

出國報告（出國類別：其他）

赴美國參加第 131 屆公定分析化學家協會 (AOAC)年會暨研討會

服務機關：衛生福利部食品藥物管理署

姓名職稱：方銘志技正、洪于淨技士

派赴國家：美國

出國期間：106 年 9 月 22 日至 106 年 9 月 30 日

報告日期：106 年 12 月 8 日

摘要

國際公定分析化學家協會(AOAC international)為一非營利之科學性質組織，主要任務為制定標準化之化學或微生物分析方法，由美國FDA所主導。該協會每年舉辦之年會暨研討會為分析相關領域之盛會，參與者來自世界各國之產、官、學界。今年第 131 屆 AOAC 年會在美國喬治亞州亞特蘭大舉行，會場位於 Marriott Atlanta Marquis 飯店之會議中心，今年約有 900 位分析化學家及微生物學家參與盛會，大家就農業、食品、藥物及環境科學等領域分享研究成果與經驗交流。本次年會共計有 28 個科學專題、1 百多場專題演講、12 個主題壁報論文主題、228 篇壁報及 67 間分析儀器廠商展示等，藉由瞭解國際間檢驗技術之趨勢與發展，並建立與此領域國際專家之交流管道，保持本署檢驗技術與國際接軌。本次年會專題演講的主題豐富多元，內容包括食品攙偽、食品安全、動物用藥、化學污染物、化妝品及色素、重金屬、參考物質、食物過敏原、實驗室管理、膳食補充品、天然毒素及碳水化合物等，可增加檢驗方面知識的深度及廣度。本次方技正及洪技士也各別受邀在會中之「Worldwide Perspectives on Contaminants Testing in Food and Environmental Samples Using Advanced Analytical Techniques」與「New Blood 2017-Developing Methods for the Detection of Chemical Residues, Contaminants and Important Analytes」專題中進行口頭論文發表，題目為「Simultaneous Screening of Dyes, Sweeteners and Preservatives in Foods by Orbitrap Spectrometry」及「A Novel Target to Identify Edible Animal Fats Adulterated with Cooked Oil」，會後反應熱烈，與國際專家有後續討論交流，藉此提高臺灣能見度，並展現臺灣在檢驗分析領域之水準。方員於 AOAC 臺灣分部晚會進行專題演講，題目為「Fipronil Egg Scandal in Taiwan」，會中與與會專家熱烈討論各國芬普尼雞蛋事件之處理情形，並與其他在美華人留下聯絡資料，增加未來與國外專家及研究單位交流之機會。

目次

摘要.....	2
目的.....	4
過程.....	5
心得與建議.....	24
照片.....	25

目的

食品中農藥及動物用藥殘留、藥物及摻偽及產地鑑別等問題為各國所關注的議題，藉由參與研討會可了解近期國際食品相關檢驗技術的發展，參考他國分析方法及收集相關研究資訊，其成果可應用於本署研究檢驗業務將有助於未來研究計畫及相關檢驗業務之辦理。參與研討會與國際先進國家之專家學者一同分享及討論最新發展，實為有效之方式。公定分析化學家協會(AOAC)成立於 1884 年，是國際間公認、獨立及非營利協會，以實現“全世界對分析結果的信心”為願景，透過利害關係人的共識和工作團隊的努力，建立了一致性的標準和符合目的的方法。AOAC 年會是檢驗分析領域之年度盛事，其研究領域與本署業務有高度相關性，故為本署常派員參加之國際會議活動之一。有鑒於國際間食品及藥品安全事件層出不窮，分析技術日新月異，加上各類儀器設備不斷推陳出新，AOAC 年會成為極佳的交流舞台，各國專家與儀器公司專業人員齊聚，彼此切磋交流，為更理想的藥品及食品檢驗方法而努力。此行主要目的為汲取新知、拓展人脈，發表口頭論文 2 篇，藉此增加臺灣能見度並展現臺灣實力。另於 AOAC Taiwan Section 舉辦「Taiwan Section Business Meeting」發表專題演講，此為臺灣戮力多年經營之成果，並參加「Joint Asian Section Business Meeting」，與亞洲他國會員例如：日本、泰國、中國等交流互動，促進亞洲國家間彼此合作的機會。

過程

與會同仁於 9 月 22 日自臺北啟程，9 月 23 日抵達美國喬治亞州亞特蘭大，參加 9 月 24 日至 9 月 27 日的第 131 屆 AOAC 年會，來自全球各地的會員、利害關係人及產業界領導者齊聚一堂，場面相當熱鬧。開幕式由現任 AOAC 理事長 Ronald Johnson 致詞，感謝工作團隊和國際外聯組織為協會的成長所做的努力，並表揚多位得獎人。今年的 keynote speech 是由任職於美國可口可樂公司科學與法制部門副總裁 Wamwari Waichungo 演講，Dr. Waichungo 藉由她在非洲及可口可樂公司的經驗，談論可口可樂公司如何確保在每日提供 19 億個產品的情況下，顧及產品的品質及安全。由於在世界各地區的技術水準及資源不同，許多食品及飲品廠商在管理全球供應鏈，及產品資訊的快速及透明化上面臨許多的挑戰。而 AOAC 會員則可藉由 AOAC 提供之方法建立、方法資訊平台擺脫這些挑戰，以確保獲得安全且有品質的產品。

在接連幾天的年會中，同仁在 Scientific Session 聆聽多場專題演講、瀏覽連續三天不同主題的壁報論文、參觀今年最新分析儀器設備、舉辦「Taiwan Section Business Meeting」與參加「Joint Asian Section Business Meeting」，行程忙碌但成果豐碩。茲將專題演講、壁報論文及臺灣分會會議的重點分述於後。

一、專題演講：

今年 AOAC 專題演講之主題包括食品攙偽、食品安全、動物用藥、化學污染物、化妝品及色素、重金屬、參考物質、食物過敏原、實驗室管理、膳食補充品、天然毒素及碳水化合物等檢驗技術，共有 28 個專題，每一個專題又各有 4-6 場演講，整體內容相當多元化，也均與本署檢驗業務息息相關。茲將各專題主題分類彙整如下，藉此有助瞭解現今檢驗安全分析領域較熱門的主題。

1. Wiley Award Symposium: Advances in Food Analysis.
2. Cannabis—What is in the Plant and How to Overcome Challenges in Analysis
3. Harmonization – One Big “Happy” Method Certification Family?
4. Challenges in the Shift to Color Additives from Natural Sources: Regulation and Chemistry

5. Novel Analytical Approaches to Manufacturing QC in the Dietary Supplement and Food Industries
6. CRMs and RMs—What is the Difference and What Does My Lab Need?
7. New Blood 2017—Developing Methods for the Detection of Chemical Residues, Contaminants and Important Analytes
8. Characterization of Botanical Extracts Using Multiple Technologies
9. Challenges in Food Allergen Management—Effective Tools and Practical Considerations
10. Hot Topic Roundtable: The Darker Side of Food Allergens—Vulnerability Assessment and Prevention of Product Adulteration with Food Allergens
11. Developing and Validating Multi-Residue/Multi-Class Screening Methods for Analysis of Chemical Contaminants in Food Using GC- and LC-Chromatography and High Resolution Mass Spectrometry
12. Workshop: “Seed to Shelf”— What is the Sweet Spot between Manufacturers/Testing Labs/Supply Chain for Dietary Supplements and Foods?
13. Hot Topics in Metal Analysis
14. Protein Nutrition and Quality Assessment: A Global Perspective
15. Guarding against Food Fraud—EU and US Infrastructure and Systems, and How Non-Targeted Methods Can Help Bolster Both
16. Applications of Metagenomics for Food Safety
17. Worldwide Perspectives on Contaminants Testing in Food and Environmental Samples Using Advanced Analytical Techniques
18. Committee on Statistics Symposium: The Future Directions of Statistical Data Analysis at AOAC INTERNATIONAL
19. TDLM/TDRM Symposium: Impact of FSMA on Your Laboratory
20. What's New in Carbohydrates? Functional Carbohydrate Ingredients and

