩定碳同位素比值($\delta^{13}C_{protein}$)與蜂蜜之穩定碳同位素比值($\delta^{13}C_{honey}$)差異超過 1‰，即相當於添加了 7%之蔗糖

或玉米糖，7%即為該方法之偵測極限，因此若計算出蜂蜜中 C4 糖含量(%)超過 7%，即代表為摻假蜜。根據此方式再次檢視所有蜂蜜樣品所得到之數值，可以發現，依據 AOAC 978.7 方法判定為純蜜($\delta^{13}C_{honey}$<-23.5‰)之 69 件樣品中，有 2 件樣品所計算得到之 C4 糖含量超過 7%，換言之，即為摻假蜜；此外，原 1 件疑似摻假蜜經此法計算，可判定為純蜜。總結而言：依據 AOAC 998.12 方法，79 件蜂蜜樣品，共有 68 件(86%)樣品為純蜜；11 件(14%)樣品為摻假蜜。

$$\text{C4 sugars, \%} = \frac{\delta^{13}C_{protein} - \delta^{13}C_{honey}}{\delta^{13}C_{protein} - (-9.7)} \times 100 \qquad \text{(式 2)}$$

在 LC-IRMS 的分析結果，在依據 AOAC 998.12 方法判斷為純蜜的 68 件樣品中有 54 件樣品，其層析圖譜中各組成糖(蔗糖、果糖及葡萄糖)具有良好的基線分離(圖 22A)，且各組成糖的穩定碳同位素比值均符合 C3 植物的特性。該 54 件純蜜樣品之各主要組成糖之穩定碳同位素比值經統計分析並無明顯差異(p>0.05)，其中果糖與葡萄糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-gluc])範圍為 0.0±0.6‰ (x±2SD)；果糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-suc])範圍為 1.2±0.8‰ (x±2SD)；葡萄糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [gluc-suc])範圍為 1.3±0.8‰ (x±2SD)，相關統計數值整理於表 3。另可發現該純蜜中主要組成糖(蔗糖、果糖及葡萄糖)之穩定碳同位素比值間具均有良好之相關性(圖 23)，綜合以上，可利用前述 54 件純蜜樣品中各主要組成糖之穩定碳同位素比值資訊建立純蜜之穩定碳同位素比值之特徵指標，並以此模式測試前述依 AOAC 998.12 方法判斷為摻假蜜之 11 件樣品，該摻假蜜之層析圖譜(圖 22B)，相對於純蜜之層析圖譜(圖 22A)，有明顯之差異，在蔗糖波峰前有許多未知波峰出現。該摻假蜂蜜中各主要組成糖之穩定碳同位素比值及相關資訊整理於表 4，可發現對應前述所建立之純蜜特徵指標[$\Delta\delta^{13}C$ [fruct-suc]: 1.2±0.8‰；$\Delta\delta^{13}C$ [fruct-suc]: 1.3±0.8‰]，該 11 件樣品之果糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-suc])及葡萄糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [gluc-suc])均落於指標範圍外，可判定為摻假蜜，與使用 AOAC

998.12 方法判斷之結果一致。

另外，依據 AOAC 998.12 方法判斷為純蜜的 68 件樣品中有 3 件樣品經 LC-IRMS 分析得到之各主要組成糖之穩定碳同位素特徵類似摻假蜜，其果糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-suc])及葡萄糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [gluc-suc])均落於指標範圍外，因此亦判定為摻假蜜(表 4)。

將純蜜與摻假蜜之蔗糖穩定碳同位素比值($\delta^{13}C$ Sucrose)對果糖穩定碳同位素比值($\delta^{13}C$ Fructose)作圖(圖 24A)，另以蔗糖穩定碳同位素比值($\delta^{13}C$ Sucrose)對葡萄糖穩定碳同位素比值($\delta^{13}C$ Glucsoe)作圖(圖 24B)，由圖形中各樣品點之分佈可快速且輕易地將純蜜與摻假蜜區分開來。

為確認使用 LC-IRMS 檢測蜂蜜中摻加不同糖之偵測極限，因此分別在純蜜中添加不同濃度(1, 2, 5, 5, 10, 20%)之蔗糖(cane sugar)、蔗糖糖漿(cane syrup)、甜菜糖(beet sugar)及高果糖玉米糖漿(HFCS)，進行 LC-IRMS 檢測，並將其中果糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-suc])及葡萄糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [gluc-suc])數值分別對額外添加糖濃度作圖(圖 26)，可發現，當添加蔗糖、蔗糖糖漿及甜菜糖時，隨著添加的含量提高，其果糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-suc])及葡萄糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [gluc-suc])均逐漸降低，且偵測極限分別為 1% (蔗糖)、2% (蔗糖糖漿)及 5-10% (甜菜糖)。值得注意的是，當添加 5-10%時，其變化趨勢卻是相反，隨著添加高果糖玉米糖漿濃度之增加，其果糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-suc])及葡萄糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [gluc-suc])均逐漸提高，而果糖與葡萄糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-gluc])則逐漸提高，其偵測極限為 5%。綜上，相對於 AOAC 998.12 方法使用 EA-IRMS，使用 LC-IRMS 不僅降低了摻加 C4 糖的偵測極限同時也能檢測 C3 糖的摻加。

總結而言，經 AOAC 998.12 方法判斷為純蜜的 68 件樣品中，經由 LC-IRMS 分析，根據其中果糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-suc])及葡萄糖與蔗

糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [gluc-suc])數值範圍判斷，其中 54 件樣品為純蜜，3 件樣品判斷為摻假蜜。但尚餘 11 件樣品，由於其果糖與葡萄糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-gluc])範圍為-0.6 至-1.2‰，落於純蜜之範圍外(0.0±0.6‰, x±2SD,) (圖 25)，顯示該蜂蜜應有混摻之情形發生。

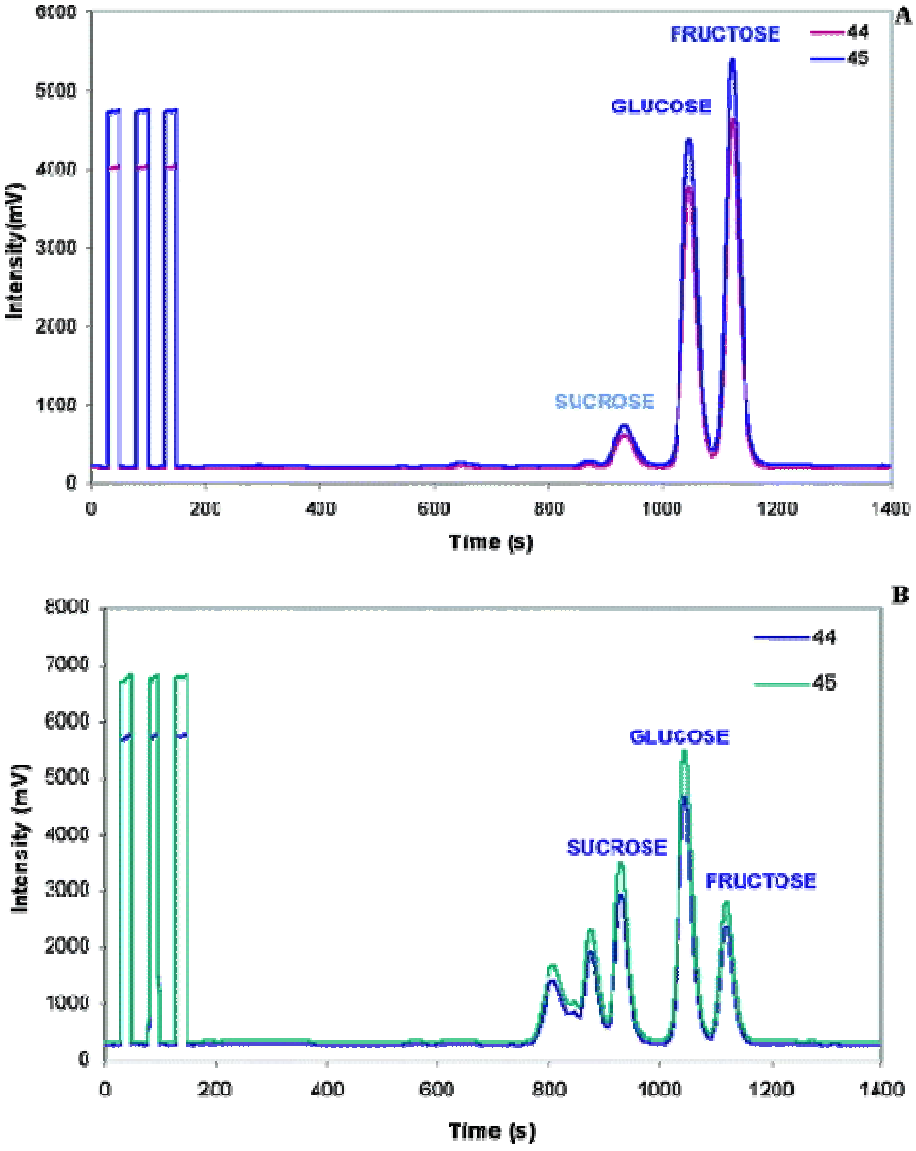

圖 22、純蜜(A)與摻假蜜(B)之液相層析圖譜。

表 3、54 件純蜜樣品中主要組成糖之穩定碳同位素比值。

Isotopic parameter	$\delta^{13}C$ sucrose (‰)	$\delta^{13}C$ glucose (‰)	$\delta^{13}C$ fructose (‰)	$\delta^{13}C$ total HPLC (‰)	$\delta^{13}C$ total EA (‰)	$\delta^{13}C$ protein (‰)	$\Delta\delta^{13}C$ [fruct-gluc] (‰)	$\Delta\delta^{13}C$ [fruct-suc] (‰)	$\Delta\delta^{13}C$ [gluc-suc] (‰)
$x \pm$ SD	−26.3 ± 1.0	−25.0 ± 1.0	−25.1 ± 1.0	−25.2 ± 1.0	−25.1 ± 0.9	−25.1 ± 0.7	0.0 ± 0.3	1.2 ± 0.4	1.3 ± 0.4
range	−24.3 to −28.8	−23.2 to −27.3	−23.0 to −27.3	−23.4 to −27.4	−23.3 to −27.2	−22.8 to −26.6	−0.5 to 0.5	0.6−2.1	0.5−2.0