Dietary Fiber Regulation

21. Oral Posters from Dietary Supplements and Botanicals
22. New Mycotoxin Challenges Occurrence and Detection
23. The Foodomics Pocketknife – Select your Fit for Purpose Tool
24. TDLM Workshop: Updates on the Food Safety Modernization Act and ISO/IEC 17025 Accreditation
25. Advances in Regulatory Science for Mycotoxins in Agricultural and Food Safety
26. AOAC INTERNATIONAL Stakeholder Panels Update – ISPAM, SPADA, SPDS, SPIFAN, and SPSFAM

本次年會專題演講主題與本署業務高度相關，主題繁多，於同一時段有三場演講同時進行，同仁僅能參加其中數場，茲將聽到的一些重點整理如下。

(一) 以高解析度質譜儀篩檢食品中之化學污染物方法之開發及確效

近年國際間研究趨勢常見使用液相層析高解析度四極柱串聯軌道阱質譜儀(LC/Q Orbitrap MS)，搭配全掃描數據依賴性採集模式(full scan-data dependent MS/MS acquisition, FS-ddMS²)進行資料庫建立，以及使用全掃描數據非依賴性採集(full scan-data independent acquisition, FS-DIA)等條件進行檢驗，其得到之數據包含精確分子量、同位素波峰相對離子強度、二次質譜圖及滯留時間，透過資料庫比對，可應用於藥物殘留及污染物等化合物之快速篩檢，且資料庫具有擴充性良好及定性能力佳之特性，可解決目前低解析度之LC/MS/MS只能檢測特定化合物，且當品項繁多時需耗費龐大人力進行數據分析之問題。以下整理三個實驗室在此方法模式開發、確效及應用上之分享。

(1) 利用高解析度質譜儀開發 450 項農藥標的篩選及定量分析方法

加拿大食品檢驗局(CFIA)的 Wang Jian 利用 UHPLC/ESI Q-Orbitrap 開發蔬果中 450 項農藥之目標篩選及定量方法，前處理萃取方式為 QuEChERS。標準品先以 Full MS/dd-MS² 模式得到產物離子之圖譜及滯留時間，用以建立資料庫，再使用 Full MS 模式收集基質匹配檢量線之數據。Full MS/DIA 模式則用來收集樣品中標的篩選之數據。此方法在

定量方面，水果基質中有 95% 農藥、蔬菜中有 91% 農藥之回收率落在 81% 至 110%；水果及蔬菜基質中有 99% 的農藥之中間精密度小於 20%；水果基質中有 98% 農藥、蔬菜中有 96% 農藥之量測不確定度小於等於 50%。標的篩選之確校試驗結果，顯示在蔬菜和水果基質中，添加濃度 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 農藥，最少可篩選出 94% 之農藥；添加濃度 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 農藥，則最少可篩選出 99% 之農藥。因此藉由 UHPLC/ESI Q-Orbitrap Full MS 模式、Full MS/DIA 模式之標的篩選方式，可有效應用於例行性之 ppb 等級的農藥殘留監測。

(2) 利用液相層析高解析度質譜儀開發水產品之動物用藥殘留篩檢方法

美國 FDA 的 Sherri Turnipseed 實驗室利用 LC Q-Orbitrap 開發魚、蝦及鰻魚中動物用藥之篩檢方法，此方法使用含有精確分子量及滯留時間之資料庫，可監測超過 300 種動物用藥。她們針對其中 70 種常檢出之動物用藥進行萃取條件、HRMS 儀器參數之條件優化及確效，前處理流程經過酸化乙腈萃取及 SPE 淨化，並使用非標的物及標的物之模式收集數據。此方法因篩檢品項數較多，將會再評估更多之化合物品項及基質種類，以減少偽陰性及偽陽性的機率。此方法目前應用於篩檢合格之樣品使否含有其他動物用藥之殘留，已發現有檢測出其他非常規檢驗之動物用藥的情形，如鰻魚中驗出 amino-mebensazole，該化合物也因此加入傳統 LC-MS 之定量方法中。

(3) 利用液相層析高解析度質譜儀及資料庫篩檢食品中之化學殘留物及污染物

美國 FDA 的 Jon Wang 利用液相層析高解析度質譜儀建立食品中之化學殘留物或污染物之篩檢方法。前處理使用 QuEChERS 及稀釋上機的方式，使用 LC-Q-Orbitrap MS 搭配 ESI+ 模式，以 full scan 及 data-dependent MS/MS 收集數據建立資料庫，資料包含超過 1000 項農藥、250 項動物用藥及 50 項天然毒素。此方法經過不同濃度先前以低解析度質譜儀 LC-MS/MS 方法找到之目標物前驅離子及產物離子，可以此高解析度質譜所建之資料庫支持其化合物之離子片段之正確性。此方法可做為篩檢各類食品中化學殘留物及污染物之工具。

(二) 食品中應用天然來源之著色劑挑戰

人工合成著色劑只要依照使用範圍及限量標準，就可以安全地使用

於食品中，過去食品工業添加人工著色劑於食品及飲料中有很長的歷史，然而現今的社會，人們普遍偏好天然的著色劑、天然的食品原料及天然的食品添加物，這種觀念上的改變，事實上是因消費者接受太多人工合成添加物的負面新聞，消費者普遍認為人工合成之添加物比較不安全，而認為天然來源的原料比較安全，因此許多國家如美國、歐洲及其他國家，消費者大多會刻意選擇較天然或是有標示天然的產品。

隨著「天然」的意識抬頭，食品暴露於天然來源的著色劑也因此暴增，而對於天然來源著色劑的安全性需求，可以預期是會增加的。一般來說，一種天然著色劑的安全評估是透過對它的原料來源、加工方式及殘留物做綜合評估，而法規制定者應該以嚴緊的態度，針對天然著色劑制定與安全相關的參數，來達到保護消費者的目的。

紅色色素是所有色素中最被廣泛被使用的，天然的紅色色素主要有胭脂紅、花青素及甜菜根色素。胭脂紅在過去是由西班牙人從仙人掌上的蟲子萃取而來，現代多半是化學合成，這種化學合成的天然色素事實上是違反我國天然食用色素衛生標準，因此非屬天然，而花青素又有會隨著 pH 值變色的缺點，因此甜菜根色素為一良好天然紅色來源，但仍有不耐熱的缺點。

以花青素為例，花青素是植物裡表現各種色彩的主要色素，顏色從橘到藍，還包括紅色、紫色及黑色，花青素可以和植物中類黃酮類組成衍伸物，造就各種不同的色彩，而應用花青素於食品中，除了須考慮它們的化學結構外，穩定性是一個大挑戰，一些成功的應用包括使用花青素降解物和一些副色素形成反應(copigmentation)，這些天然花青素及其衍生物之商業生產、加工及使用，均是現代食品加工及化粧品製造業著重的主要研究之一。

即使是天然色素，天然色素仍需要和人工色素一樣訂定安全需求標準，一般需要建立完整的毒性資料來證明食用天然色素對人體無不良影響，天然來源的色素添加物事實上除了需要主成分的安全數據外，還需要額外的不純物安全數據，舉例來說，天然的胭脂紅天然色素是屬於可食用的天然色素，但是它的原料胭脂蟲卻是不可食用的，所以除了需要評估胭脂紅的毒性資料外，對於胭脂紅色素內的其他不純物的毒性資料也需要一併評估。又如甜菜根色素，雖然甜菜根可以食用，但是因為萃

取甜菜根色素時所使用的加工方法或是加工助劑可能改變甜菜根色素中的成分組成，因此不論天然色素的來源可食用與否，都需要建立其毒性資料，評估其使用安全性。JECFA 則要求天然色素需要逐一定義出其組成分，並證實其安全性，要求的數據包括要有詳細的化學分析數據及組成分或全萃取物的毒性資料。這方面我國對於天然色素只有衛生標準，並無要求其成分的化學分析數據及成分或全萃取物的毒性資料，而歐盟目前也有例外，只要屬於 coloring foods 就不需毒性資料。