表 4、摻假蜜中主要組成糖之穩定碳同位素比值。

Sample	$\delta^{13}C$ sucrose (‰)	$\delta^{13}C$ glucose (‰)	$\delta^{13}C$ fructose (‰)	$\delta^{13}C$ total HLPC (‰)	$\delta^{13}C$ total EA (‰)	$\delta^{13}C$ protein (‰)	$\Delta\delta^{13}C$ [fruct-gluc] (‰)	$\Delta\delta^{13}C$ [frutc-suc] (‰)	$\Delta\delta^{13}C$ [gluc-suc] (‰)
1	−18.7 ± 0.2	−20.4 ± 0.2	−20.9 ± 0.2	−20.5 ± 0.2	−20.2	−24.6	−0.5	**−2.2**	**−1.7**
2	−18.7 ± 0.1	−19.2 ± 0.3	−19.5 ± 0.4	−19.3 ± 0.4	−19.4	−24.5	−0.3	**−0.9**	**−0.6**
3	−18.2 ± 0.1	−20.5 ± 0.1	−20.9 ± 0.1	−20.5 ± 0.1	−20.3	−24.7	−0.4	**−2.7**	**−2.3**
4	−13.8 ± 0.3	−14.0 ± 0.2	−20.9 ± 0.2	−15.5 ± 0.2	−14.2	−24.6	−6.7	**−6.8**	**−0.1**
5	−17.5 ± 0.2	−20.1 ± 0.2	−20.5 ± 0.3	−20.0 ± 0.2	−19.9	−24.4	−0.5	**−3.0**	**−2.6**
6	−16.8 ± 0.3	−13.0 ± 0.4	−22.1 ± 0.1	−15.7 ± 0.1	−15.3	−25.3	−9.1	**−5.3**	**3.7**
7	−14.3 ± 0.1	−13.6 ± 0.1	−22.6 ± 0.1	−16.1 ± 0.1	−15.2	−24.9	−9.0	**−8.3**	**0.7**

8	−24.3 ± 0.4	−25.2 ± 0.1	−24.9 ± 0.1	−25.0 ± 0.1	−24.6	−25.9	0.3	**−0.6**	**−0.9**
9	−13.1 ± 0.4	−25.4 ± 0.4	−28.1 ± 0.3	−22.4 ± 0.4	−18.8	−26.6	−2.7	**−15.0**	**−12.3**
10	−14.7 ± 0.3	−17.3 ± 0.1	−16.6 ± 0.1	−16.8 ± 0.1	−16.7	−25.4	0.7	**−2.0**	**−2.6**
11	−24.1 ± 0.1	−24.2 ± 0.1	−23.9 ± 0.1	−24.0 ± 0.4	−23.7	−25.3	0.4	**0.2**	**−0.2**
12[a]	−25.3 ± 0.2	−26.6 ± 0.2	−26.6 ± 0.2	−26.3 ± 0.2	−26.5	−26.0	0.0	**−1.3**	**−1.3**
13[a]	−27.0 ± 0.1	−27.0 ± 0.1	−27.0 ± 0.1	−27.0 ± 0.1	−27.1	−26.9	−0.1	**−0.1**	**0.0**
14[a]	−23.4 ± 0.1	−23.2 ± 0.1	−23.1 ± 0.1	−23.2 ± 0.1	−23.5	−24.5	0.0	**0.3**	**0.2**