(三) 使用尖端分析技術測定食物及環境中之污染物

方員接受大會邀請，於會中主題：world perspectives on contaminants testing in food and environment samples using advanced analytical techniques，發表 simultaneous screening of dyes, sweeteners and preservatives in food by orbitrap mass spectrometry 口頭論文演講，會後反應熱烈，持續與國際專家討論，演講內容摘錄如下：為維護民眾健康，因應食品摻加違法著色劑成分之管理需求，建立應用液相層析高解析度質譜分析技術的新一代食品中著色劑檢驗方法，較現行公告檢驗方法聚焦鑑定 8 種國內准用食品著色劑，擴增至能精準鑑別 46 種著色劑成分，大幅提升我國食品檢驗管理效能，且該新興檢驗技術已應用在輸入食品邊境查驗工作，分別鑑別出未准用紅色三號(Azorubine)、莧菜紅(Amaranth)及酸性玫瑰紅 B (Sulforhodamine B) 等非法著色劑，成功阻擋違規產品流入國內市場，影響國人健康。

在未知物檢驗分析上，則提出二件案例與國際檢驗分析專家分享，一件威而鋼偽藥經初步檢驗後，雖然該偽藥含有活性成分(AP) sildenafil，但是含量低於標示值，且經 HPLC 分析時發現有不明未知物質與 sildenafil 同時流洗出，因此推測可能有未知類緣物的存在，因不肖廠商常在許多宣稱天然的壯陽類食品中加入以類緣物成分來躲避檢驗查緝，因此若該檢體含有類緣物成分，有必要將其鑑定出來，並加入類緣物質料庫，往後能加強在同類產品中檢驗未知類緣物的能力。以高解析度質譜搭配液相層析系統，透過管柱層析直接將未知物與檢體中其它基質分離，再以高解析質譜鑑定未知物之成分，省去將未知物質純化及濃縮的時間，加速不明物質檢驗速率，最後確認該為未知物為 2-mecaptobenzothiazole，常用於橡膠合成中提供 S 基加強鍵結，為橡膠

加工助劑，因成本低廉，被用來加入偽藥中，讓偽藥產品有”藥味”。

另一件為關務署送驗之未知粉末，原來為一 24 公斤重之快遞郵包，名稱為 material，該粉末經財政部關務署基隆關化驗，無法確認成分為何，另經農業委員會農業藥物毒物試驗所化驗結果，未檢出農藥成分。透過高解析度質譜搭配液相層析系統，使用同位素圖譜計算未知物質所含有的各元素間含量來推測未知物之元素組成，再搭配二次離子碎片與網路資料庫中可能的之未知物結構推測，最後成功鑑定出未知物質為主成分為 Nitenpyram，Nitenpyram 中文名為烯啶蟲胺，CAS 150824-47-8 為一種殺蟲劑。該二未知化學物質均非例行性檢驗項目所能檢驗，透過高解析質譜搭配液相層析系統，能夠在不需分離純化情況下將未知物質鑑驗出，加速未知物檢驗效能。要確認出一個未知或是非目標物的化合物是非常困難且具挑戰性的，食品安全部門需要持續的增進他們的技術、設備來保障公眾健康。

(四) 檢驗化學殘留物、汙染物及重要分析物之方法開發(New Blood 2017)

此專題主要由尚未於 AOAC 口頭發表過之檢驗界新人擔任講者，本次洪員受主持人 Jon Wang 之邀請，於此專題中發表「A Novel Target to Identify Edible Animal Fats Adulterated with Cooked Oil」，此為本署近年重要研究成果之一，油品中植物固醇之檢驗方法雖非創新之方法，但以檢驗此標的辨別豬油產品是否摻有含植物成分之回收油為創新之應用，會後受到主持人良好評價。內容簡述如下：

亞洲人喜愛使用動物油入菜，2014 年臺灣爆發餽水油混摻豬油之食安事件，不肖商人透過買進精緻後之回收油，再回添入豬油，製成烹調用豬油產品，藉此從中獲得暴利。目前臺灣雖有訂定食用油之衛生標準及品質標準，但礙於大部分品質之指標物質在油的精緻過程易被去除，無法藉由該指標判斷是否有摻入回收油之情形。回收油之來源包含餐廳、攤販之油炸油及動物油脂，因此可能含有植物油或植物成分，故可藉由分析植物特有，且不易在精緻過程中降解之「植物固醇」以辨別豬油產品是否混摻精緻回收油。檢驗方法針對四種植物固醇化合物進行分析，前處理利用 1 N 醇化氫氧化鉀溶液在 70°C 下維持 10 分鐘進行鹼水解，再經正己烷萃取、氮氣吹乾、甲醇回溶，以 LC-MS/MS 搭配 APCI 離子化方式分析。評估四種植物固醇在豬油、牛油、鴨油、鵝油及雞油中之

基質效應，以及豬油之確效試驗。結果顯示四種植物固醇在豬油中之基質效應小於 15%，可使用 in solvent 的標準曲線進行定量，而其餘基質效應皆大於 15%，因此需使用基質匹配檢量線進行定量。確效試驗結果顯示 LOD 為 1 $\mu\text{g/g}$ ，LOQ 為 2 $\mu\text{g/g}$ ，回收率及變異係數皆符合確效規範。將此方法應用於檢測 2014 年之稽查檢體，發現有混摻回收油之廠商的產品中，campesterol、stigmasterol 及 β -sitosterol 含量皆顯著高於較自製豬油及無混摻回收油之產品。此方法可應用於辨別豬油產品是否摻有含植物成分之回收油之參考依據，並且為傳統油品品質指標外之新指標成分，以確認食品之安全及品質。

其他 3 位講者講題則有蜂蜜的 NMR-profiling 在例行性檢驗上的應用、以液相層析串聯質譜儀開發藥物殘留檢驗方法時應考量基質效應、以液相層析串聯質譜儀開發在動物組織及雞蛋中的動物用藥多重殘留分析方法，其中 2 位講者為廠商發表產品技術內容，另 1 講者演講內容為較一般的分析知識，可見此專題為鼓勵新人參與，較能自由發揮。本署研究內容偏實務應用，未來能藉由參與此專題演講增加本署同仁參與感及國際能見度。

二、壁報論文

茲將各壁報論文主題分類彙整如下表，有助瞭解現今食品安全分析領域較熱門的主題。

Botanicals and Dietary Supplements.

Colorants and Dyes.

Emerging Issues in Food Safety and Security.

Environmental Analysis.

Food Nutrition and Food Allergens.

Authenticity.

Detection and Measurement of Natural Toxins.

General methods, Quality Assurance and Accreditation.

Microbiological Methods.

Performance Tested MethodsSM

Analysis of Foodborne Contaminants.

Analysis of Non-Foodborne Contaminants and Residues.