[a] 以 AOAC 998.12 方法無法檢測出摻假，但以 LC-IRMS 可檢測出摻假之蜂蜜檢體。

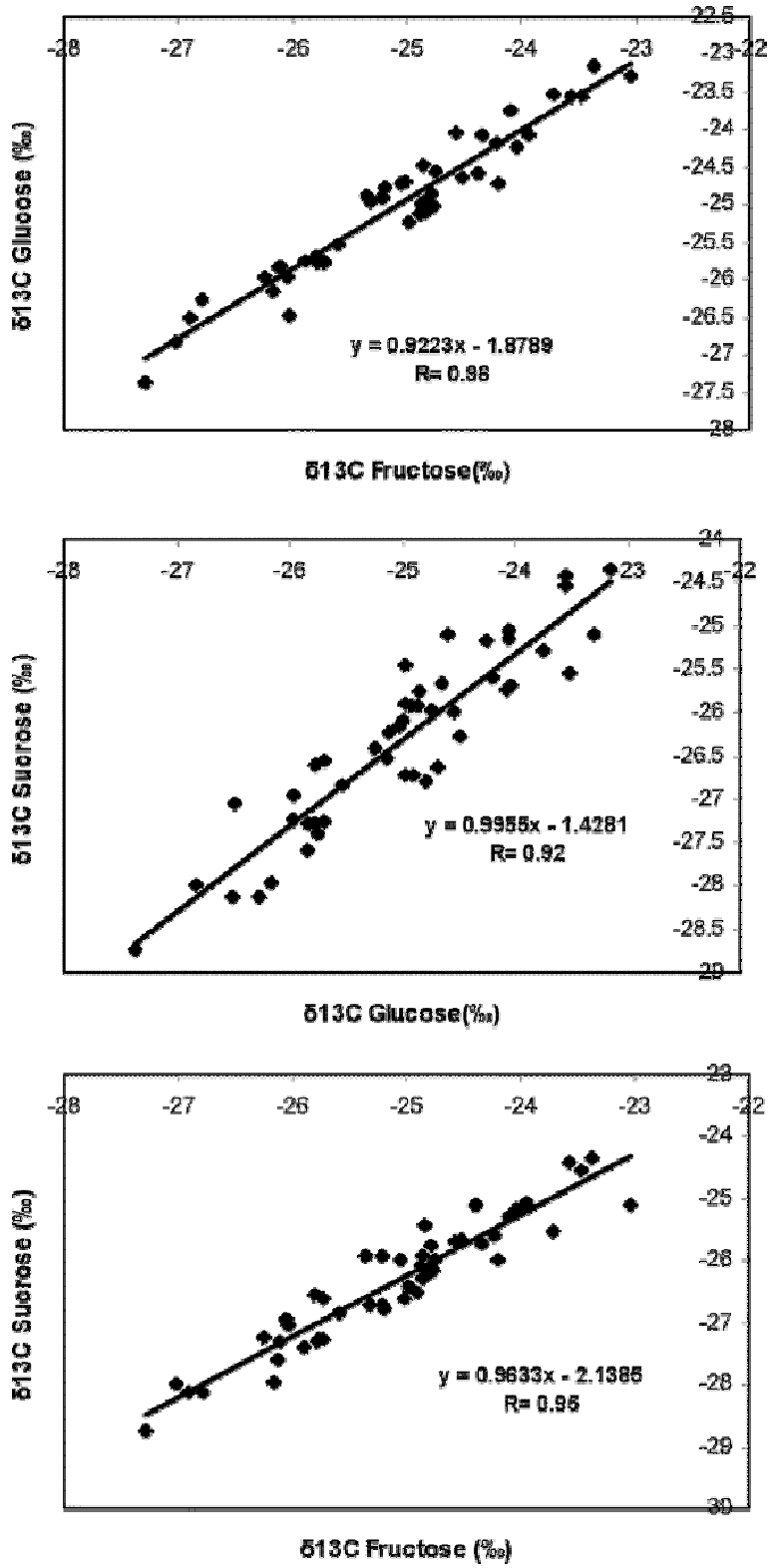

圖 23、純蜜中主要組成糖(蔗糖、果糖及葡萄糖)之穩定碳同位素比值間相關性比較。

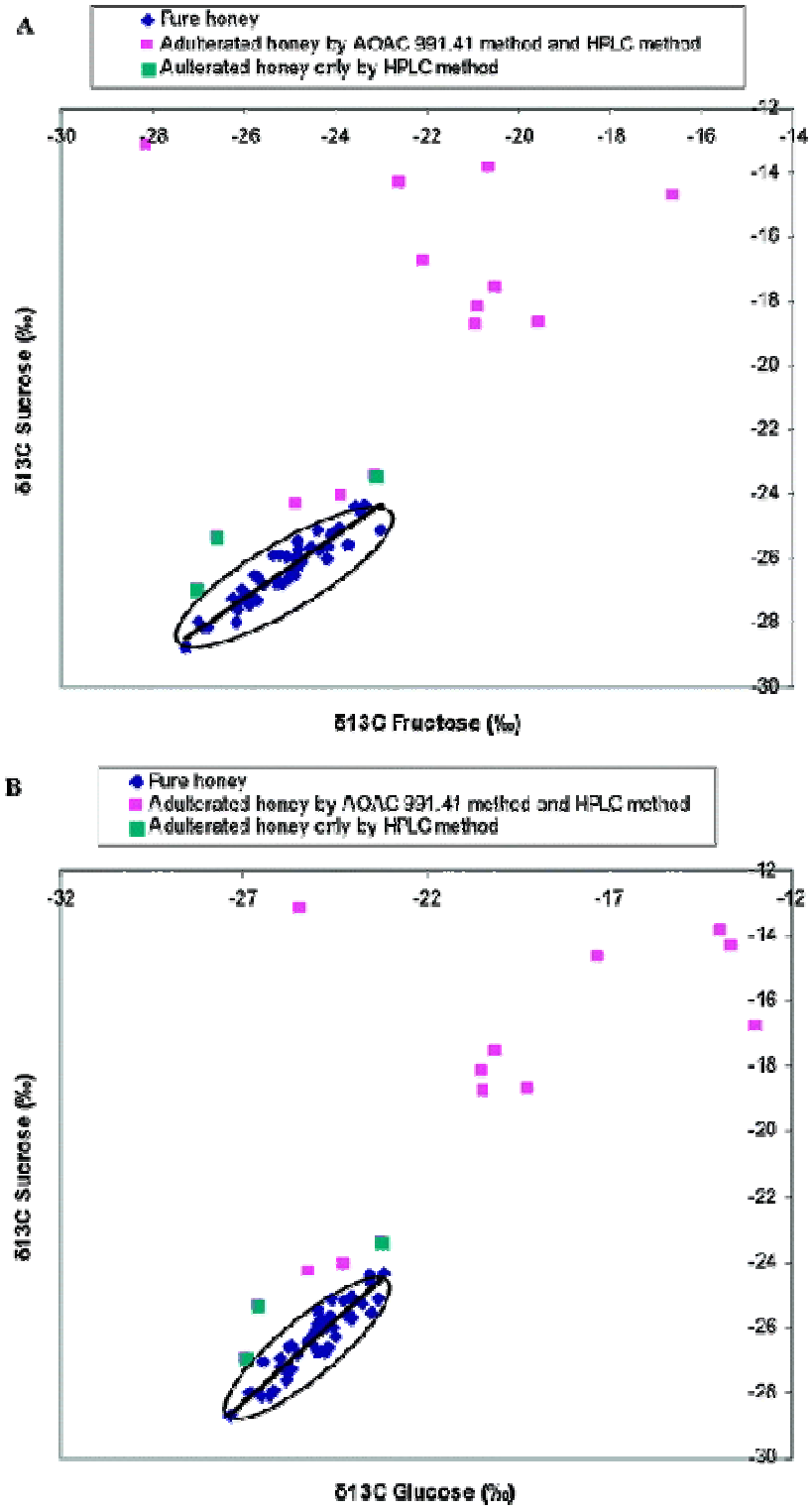

圖 24、以蔗糖對果糖(A)及蔗糖對葡萄糖(B)之穩定碳同位素比值作圖。

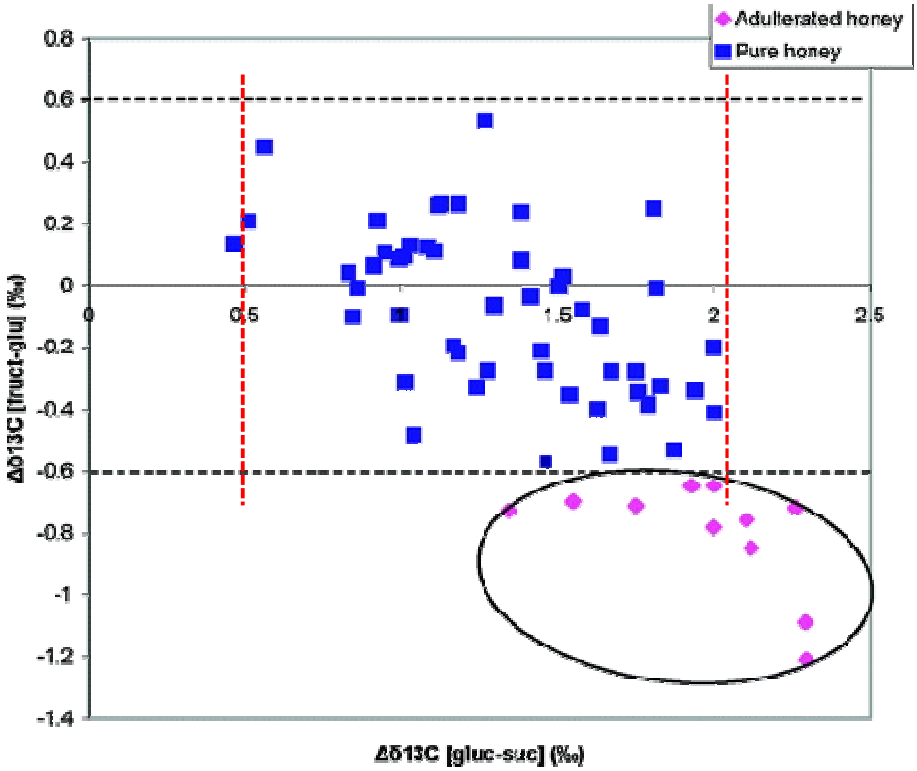

圖 25、以果糖與葡萄糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-gluc]對葡萄糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [gluc-suc])作圖。

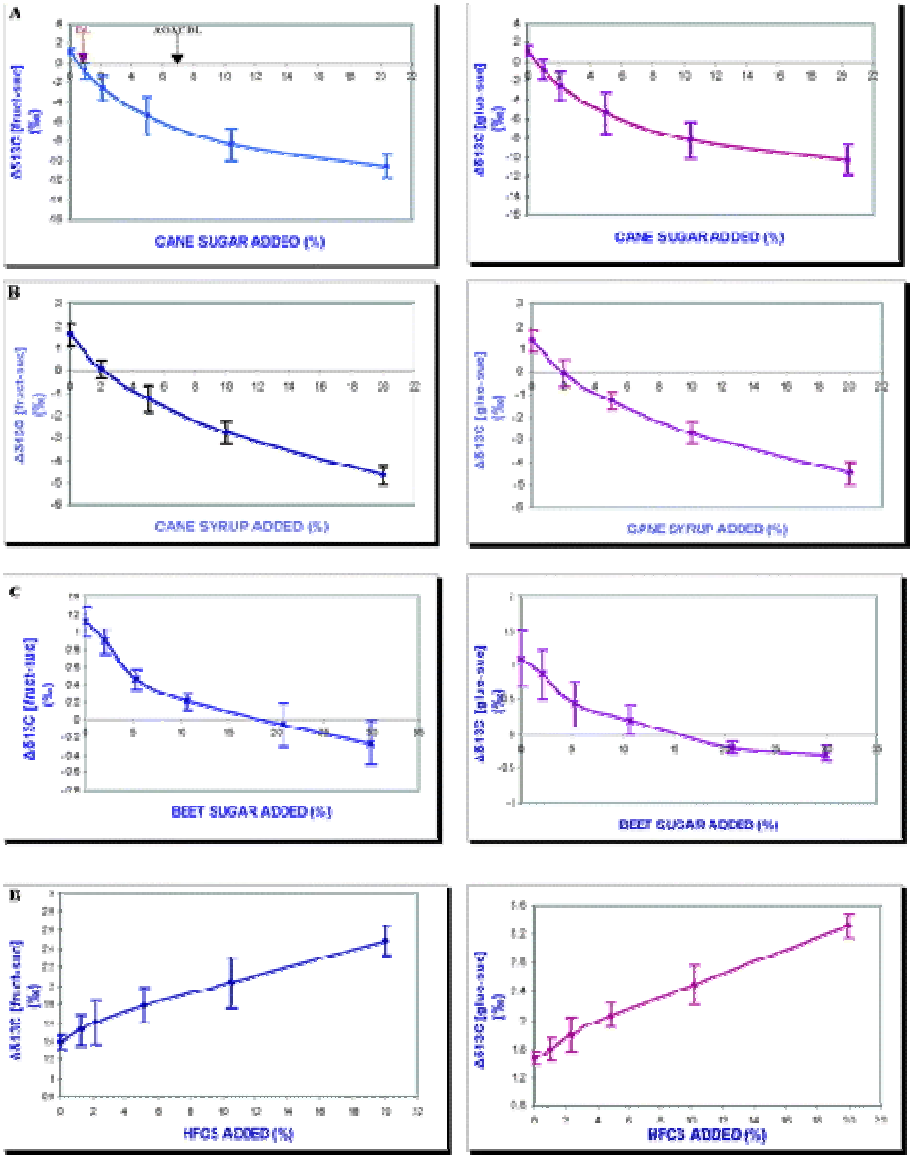

圖 26、分別添加不同濃度之蔗糖(A)、蔗糖糖漿(B)、甜菜糖(C)及高果糖玉米糖漿(D)，並與其果糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [fruct-suc]及葡萄糖與蔗糖穩定碳同位素比值差($\Delta\delta^{13}C$ [gluc-suc])分別作圖。

簡報結束後，Ana 女士即帶領我們參觀實驗環境並向我們介紹該實驗室之儀器設備。由於歐盟為了防堵葡萄酒的摻為、維護葡萄酒品牌的價值及保障消費者購買的權益，因此很早就開始針對不同年份、產地及品種之葡萄酒建立其穩定同位素比值資料庫，藉由歐盟中許多會員國多年來的共同合作，每年針對其國內產區之葡萄酒進行抽樣並收集相關資訊，因此累積了龐大且珍貴的數據資料庫，當抽驗市售之葡萄酒並與資料庫中數據比對，即可判別該葡萄酒是否有如實標示其產地、品種或年份等。該部門長久以來也肩負著建立西班牙境內葡萄酒背景資料庫的工作，進行穩定同位素比值分析的歷史已經非常悠久了，因此所擁有的穩定同位素比值質譜儀的類型非常多且儀器機型由新到舊一應俱全，如現役的元素分析儀串聯穩定同位素比值質譜儀(EA-IRMS)就有 2 套(圖 28 及圖 30)，另外還保存了 1 套古董級的元素分析儀串聯穩定同位素比值質譜儀(圖 27)，其他不同進樣介面如氣水平衡儀(圖 29)、氣相層析儀(圖 30)及液相層析儀(圖 31)串聯穩定同位素比值質譜儀分別各有 1 套，彷彿就是間穩定同位素比值質譜技術發展的紀念館。

圖 27、元素分析儀串聯穩定同位素比值質譜儀(Carlo Erba EA 1108)外觀。

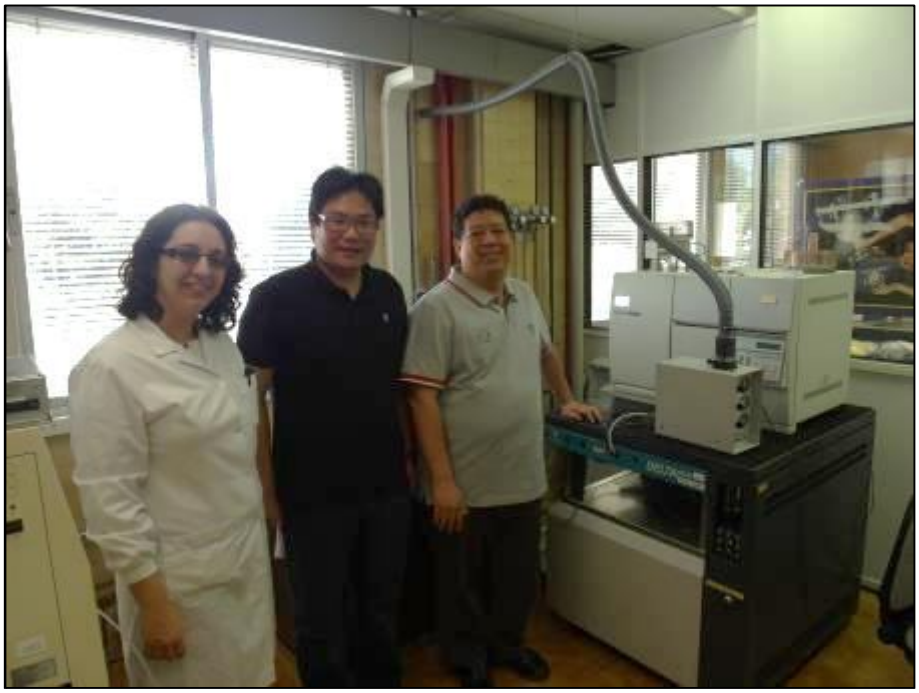

圖 28、元素分析儀串聯穩定同位素比值質譜儀(Carlo Erba NC 2500- Thermo Conflo III- Thermo Delta plus)外觀。

圖 29、氣水平衡儀串聯穩定同位素比值質譜儀(Thermo GasBench-Delta V plus)外觀。

圖 30、氣相層析儀-燃燒儀(Thermo Trace GC- CombustionIII)(右上)及元素分析儀-連續流(Thermo Flash 2000-Conflo IV) (左上)串聯穩定同位素比值質譜儀(Thermo Delta plus XP)(右下)外觀。

圖 31、液相層析儀串聯穩定同位素比值質譜儀(Thermo Surveyor-LC Isolink-Delta plus Advantage)外觀。

氣水平衡儀串聯穩定同位素比值質譜儀(GasBench-IRMS)主要是利用碳穩定同位素比值分析來進行氣泡水(sparkling water)摻偽之檢驗，檢測其中的二氧化碳是否來自天然來源抑或是人工灌充填入的，氣相層析儀串聯穩定同位素比值質譜儀(GC-IRMS)及液相層析儀串聯穩定同位素比值質譜儀(LC-IRMS)互相搭配可進行包括酒類、果汁、醋及蜂蜜等摻偽之檢驗，該等技術主要概念均是利用測定特定成分之穩定同位素比值，與其天然背景值比對是否符合，如有所偏差即可能為混摻有外來添加物而造成其穩定同位素比值發生變化。

由於我們對歐盟如何建置葡萄酒背景資料庫很有興趣，因此在穩定同位素部門參訪的第 2 天，Ana 女士也特別為我們簡介了相關資訊。以下將將針對此部分內容加以說明。

因應歐盟理事會(European Council)於 2008 年 4 月 29 日頒布之第 479/2008 規章【Council Regulation (EC) 479/2008】提出針對葡萄酒市場之規範，歐盟執委會(European Commission)於 2008 年 6 月 27 日即訂定第 555/2008 規章【Commission Regulation (EC) 555/2008】規範相關之執行細節，其中第 87 條內容即指出應建立葡萄酒產品之分析資料庫(Analytical databank)，並由歐盟聯合研究中心(JRC)管理，且該資料庫應包含葡萄酒產品中乙醇(ethanl)及水(water)同位素分析之數據，另根據第 479/2008 規章【Council Regulation (EC) 479/2008】第 31 條之規定，前述同位素分析之參考方法應依據國際葡萄與葡萄酒組織(International Organisation of Vine and Wine, OIV)所建議或發布之檢驗方法[7]。

為了建立該分析資料庫，第 555/2008 規章亦規範了特定 17 個成員國每年應收集之樣品數量（如西班牙每年應收集 200 個樣品），且各成員國應確保採取新鮮之葡萄樣品以進行分析，同時其製成葡萄酒之處理及加工程序均應符合規定，且採樣之葡萄莊園，其土壤型態(soli type)、種植位置(situation)、整枝與修剪系統(vine training system)、葡萄品種(variety)、葡萄樹齡(age)及栽培技術(cultural practice)等均應由明確之定義。各成員國在規畫採樣計畫時，應考慮葡萄莊園的地理位置，且每一年採樣之區塊(plot)應至少涵蓋前年採樣區塊之 25%。

根據 Ana 女士的說明，為建立葡萄酒產品資料庫，每年選定採樣之葡萄莊園，在其遞交樣品進行分析時其莊園負責人應填具 2 份問卷(附件 7)。

首先當莊園負責人採收新鮮葡萄後，應詳細記錄種植該葡萄之基本資料，以完成第 1 份問卷，該問卷主要包含：一般資訊(樣品編號、採樣者姓名、負責採

[7] http://www.oiv.int/en/technical-standards-and-documents/methods-analysis

樣之權責機關名稱及地址等)、葡萄樣品的一般描述(樣品來源、採收年份、葡萄品種、葡萄顏色等)、葡萄莊園說明(栽種者姓名、採樣區塊位址、土壤型態、栽種位置、栽種數量、葡萄樹齡、海拔高度及整枝與修剪方法等)等內容。

當葡萄採收後即進行小型測試規模之微釀造(microvinificaiton)，目的是為瞭解該採樣葡萄所製成葡萄酒之品質及特性，同時在其處理及加工過程中應詳加紀錄以完成第 2 份問卷，該問卷主要包含：微釀造過程之說明(釀造所使用之葡萄重量、榨汁方式、葡萄汁體積、葡萄汁特性、葡萄汁處理方式、葡萄酒發酵方式、決定發酵終止之方式、二氧化硫添加量及製成葡萄酒之檢驗等內容等)及葡萄酒釀製之期程紀錄表(chronological table) (葡萄採收日期、榨汁日期、發酵開始日期、發酵終止日期及裝瓶日期等)。

待前述工作都完成後，為建置葡萄酒資料庫所採集之樣品即會送至相應之官方實驗室執行檢驗，其中同位素檢驗即由農產食品仲裁實驗室負責執行，依據國際葡萄與葡萄酒組織所發布之檢驗方法，分別分析葡萄酒及葡萄汁中氧穩定同位素比值(^{18}O 及 ^{16}O)與葡萄酒中乙醇之穩定碳同位素(^{12}C 及 ^{13}C)比值(附件 6)。

當建置葡萄酒資料庫所需之所有檢驗均完成後，相關檢驗數據會彙整成一份報告並遞交給歐盟聯合研究中心(JRC)，遞交之報告內容應包含一般資訊(國家、樣品編號、年份、葡萄品種、葡萄酒類型、地區、負責檢驗之實驗室資訊等)與檢驗方法及結果(酒精度、固形物含量、還原醣、總酸度、總二氧化硫含量及同位素分析結果等) (附件 7)，歐盟聯合研究中收集並彙整來自各個成員國之報告，即算完成該年度之葡萄酒資料庫建置之工作。

介紹完葡萄酒資料庫相關建置方式後，Ana 女士就繼續帶領我們至實驗室中進行液相層析儀串聯穩定同位素比值質譜儀的介紹，由於該部門所使用的儀器與本署所購置的儀器一樣，因此針對儀器本身的操作、維護及故障排除方式等說明都非常符合我們的需求。

由於該部門之液相層析儀串聯穩定同位素比值質譜儀之前閒置一段時間，最近正需要重新開始運作，因此 Ana 女士剛好利用這個機會為我們實際示範包括：液相層析儀連接介面之管線系統介紹(圖 32)、維護(圖 33)及更換質譜儀中用於離子化分析物之電子撞擊離子源(electron impact, EI)中的加熱燈絲(filament。在液相層析儀連接介面中導入之反應酸液主要為磷酸溶液，由於導入管線之口徑很小且磷酸溶液為揮發性酸，很容易因為長時間擱置而造成磷酸鹽類結晶析出，造成管線流路阻塞，致使儀器壓力上升，且在管路中閥之位置也容易出現白白色磷酸鹽結晶析出，因此長時間擱置前，應使用去離子水將整個管線系統清洗乾淨，避免磷酸殘留於管線中造成日後重新開始使用時之管路阻塞，且日常使用也應隨時注意各管線連接處是否有白色結晶析出或漏液。