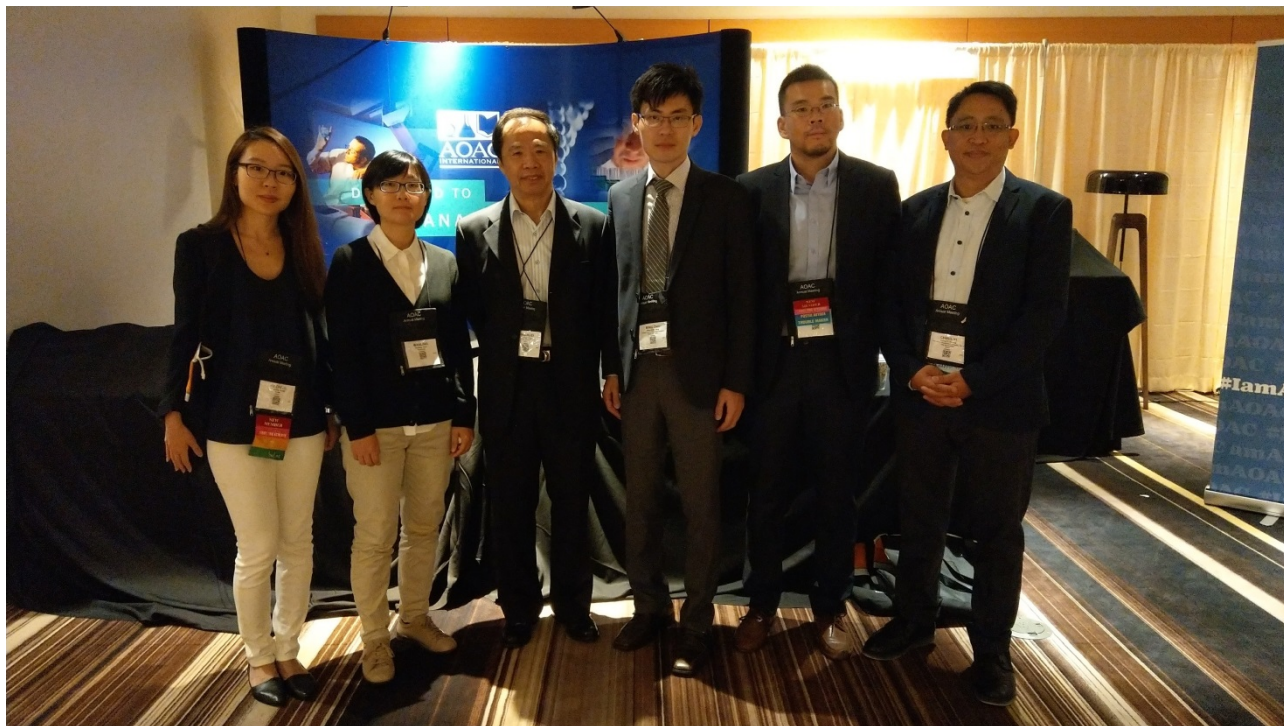
三、參加臺灣分會會議：

AOAC 臺灣分會(Taiwan Section)成立於2002年，當時由藥檢局廖俊亨局長、孫慈悌副局長及美國 FDA 的周家璜博士等人積極促成，是臺灣在此領域國際活動上之重要成果。目前 AOAC Sections Worldwide 包括 China Section、Europe Section、India Section、Japan Section、Latin American-Caribbean Section、Lowlands Section (Belgium, Luxembourg and The Netherlands)、Taiwan Section 及 Thailand Section 等 8 個分會，每年 AOAC 年會皆會有專屬時段及會議室供 AOAC 臺灣分會舉辦「Taiwan Section Business Meeting」，此為臺灣戮力多年經營之成果。今年由臺灣分會陳炳輝理事長及同仁舉辦臺灣分會會議，本次共有約 20 人參加，多為任職於美國官方及民間機構的臺灣人。在一個小時的時間內皆以英語進行，理事長先介紹臺灣分會今年舉辦的活動及成果，後由同仁方技正進行專題演講，以「Fipronil egg scandal in Taiwan」為題，分享今年 8 月從歐洲開始爆發的大規模芬普尼污染雞蛋事件，隨後臺灣的雞蛋污染之情形，及如何進行檢驗，接著大家就檢驗技術，及各國污染及處理方式之話題進行熱烈討論，就各自專業領域交流，場面熱鬧。現場並備有臺灣月餅及鳳梨酥，充滿濃濃的臺灣味，與會者皆表示明年還要來參加。除了臺灣分會會議圓滿成功之外，同仁也參加「Joint Asian Section Business Meeting」，與包括日本、中國、印度及泰國等分會之理事長及會員互動，尋求未來可能的合作機制，切磋交流。

心得及建議

- (一) AOAC 年會主題與本署業務高度相關，且著重在方法開發、確效評估等，學習成果可立即應用在本署檢驗工作上，值得持續派員參加此會議。
- (二) 分析檢驗之趨勢，已全面進展到質譜分析，甚至多數專題演講皆提到使用高解析度質譜儀(high resolution mass spectrometer)應用於藥物或食品之檢驗，顯示高解析度質譜儀之應用已非趨勢而是潮流。非標的物分析技術(non-target)日受重視，值得本署參考增加非標的物檢驗分析之研究。
- (三) 此次方技正及洪技士受邀在會中所發表的口頭論文，會後反應熱烈，與國際專家有後續討論交流，藉此提高臺灣能見度。方員並於 AOAC 臺灣分部晚會進行專題演講，會後與會專家熱烈討論，並與在美其他華人留下聯絡資料，增加與國外專家及研究單位交流之機會。建議往後同仁參加研討會時也能爭取發表口頭論文的機會，以提高參與感及擴展本署能見度。

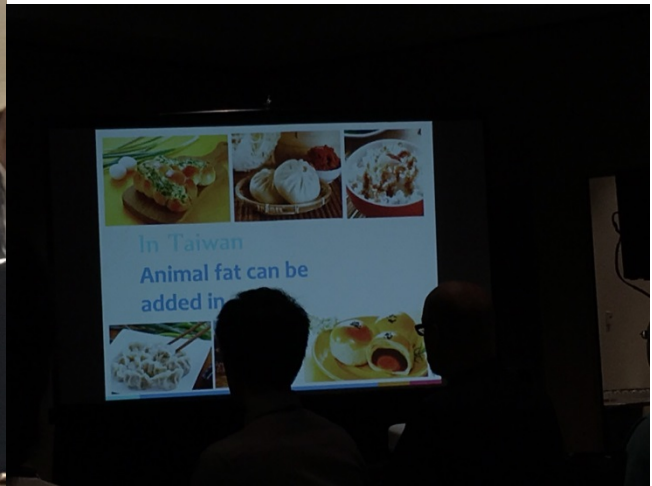
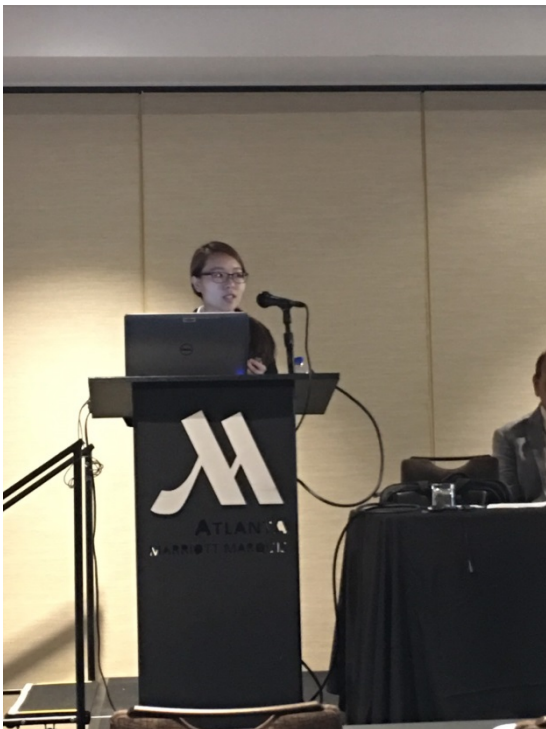
照片
會場入口