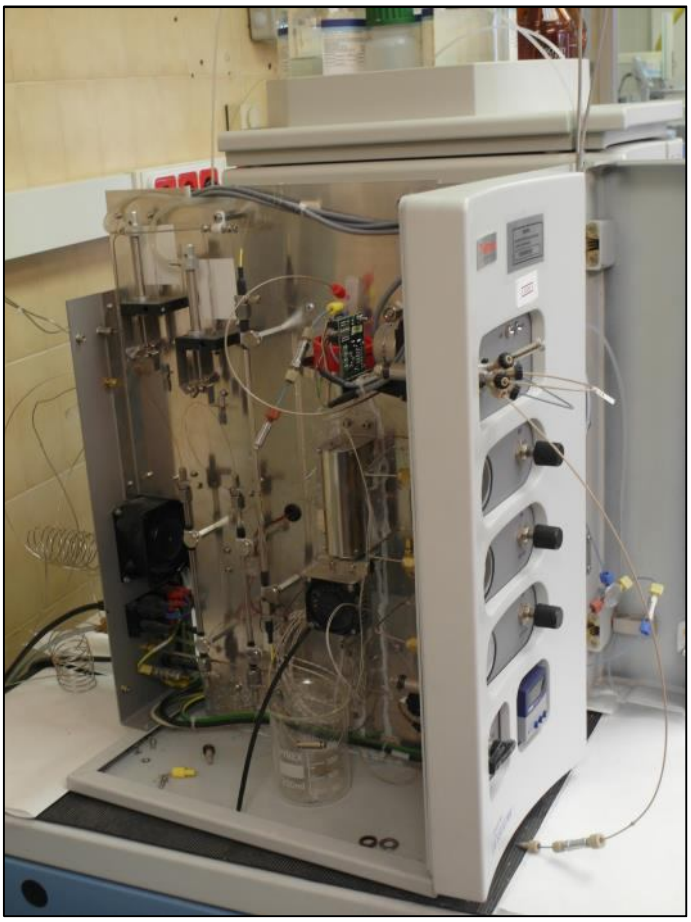

圖 32、液相層析儀連接介面(LC-Isolink)內部構造。

圖 33、維護液相層析儀連接介面(LC-Isolink)管線系統。

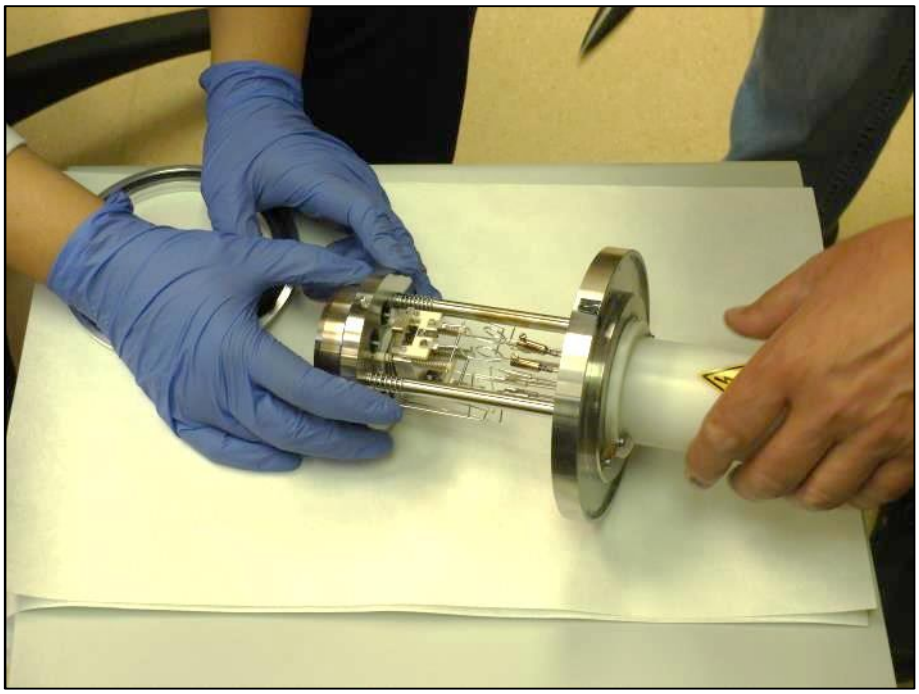

圖 34、更換電子撞擊離子源(EI)燈絲(filament)。

在更換離子源加熱燈絲前，應先將真空幫浦停止運轉，待高真空破除後，對稱卸下固定離子源模組之螺絲，並小心將離子源模組自機體中抽出，並置於乾淨之桌面(圖 34)，接下來就可以使用鑷子將燒斷之燈絲取下，將新的燈絲換上，接下來按照相反的順序，將離子源模組安裝回機體，並鎖上螺絲，並開啟真空幫浦開始抽真空，待真空度達到規定之範圍，即完成離子源加熱燈絲之更換。真空幫浦中馬達扇葉的作用就像噴射機的渦輪引擎，Ana 女士開玩笑地說，洩真空與抽真空時馬達的聲音變化就像飛機降落與起飛的過程。

在中間等待的空檔，Ana 女士也請該部門同仁為我們示範進行元素分析儀分析時樣品前處理的方式，樣品必須置於特殊之錫杯中，並將之封蓋，使用的錫杯類型與封蓋方式根據樣品的類型而有所差異。如果是固體或黏稠狀液體(如蜂蜜)，則使用較大之錫杯，首先將錫杯置於固定裝置上之小洞內，小心以試藥勺加入樣品，以封蓋棒向下擠壓，由於封蓋棒前端分裂為四瓣，藉由向下擠壓施力，可使錫杯之圓形開口擠壓並封蓋成十字形，外型類似四折的小籠包(圖 35)；如果是液態樣品，則必須使用較細長之錫杯，同樣先將將錫杯置於固定條上之小洞內，並以微量注射針注入液態樣品，將固定條移至封蓋裝置上，轉動板手而擠壓錫杯之兩側並封蓋成一字形(圖 36)。

在介紹的過程中，我們也利用機會詢問 Ana 女士有關目前署內進行蜂蜜之穩定同位素比值檢驗所遭遇之問題，亦即使用元素分析儀與液相層析儀所得數據進行是否摻假之判斷，兩者之間卻無法得到一致的結果，並將相關實驗數據及圖譜提供給她參考，Ana 女士在看完層析圖譜與數據，表示我們使用元素分析儀所得到的數據似乎沒什麼大問題，但她在液相層析的數據部分卻發現一些奇怪的地方。首先，我們使用液相層析所得到之葡萄糖($\Delta\delta^{13}C$ [glucose])與果糖($\Delta\delta^{13}C$ [fructose])穩定碳同位素比值很接近，這與該實驗室的結果一致，但是前述兩者之穩定碳同位素比值卻與使用元素分析儀所測得之蜂蜜穩定碳同位素比值($\Delta\delta^{13}C$ [honey])卻有超過 2‰以上的差距，理論上，由於蜂蜜中主要組成即為葡

萄糖與果糖，按照質量守恆的原則，蜂蜜之穩定碳同位素比值應該與其中葡萄糖與果糖之數值很接近，因此 Ana 女士擔心我們進行液相層析的條件可能造成了同位素分化的發生，因此三者之間的數值並不一致，且由於同位素的分化為隨機且不可預期的，因此很可能造成實驗數值的不穩定進而造成數據判讀的差異。因此建議我們要再確認一下層析的條件，務必確認使用 LC-IRMS 所得到葡萄糖與果糖之穩定碳同位素比值與使用 EA-IRMS 所得蜂蜜整體之穩定碳同位素比值能夠一致。同時，也建議我們對於儀器與氣體鋼瓶所處環境之溫度條件應盡量維持恆定，避免因溫度變化造成同位素比值發生變化，進而造成誤差發生。Ana 女士也特別拿給我們看她們在使用儀器時的操作紀錄表(附件 8)，內容記錄包括有：操作日期、液相層析條件(管柱類型、流速及系統背壓等)、液相層析連接介面背景訊號(CO_2 及其它背景訊號評估結果等)與其他註記，藉由每次操作的紀錄，可瞭解儀器狀態與效能是否發生異常，可提供故障排除的重要參考。

Ana 女士最後帶領我們參觀該部門協助建立葡萄酒分析資料庫所使用之蒸餾裝置(圖 37)，由於必須完全將葡萄酒中酒精蒸餾出來，因此蒸餾管上端連間冷凝管附近，設有溫度偵測器與自動切斷閥，當溫度過高即會自動中斷(圖 38)。蒸餾得到之酒精，除了進行同位素分析外，同時也必須進行核磁共振光譜分析(Nuclear Magnetic Resonance Spectrometry, NMR)以判斷葡萄酒中酒精是否是來自於天然發酵或是人工添加，該部門所使用之核磁共振儀機型為 Bruker 400 MHz (圖 39)，但因為參訪時間有限，因此並沒有多餘的時間夠詳加介紹，在最後，很榮幸能邀請 Ana 女士及其同仁與我們一起合影(圖 40)，也很感謝她這 2 天完整且詳細的說明。