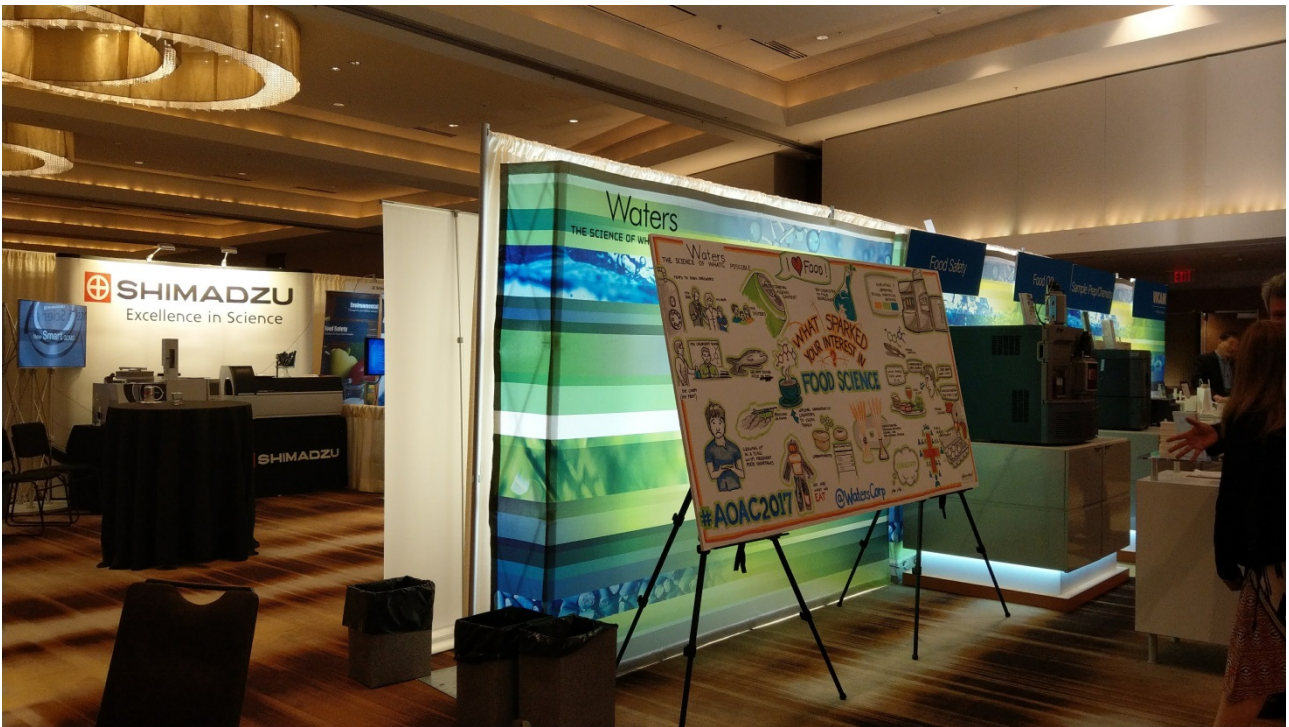
Opening Session



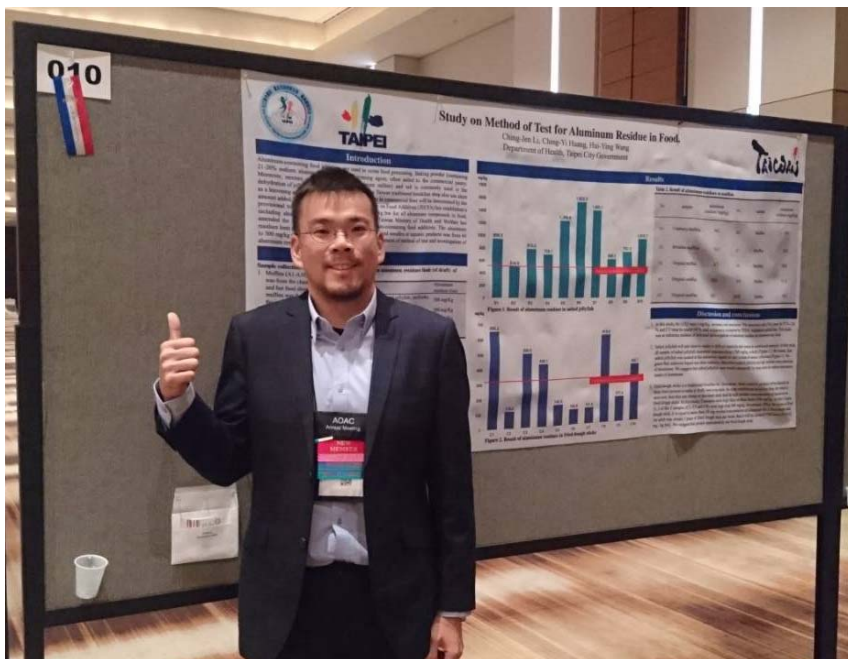
同仁口頭報告



廠商布展



同行同仁張貼壁報論文





AOAC
ANNUAL MEETING & EXPOSITION
2014 ANNUAL MEETING - SEPTEMBER 24-27, 2014 • BALTIMORE, MD, USA

FDA

Simultaneous Screening of Dyes, Sweeteners and Preservatives in Foods by Orbitrap Spectrometry

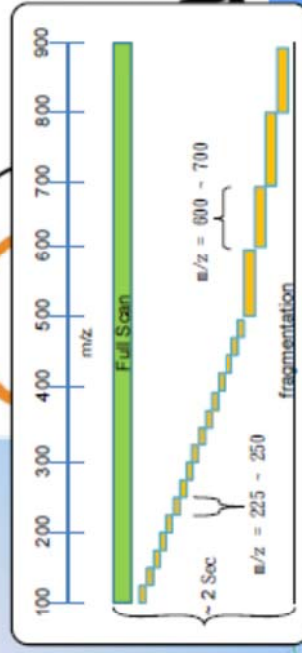
Mingchih Fang, Ph.D.

- General Secretary, AOAC Taiwan Section;
- Senior Scientist, Division of Research and Analysis, Taiwan Food and Drug Administration (TFDA)

衛生福利部食品藥物管理署
Taiwan Food and Drug Administration

Simultaneous Screening of Dyes, Sweeteners and Preservatives in Foods by Orbitrap Spectrometry 藥求安全 食在安心

Separation: HPLC
Detection: HRMS/ data independent acquisition (fragmentation without collision list using wide-window for precursor ions)



FDA 衛生福利部食品藥物管理署



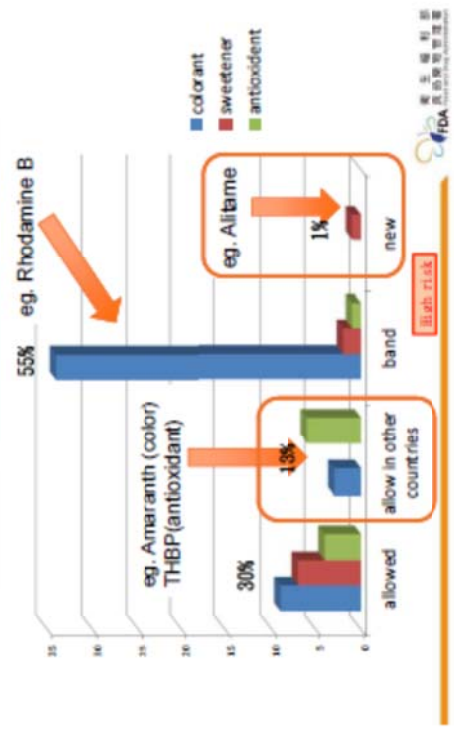
list for 46 dyes, 10 sweeteners, 9 preservatives, and 11 antioxidants

需求安全 責任安心

No.	Category	Name	CAS No.	Structure	EWG No.	EWG Score	EWG Rating
1	Dyes	1) Tartrazine	28385		100	100	100
2		2) Amaranth	528-75-7		100	100	100
3		3) Cochineal	520-08-6		100	100	100
4		4) Erythrosine	528-85-8		100	100	100
5		5) Indigo Carmine	528-85-8		100	100	100
6		6) Brilliant Blue FCF	528-85-8		100	100	100
7		7) Allura Red AC	528-85-8		100	100	100
8		8) Sunset Yellow FCF	528-85-8		100	100	100
9		9) FD&C Yellow No. 5	528-85-8		100	100	100
10		10) FD&C Yellow No. 6	528-85-8		100	100	100
11	Sweeteners	1) Sucrose	57-08-2		1	1	1
12		2) Fructose	57-08-2		1	1	1
13		3) Glucose	57-08-2		1	1	1
14		4) Maltose	57-08-2		1	1	1
15		5) Lactose	57-08-2		1	1	1
16		6) Sucralose	132853-87-0		1	1	1
17		7) Acesulfame K	1634-50-8		1	1	1
18		8) Saccharin	57-08-2		1	1	1
19		9) Steviol Glycosides	84913-23-9		1	1	1
20		10) Monk Fruit Extract	84913-23-9		1	1	1
21	Preservatives	1) Sodium Benzoate	141-48-8		1	1	1
22		2) Potassium Sorbate	17345-51-7		1	1	1
23		3) Calcium Sorbate	17345-51-7		1	1	1
24		4) Sodium Nitrite	7632-00-0		2	2	2
25		5) Sodium Nitrate	7632-00-0		2	2	2
26		6) Potassium Nitrate	7632-00-0		2	2	2
27		7) Calcium Nitrate	7632-00-0		2	2	2
28		8) Sodium Acetate	127-08-2		1	1	1
29		9) Potassium Acetate	127-08-2		1	1	1
30	Antioxidants	1) Ascorbic Acid	503-05-8		1	1	1
31		2) Tocopherol	135-98-8		1	1	1
32		3) Gallic Acid	148-77-3		1	1	1
33		4) Resveratrol	3681-90-3		1	1	1
34		5) Quercetin	1169-66-1		1	1	1
35		6) Epigallocatechin gallate	16447-66-2		1	1	1
36		7) Catechin	15179-54-5		1	1	1
37		8) Epigallocatechin gallate	16447-66-2		1	1	1
38		9) Epigallocatechin gallate	16447-66-2		1	1	1
39		10) Epigallocatechin gallate	16447-66-2		1	1	1
40		11) Epigallocatechin gallate	16447-66-2		1	1	1