圖 35、盛裝固態樣品之錫杯封蓋裝置外觀，將錫杯置於固定裝置，加入樣品，以封蓋棒向下擠壓，即完成封蓋。

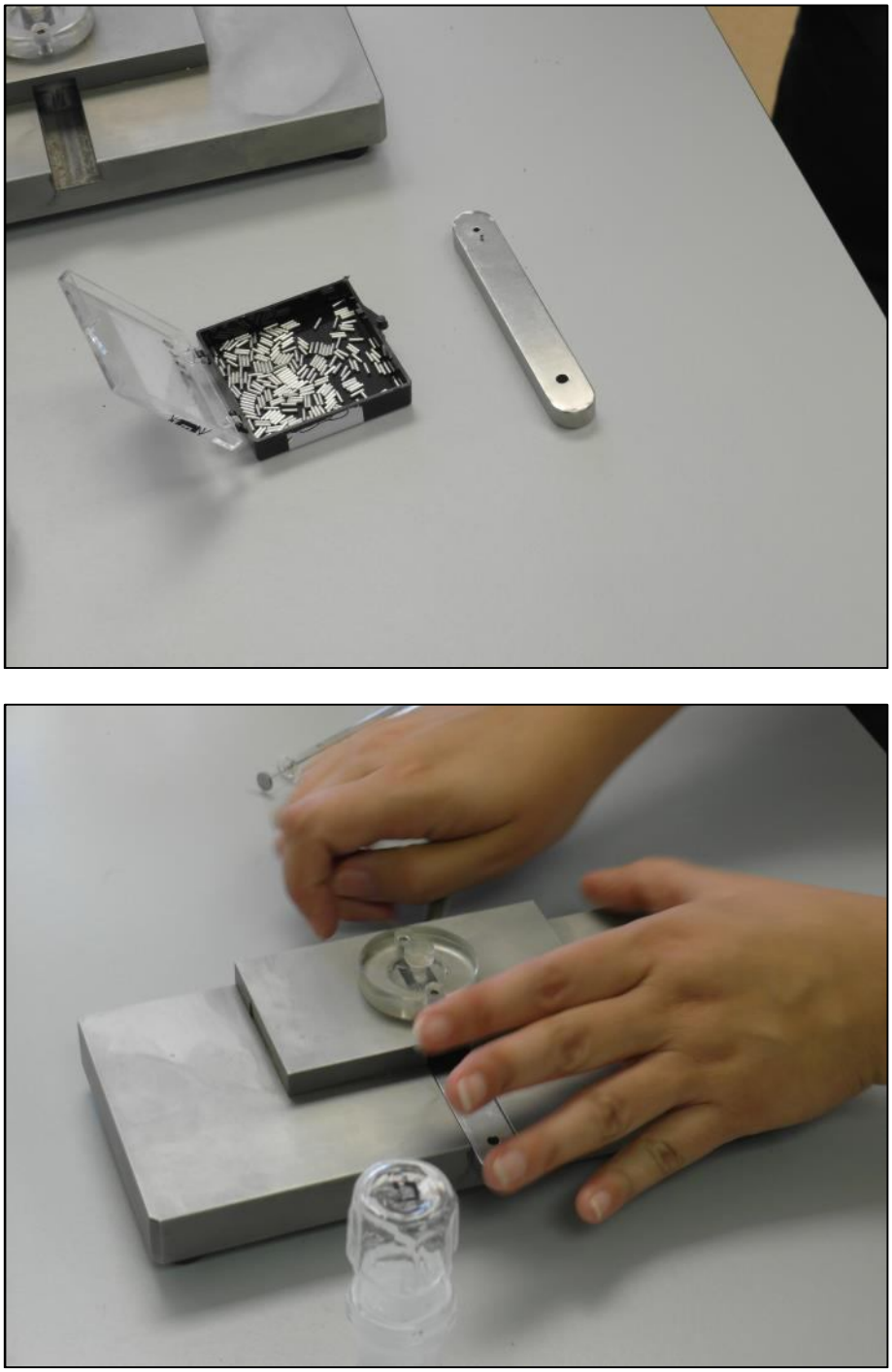

圖 36、盛裝液態樣品之錫杯封蓋裝置外觀，將錫杯置於固定條(上)，並以微量注射針注入液態樣品，將固定條至於封蓋裝置(下)，轉動板手及自動完成封蓋。

圖 37、酒精蒸餾裝置外觀(右)及蒸餾溫度監控電腦(左)。

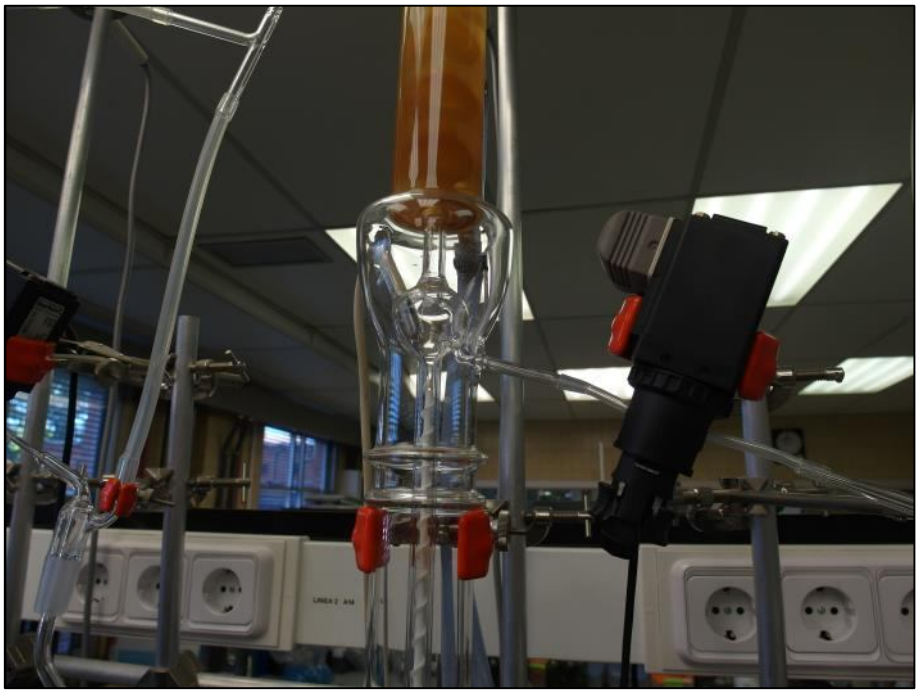

圖 38、蒸餾裝置之溫度偵測器與自動切斷閥。

圖 39、核磁共振光譜儀(NMR)外觀。

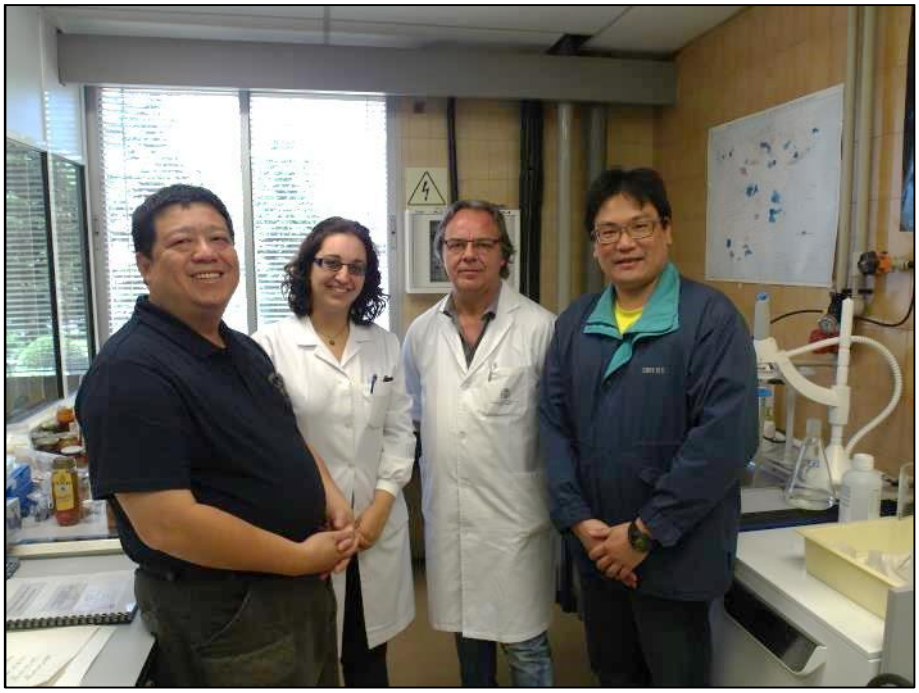

圖 40、與 Ana Isabel Cabañero Ortiz 女士(左二)及其同仁合影。

（五）、油脂部門

在油脂部門的參訪，主要是由 Juan Ramón Izquierdo 先生及 M.ª Irene González Briones 女士帶領我們參觀並分別向我們介紹該部門針對橄欖油所進行的化學分析及感官品評(Sensory test)，該部門所使用之檢驗方法係依據國際橄欖油協會(International Olive council, IOC)所發布之檢驗方法[8]，包括常見的脂肪酸組成、紫外光吸收(共軛雙烯: UV_{232}; 共軛三烯: UV_{270})、游離酸 (free acid)、過氧化價(peroxide value)、蠟質(wax)、直鏈醇(aliphatic alcohols)、三酸甘油酯(triacylglycerol)、固醇類(sterols)等，油脂分析主要使用之氣相層析儀，其層析管柱多為毛細管管柱，在拆裝的過程中，都必須將管柱前端切除，因此不適合頻繁更換，大部分氣相層析儀機台都有其固定分析之目標物，為此，該部門擁有非常多的氣相層析儀(圖 41)，包含各種不同的進樣方式，以因應大部分之檢驗工作。