衛生福利部 食品藥物管理署 前往至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

Classification of Targets by Regulation



samples tested

需求安全 責任安心



衛生福利部 食品藥物管理署 前往至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

Azorubine Positive

需求安全 責任安心

$C_{20}H_{12}N_2Na_2O_7S_2$
E122, Azorubine, carmoisine, Food Red 3, Azorubin S, Acid Red 14, Brilliant carmoisin O, CI 14720

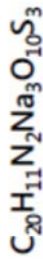
Ins 122 blue1
Ins 133 red 40

FD&C Red No. 3
FD&C Red No. 40

衛生福利部 食品藥物管理署 前往至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

Amaranth Positive

需求安全 責任安心



- 1. Carmine, FD&C Red No. 6
- 2. CI Food Red 9, Acid Red 27, Azorubin S, CI 16185

Yellow 5



INGREDIENTS:
GLUCOSE SYRUP, PULVERIZED SUGAR,
FD&C YELLOW 5 (CI 10100),
Acidulants, HCO preservatives, sodium
Keep in a dry place to avoid moisture.

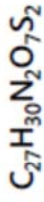


FDA

衛生福利部 食品藥物管理署 歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

Sulforhodamine B positive

需求安全 責任安心



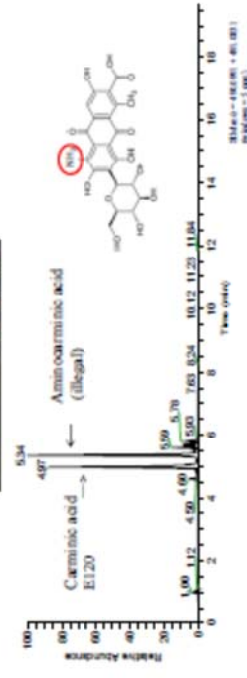
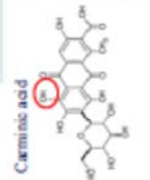
別名：Sulforhodamine B, Kiton Red 620



FDA

衛生福利部 食品藥物管理署 歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

Aminocarminic Acid Found in the Shell of a Chocolate



衛生福利部 食品藥物管理署

Aminocarminic acid synthesis and properties



Reference: Kawahara, S. and K. Endo, Structure of 6-amino-rhodamine, J. Food Hyg. Soc. Japan, 30(3), 43-52.

Advantages

1. Acid stable in red color
2. Not change with pH

衛生福利部 食品藥物管理署

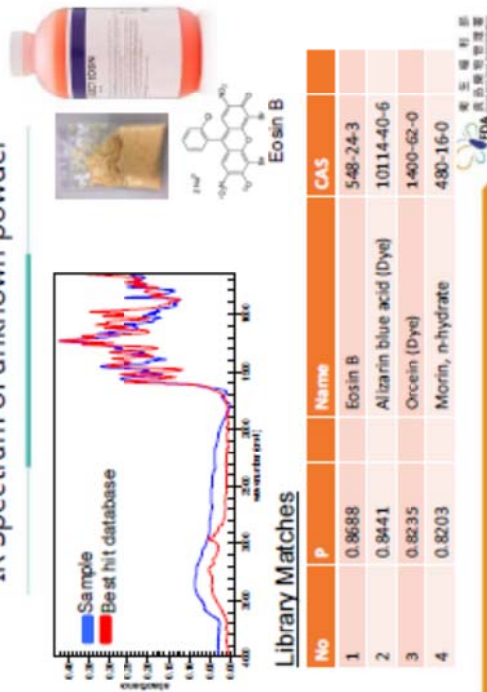
An unknown powder from Taipei Customs



What is the unknown powder



IR Spectrum of unknown powder



High Resolution MS Chromatogram



[M+H]⁺ = 271.09531 Search at ChemSpider

Got 1188 results, no idea what it is

Conclusion:
Accurate MW not so useful
Need combine with other technique

Structure Elucidate of Unknown

Table of isotopic masses and natural abundances:

Stable isotope	Natural abundance	Isotope mass
C	98.90 %	12.00000
¹³ C	1.10 %	13.00335
D	0.0215 %	2.01410
¹⁵ N	0.205 %	15.00310
N	99.63 %	14.00307
¹⁵ N	0.366 %	15.00310
S	95.02 %	32.06583
³⁴ S	4.26 %	33.96786
O	75.78 %	16.00311
¹⁸ O	20.22 %	17.99916

Annotations:
 M+1: Mostly contribute by carbon ¹³C 14/114 x 100% = 12%
 M+2: Mostly contribute by chlorine ³⁷Cl 35/135 x 100% = 25%
 M+3: Mostly contribute by ¹³C₂ ¹⁵N
 One chlorine

Mass of Neutrons are Not Exactly Equal

Z	Name	Symbol	Mass of Atom (u)	% Abundance
1	Hydrogen	H	1.007825	99.9805
1	Deuterium	D	2.014102	0.0111
1	Tritium	T	3.016049	0.000000
2	Helium	He	4.002603	100.000000

Mass = 2.014102
A Neutron = 1.006277

Mass = 3.016049
A Neutron = 1.004112

Mass = 4.002603
A Neutron = 0.9982693

-0.0197231
17.6 million eV

"M+1" Tells Carbon, Nitrogen, and Sulfur

Resolution=140K

Distance = 13.003355 - 12.00000 = 1.003355

Distance = 0.006 amu

1.5 %

12% 1.003355

0.999387

0.997035

1.003355

335

15N

0.76 %

32.07439

"M+2" Tells Oxygen, Sulfur, Chlorine

So far

1) $[M+H]^+ = 271.09631$

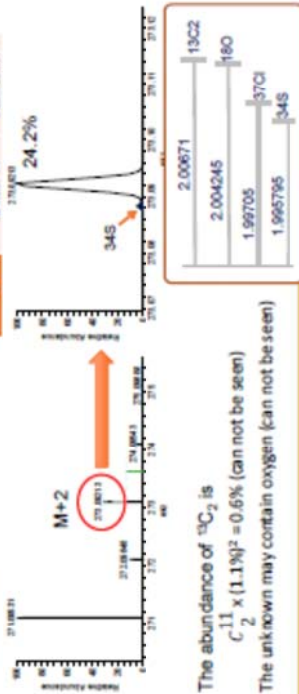
2) C11

3) Cl

4) N4

5) No sulfur

Stable Isotope	Relative abundance	Isotope mass
O	0.0315 %	15.994815
¹⁶ O	0.205 %	17.999160
S	95.02 %	31.972072
³⁴ S	4.29 %	33.967867
³² S	75.78 %	31.964833
³⁵ Cl	24.22 %	34.968853
³⁷ Cl		36.965903