此外 Juan 先生也為我們介紹油脂氧化安定性分析儀(oil stability index, OSI)(圖 42)，該油脂主要將空氣通通入油脂中，加速油脂自氧化反應，所產生之揮發性極性成分如酸、醇、醛及酮等小分子，再利用電極紀錄其電導度隨時間之變化，由於油脂自氧化為一連鎖反應，一旦氧化反應起始，後續反應速率會急速上升，氧化誘導期(induction period)即為氧化速率變化最大的時間點，相當於電導度變化最劇烈之時間點，可藉由計算電導度變化曲線之二次微分最大值而求得該油品之氧化誘導期，當該數值越大，代表油品氧化安定性較高；反之，該數值越低，代表油品氧化安定性差，亦即在相同的條件下，很快就發生劇烈之油質自氧化。

最後由 M.ª Irene González Briones 女士為我們說明橄欖油感官品評進行之方式，首先 Irene 女士帶領我們進入感官品評室(圖 43)，該品評室之設置有其標準規定[9](COI/T.20/DOC. 6/REV.1 - 2007 GUIDE FOR THE INSTALLATION OF A

[8] http://www.internationaloliveoil.org/estaticos/view/224-testing-methods

[9] http://www.internationaloliveoil.org/documents/viewfile/3673-orga3

TEST ROOM)，因為進行感官品評時，必須有 8 位合格之品評師分別進行品評，得到之成績經統計後再進行結果判定，為了維持品評之可觀性，品評室內部設置有 8 個座位區間，每個座位區間的左右兩側均以隔板隔開，前方則設有一可掀式拉門，作為傳遞樣品或資料之用，避免干擾的發生。

感官品評進行的方式係依循國際橄欖油協會所公布之方法(附件 9)[10]，其中針對品評進行的許多細節都有詳盡的規定，例如應使用規定之窄頸深色玻璃杯[11](COI/T.20/DOC. 5/REV.1 - 2007 GLASS FOR OIL TASTING)盛裝待測樣品，玻璃杯上方覆有一錶玻璃，置於加熱板上加熱，整個測試過程應維持樣品之溫度在 28±2℃，若溫度太低，某些橄欖油特有之芳香環化合物不易揮發；若溫度太高，則會產生加熱油脂特有之揮發性成分，均會影響品評之結果。進行感官品評的時間也建議在上午 10 時至 12 時，在這段時間由於飲食已經消化一段時間，嗅覺與味覺的靈敏度增加，一天中進行品評的最適時間，在這之後嗅覺與味覺的靈敏度就會逐漸降低，而不適合進行品評。

Irene 女士也親自示範品評進行之方式(圖 44)，首先將維持於 28±2℃盛裝有樣品並覆有錶玻璃之玻璃杯，以兩指分別壓住錶玻璃及玻璃杯下緣，輕輕晃動後，打開錶玻璃，將鼻子接近於玻璃杯上方，感受該樣品之氣味，另一面，則直接喝下一些橄欖油，感受該樣品之味道，並做出評分。評分時橄欖油負面的感官指標包含：沉積淤泥的味道(fusty/ muddy sediment)、霉味(musty/humid earthy)、酒醋味(wind/ vinegary)、酸味(acid/sour)、油耗味(rancid)及凍傷橄欖的味道(frostbitten olives)等；在正面的感官指標包含：果味(fruity)、苦味(bitter)及澀味(pungent)等，每一項指標分別有 1-10 分的級距。

Irene 女士示範解說完後，也邀請我們實際進行品評體驗(圖 45)，分別準備了 3 個樣品給我們測試，首先第 1 個樣品，我們聞過之後，可以明顯感覺到不好

[10] http://www.internationaloliveoil.org/documents/viewfile/3685-orga6

[11] http://www.internationaloliveoil.org/documents/viewfile/3669-orga2

的油耗味，Irene 女士點頭同意並表示，這個油品的品質已經發生劣變了，同時也告訴我們不要喝下去；接下來第 2 個樣品，聞完之後覺得該油品之氣味很類似當天在飯店早餐所使用的橄欖油，也與一般在臺灣市面上常見橄欖油之氣味很接近，因為覺得氣味與印象中的橄欖油很類似，覺得這應該是不錯的橄欖油，誰知道 Irene 女士與 Juan 先生聽完我們的答案，兩個人都笑而不答，原來這是品質很差的橄欖粕油，在西班牙一般都不會使用這類橄欖油，當然 Irene 女士也不建議我們喝這個油品；最後一個樣品，聞完之後，可以感受到有很明顯的番茄味，Irene 女士很滿意地點頭同意，表示這個油品就是特級初榨橄欖油(extra virgin olive oil)，品質好的初榨橄欖油就應該有濃郁的果味並帶有些許青草味，這個油品 Irene 女士就建議我們嘗看看，喝下一點就可感覺到帶有點苦味與使舌頭感覺辣辣、刺刺的澀味，這都是品質好的橄欖油應該具有的特質。藉由這次的品評，我們終於知道真正高品質的特級初榨橄欖油所應該具有的風味，原來我們在台灣市面上常買到的平價橄欖油其實品質都不是很好。最後，我們也很開心地與 Irene 女士、Juan 先生與後來進來的 Jorge 先生一起合影紀念，很感謝她們的說明，真地讓我們增長了對橄欖油的見識。