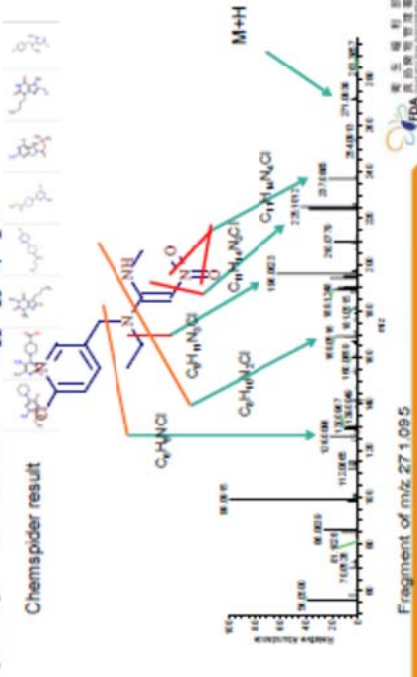


- The abundance of $^{16}O_2$ is $C_{11} \times (1.1\%)^2 = 0.6\%$ (can not be seen)
- The unknown may contain oxygen (can not be seen)

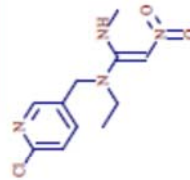
Best Assumption $C_{11}H_{15}N_4O_2Cl$

$[M+H]^+ = 271.09531$

Chemspider result $C_{11}H_{15}N_4O_2Cl$



Confirmation of Unknown Powder



Nitenpyram is an insecticide used in agriculture and veterinary medicine to kill external parasites of pets.



An unknown powder from Taipei Customs

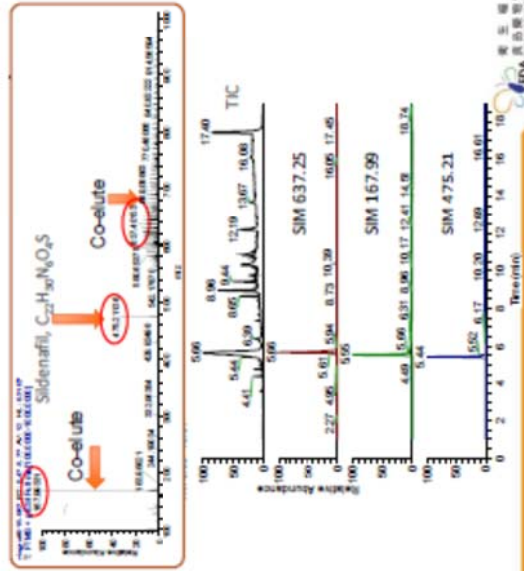
An unknown powder from Taipei Customs
Targeted analysis can not find unknown
Non-targeted analysis may find unknowns



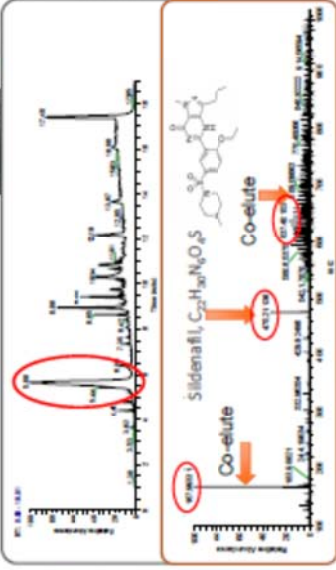
How About Something Not in the List

Two cases,

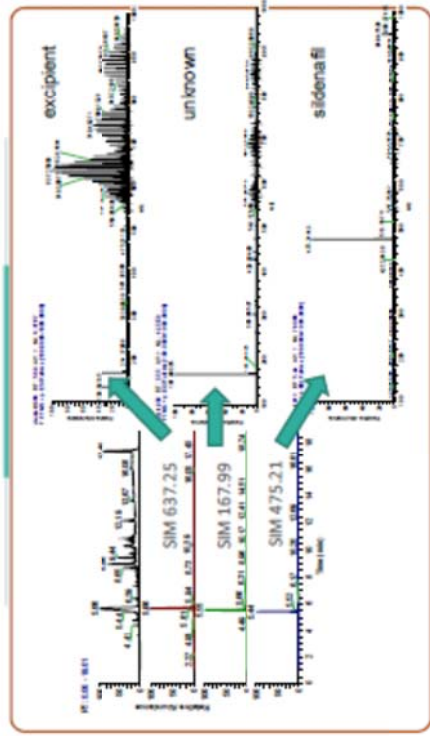
- An unknown powder
- An Viagra counterfeit drug



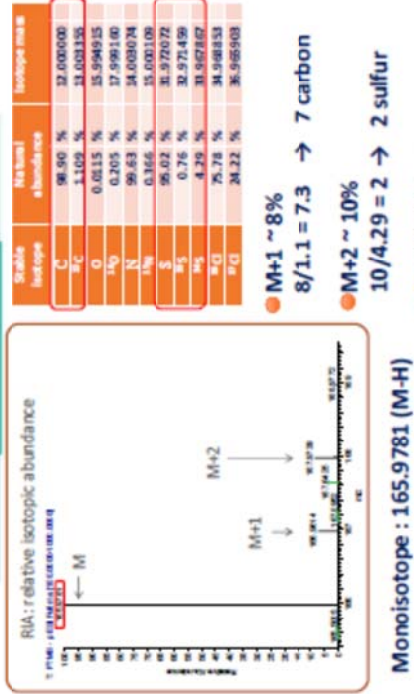
Viagra counterfeit drug



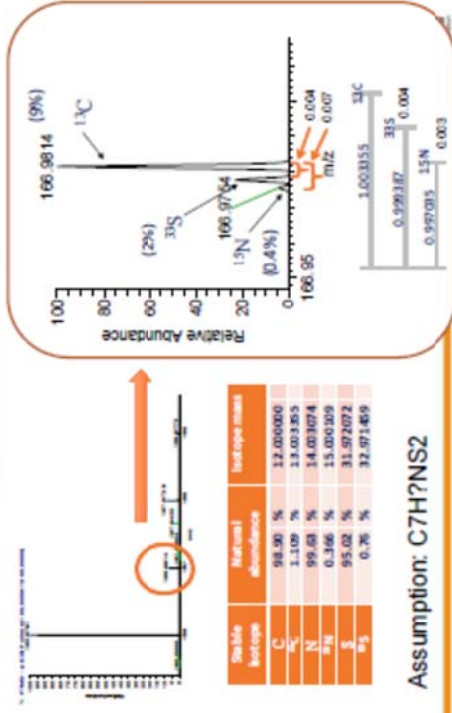
An unknown co-elute



Formula Elucidate of Unknown

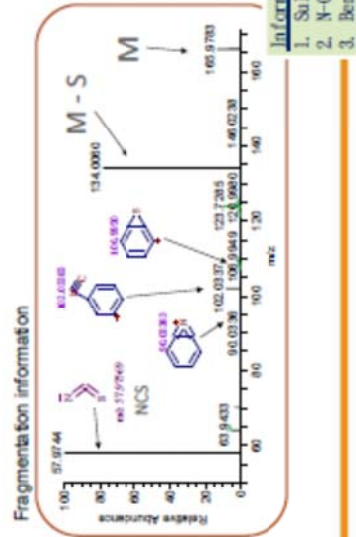


More clue on M+1

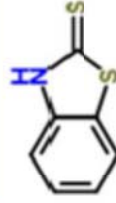


Best Assumption

C7H7S2N -H = 165.9781 Observed
 C7H5S2N -H = 165.9791 Calculated



2-mecaptobenzothiazole, MBT



2-mercaptobenzothiazole
 Use in rubber vulcanizes
 gives a strong product



MBT. Why is it added?