圖 41、馬德里農產食品仲裁實驗室油脂部門實驗室一隅。

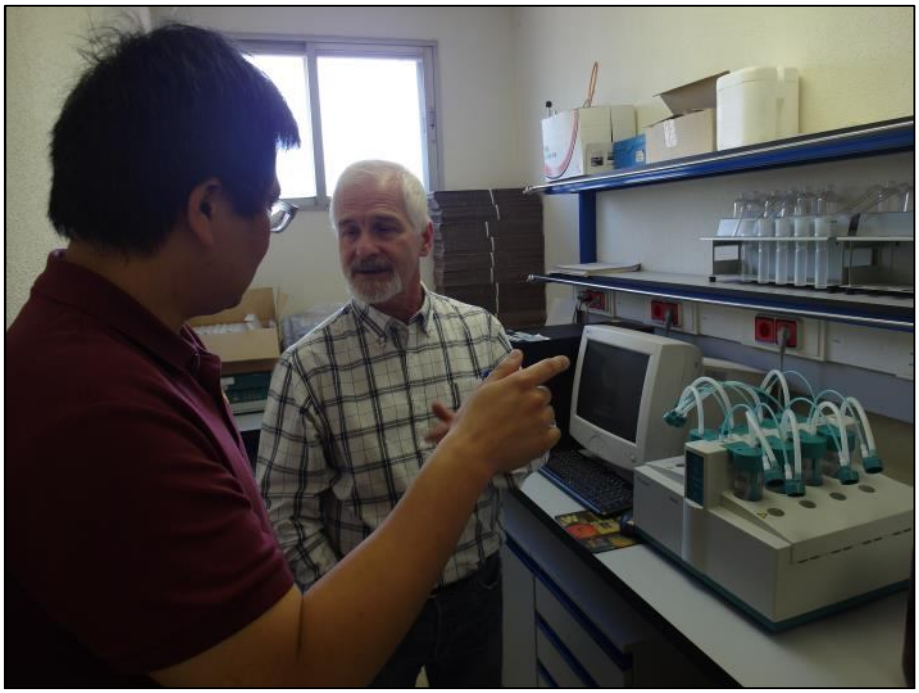

圖 42、馬德里農產食品仲裁實驗室油脂部門實驗室一隅。

圖 43、感官品評室一隅。

圖 44、M.ª Irene González Briones 女士解說感官品評進行方式。

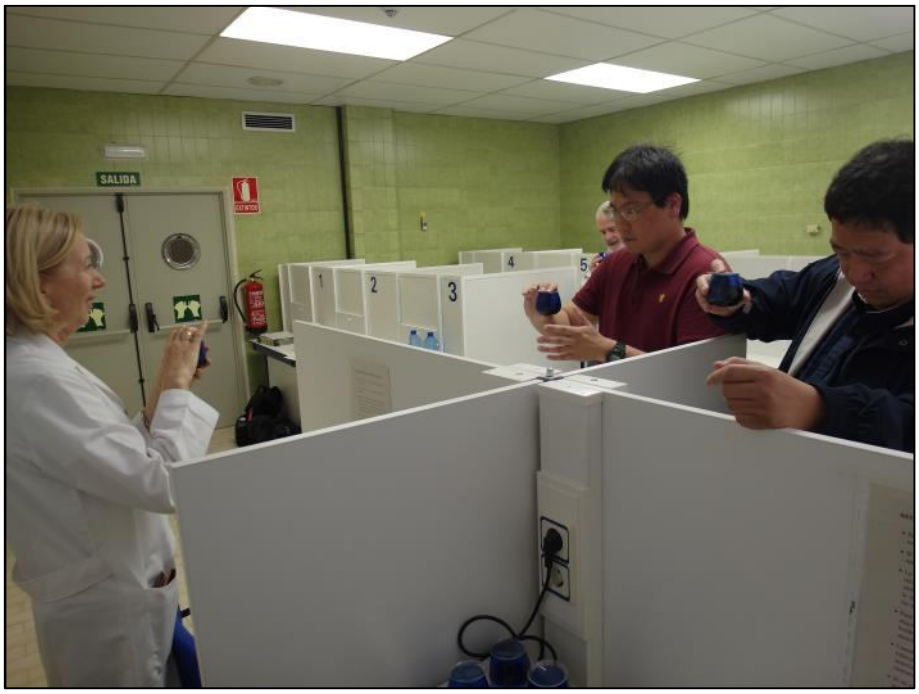

圖 45、M.ª Irene González Briones 女士帶領同仁進行感官品評。

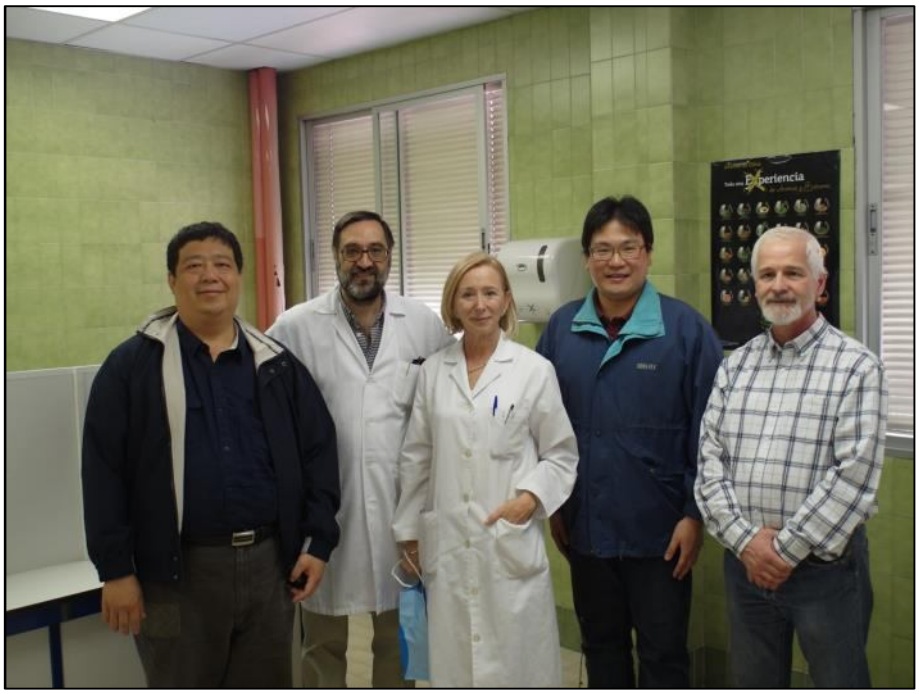

圖 46、與 Juan Ramón Izquierdo 先生(右一)、M.ª Irene González Briones 女士(中)與 Jorge Muñoz Palencia 先生(左二)合影。

參、心得

本次很榮幸奉派赴西班牙馬德里進行為期 9 天的「歐洲官方實驗室檢驗分析技術研習」，此次研習內容豐富、充實且多元，舉凡歐盟官方管制、實驗室網絡系統及檢驗方法確效程序介紹等，另外也實際參訪了農產食品仲裁實驗室中各部門的實驗環境並瞭解相關之檢驗工作及所使用之檢驗方法等。

在歐盟的參考實驗室網路系統中，設有三個層級的實驗室，分別為歐盟參考實驗室、國家參考實驗室與官方實驗室，各層級的實驗室分別肩負不同的任務目標與職責，上層實驗室扮演了協助與監督的腳色，提供下層實驗室技術支援並定期辦理能力考核，確保實驗室能力能符合規定之標準，同時肩負了新興檢驗方法的開發，尤其在面對緊急之突發事件，能夠集中能量很有效率地發展檢驗方法。下層之官方實驗室主要進行例行性的檢驗，針對現有之檢驗方法取得認證並據以執行檢驗，以確保實驗結果的品質。如此上下協調，有效分配研究資源及檢驗量能，各層級實驗室人員對於本身所擔負的責任與工作都有清楚的定位，不管是在創新導向的檢驗方法開發或是經驗導向的例行性檢驗，都能專心且持續地推展，對於人才技術的養成與人力資源的分配都能達到事半功倍的效果，這或許也是值得我們參考的方向。

在實地參訪實驗室後，可以發現西班牙農產食品仲裁實驗室中各部門分工明確，且都各自擁有專屬的實驗空間與實驗設備。在實驗室環境方面，實驗空間相當寬廣，且實驗檯面都維持地非常乾淨，不會堆積有許多雜物或是用完的實驗器材，實驗走道也都保持整潔與暢通(圖 47)。此外由於在歐盟參考實驗室網絡的系統下，各級實驗室都必須通過 EN ISO/IEC 17025 的認證，因此實驗室對於文件管理與分類都執行地很確實，臨時要找相關的檢驗方法、確效報告或是實驗數據都能很迅速地找到。在西班牙農產食品仲裁實驗室雖然在經費上還算充裕，但在人力資源上同樣面臨人力短缺與人才斷層的壓力，在各部門看到執行檢驗的工作人員年齡普遍偏高，工作人員由於長期致力於某一領域之檢驗或研究，因此在

該領域具有非常豐富的經驗與能力，然而因為歷經一段時間人力資源的凍結，造成沒有新進的同仁能夠接棒，這些具有豐富經驗的工作人員無法有效地將其經驗與技能向下傳承，但是近來西班牙政府也開始意識到相關問題的嚴重性，因此陸續有新進人員加入，讓這些寶貴的技術與無價的經驗能傳承下去。

本次參訪最個重要的目標就是想要學習穩定同位素分析的相關技術，在實際於該實驗室同位素部門的參訪，不僅認識了具有經驗豐富的 Ana 女士，也瞭解針對蜂蜜摻偽之同位素分析方法，藉由互相的討論，針對目前執行檢驗所遇到的問題，Ana 女士也提供我們一些建議與解決方式，面對使用 EA-IRMS 分析蜂蜜與 LC-IRMS 分析相同樣品中葡萄糖與果糖，所得到之穩定碳同位素比值無法一致，除了提供她們所使用的液相層析條件與液相層析連接介面等條件供作參考，另也提供 5 件過去 Ana 女士曾經分析過的樣品及其分析結果，我們可以據此重複她們的實驗，以相同的樣品及相同的條件進行分析，確認是否能得到一致的結果，如果結果能夠一致，即可確認儀器狀態正常，才建議繼續往下進行實際蜂蜜樣品的分析，否則可以會造成數值的誤判或是不穩定等。

本次的參訪，除瞭解到很多歐盟在檢驗方面的一些制度與規定等，也透過互相交流，也知道歐盟相關參考檢驗方法的取得管道，可作為未來檢驗方法開發或查詢的參考，最重要的是，認識了許多在各自分析領域經驗豐富的朋友，承接過去長官與同仁的接線，也持續建立並維持雙方的交流，也提供未來合作或尋求協助的管道。

最後要感謝駐西班牙代表處經濟組的劉秘書若斐於參訪前費心協助聯繫西班牙農產食品仲裁實驗室並安排規劃參訪行程，抵達西班牙當天，也很感謝劉秘書若斐親自到機場接機並載送我們前往下榻的飯店，並協助辦理入房手續等，提供許多協助，另外也很感謝曾組長振德與劉秘書若斐邀請我們與西班牙農產食品仲裁實驗室同仁共進午餐，也藉餐宴機會與與會的 Ana 女士與 Luis 先生互相聊天，彼此瞭解雙方的生活文化與飲食習慣等，增進彼此的認識。參訪的最後一天，

我們也很榮幸能受駐西班牙代表處柯大使森耀邀請共進晚餐，在餐宴上，柯大使也很親切地為我們介紹許多西班牙特有的餐點，讓我們也體驗到正統的西班牙料理，柯大使森耀在知悉我們想邀請 Ana 女士做為明年國際研討會的講者，但一直沒有獲得 Ana 女士的首肯，也協助我們再次地熱情邀約一同用餐的 Ana 女士，也替我們表達對其在同位素分析領域成就的肯定，並熱切地期盼 Ana 女士明年能來臺灣參加國際研討會，分享其經驗與研究成果。雖然 Ana 女士一直沒能正面答覆，但我們也很感謝柯大使森耀與曾組長振德熱心地協助。

圖 48、實驗室走道一隅。

肆、建議

本次赴西班牙馬德里進行「歐洲官方實驗室檢驗分析技術研習」，除學習到歐盟官方管制、實驗室網絡系統及檢驗方法確效程序等資訊，亦實際參訪了農產食品仲裁實驗室中各部門的實驗環境並瞭解相關之檢驗工作及所使用之檢驗方法等，以下為參與研習後提出之建議：

一、持續鼓勵同仁積極參與赴歐研習：

在歐盟參考實驗室網絡的系統下，設有許多歐盟國家參考實驗室，該些參考實驗室在其分析領域上皆扮演領頭羊的角色，本身對於檢驗方法的開發與制定都有很嚴謹的確認程序及完整的實驗室比對評估，藉此瞭解所開發檢驗方法實際應用上所可能遭遇的問題，因此所制定出之檢驗方法才能應用於整個歐盟體系，因此未來如能有機會赴歐洲相關的歐盟參考實驗室或成員國之國家參考實驗室參訪，相信對於檢驗方法的開發都能有很大的收穫。

二、持續維持台西雙方之良好溝通管道：

此次在西班牙農產食品仲裁實驗室的參訪，真是獲益良多，除對於歐盟在檢驗方面之法規標準或制度等有初步的認識外，也認識了許多具有豐富檢驗經驗的朋友，這些寶貴的知識也提供未來在從事相關研究工作或突發事件的因應等奠定了良好的根基。也藉由本次的參訪提供未來雙方資訊交流的平台。

三、持續尋求穩定同位素分析之交流機會：

在摻偽檢驗及產源鑑別等分析領域對於穩定同位素分析的需求與日俱增，在這領域，國內尚屬起步階度，對於相關檢驗技術之操作仍需經驗的累積，但相對而言，在歐盟應用此技術已相當純熟，如農產食品仲裁實驗室應用穩定同位素在葡萄酒及蜂蜜之檢測具豐富經驗，如能借重其經驗，就可降低摸索過程中碰壁的機會，未來如有機會，建議可多與具穩定同位素分析經驗之實驗室交流，藉由吸收其研究經驗，以期有效提升本署應用穩定同位素比值檢測之技術水平。