Yu-Ching Hung
Taiwan Food and Drug Administration (TFDA)

A Novel Target to Identify Edible Animal Fats Adulterated with Cooked Oil

Plastizer DEHP used as clouding agent
Adulteration of olive oil
Gutter oil scandal
Use of industrial grade materials

FOOD SCANDAL IN TAIWAN

The use of expired materials
Sale of expired food
Pesticide residues exceed standard
Use prohibited drugs

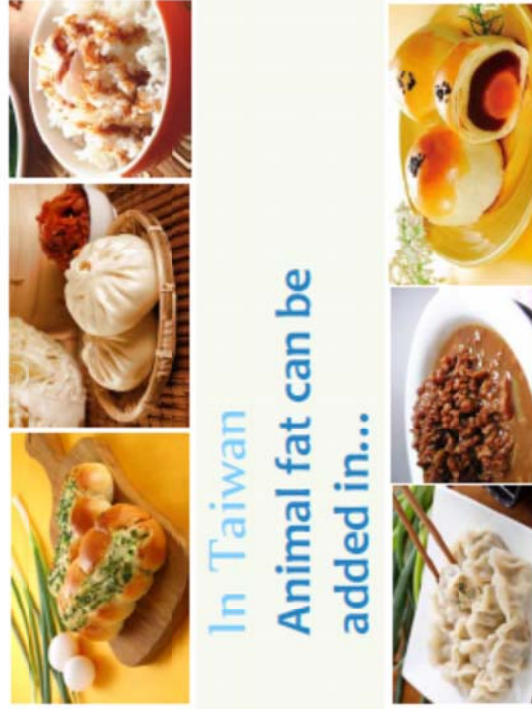
2

Eating habits in Taiwan

About edible oil...
We love animal fats



In Taiwan Animal fat can be added in...



3

4

Demand for lard in Taiwan

↑ **3,000 tons / month**

↑ **40,000 tons / year**

5

Sanitation Standard for Edible Oils and Fats in Taiwan

- Heavy Metals
- Gossypol
- Erucic Acid
- Mycotoxins

How to identify gutter oil?

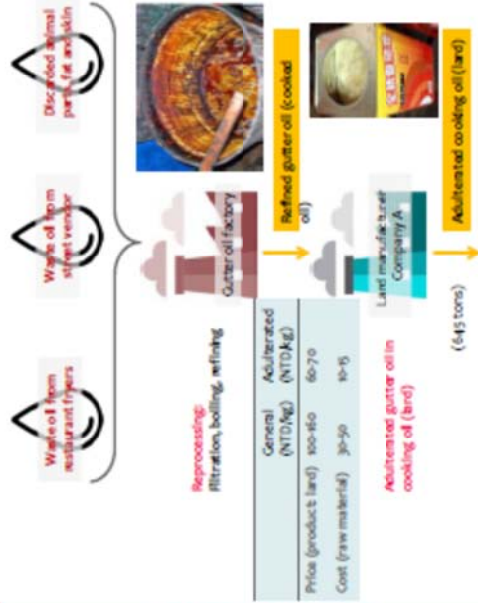


Chinese National Standards = Quality

- General properties
- Color
- Moisture and volatile matter
- Refractive Index
- Iodine value
- Acid value
- Saponification value
- Peroxide value

7

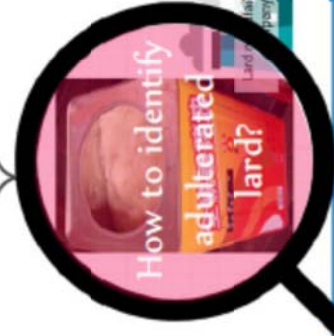
Gutter Oil Scandal



◊ Distributed to more than 1,200 restaurants, schools and food processors

◊ More than 13,000 food products tainted by the oil

6

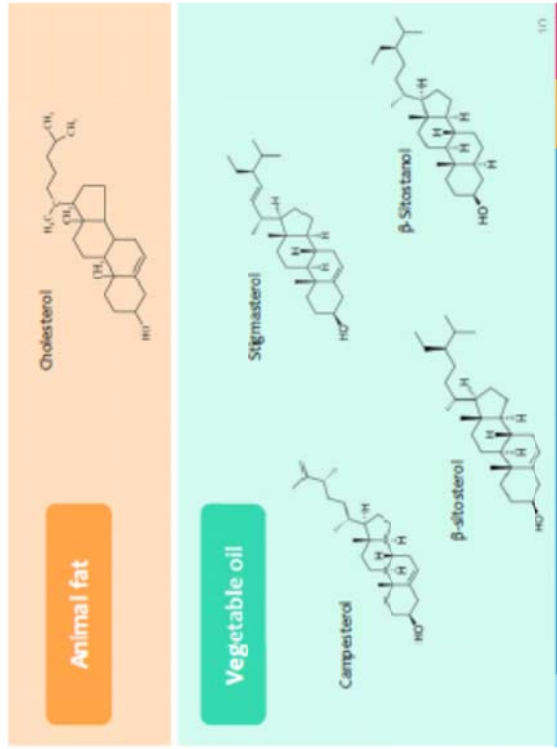


8

How to identify adulterated lard?



9



10



Phytosterols

- The objectives of this study were to
1. characterize phytosterol contents in **homemade lards**, commercial **lards**, and **lards that were inspected in the 2014 adulteration incident that occurred in Taiwan**
 2. evaluate the effectiveness of using phytosterol as a target compound to identify adulterated animal fats.

11

Experiment process

20 mg lard sample dissolved in 2 mL 2 N ethanolic KOH

Incubated at 80 °C for 1h → 70 °C, 10 min

Extract by hexane (x2)

Dry with nitrogen

Dissolved by methanol

LC-MS/MS analysis

(Shunyan Mo, et al)

12

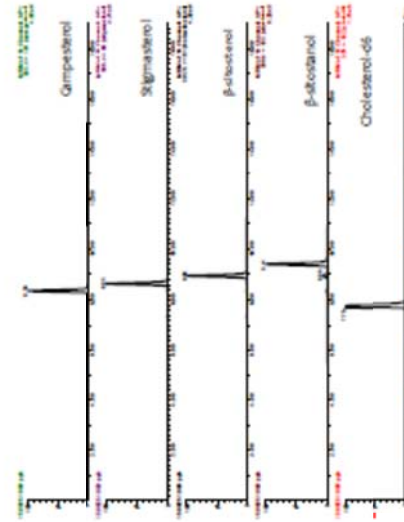
UPLC parameters

- ▷ LC/MS/MS: Waters Xevo TQ-S Micro
 - Column: Waters ACQUITY UPLC BEH Phenyl Column (130Å, 1.7µm, 2.1mm X 100 mm)
 - Column oven temp.: 35 °C

Time (min)	parameters		
	Flow (mL/min)	Water (0.5% FA)	Methanol (0.5% FA)
0	0.25	20	80
10	0.25	15	85
10.1	0.25	20	80
15	0.25	20	80

13

MRM chromatograms of phytosterol standards



15



MS parameters

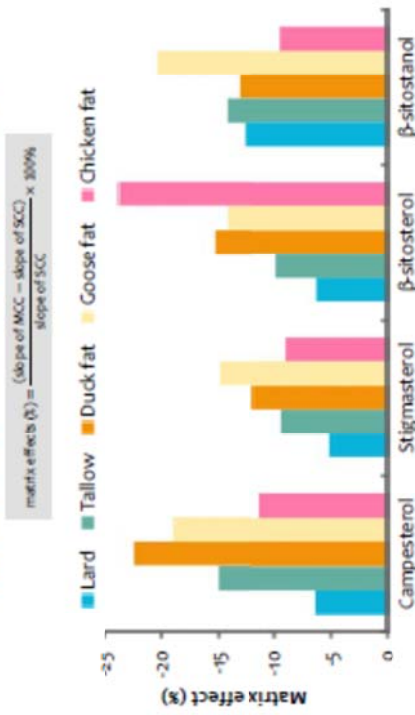
- ▷ LC/MS/MS: Waters Xevo TQ-S Micro
 - APCI (+)
 - Capillary voltage: 3.5 kV
 - Desolvation temp.: 350 °C
 - Desolvation gas flow (N₂): 6.50 L/hr

No.	Compound	Ion pair		Collision energy (eV)	Cone energy (V)	Retention time (min)
		Reactor ion (m/z) >	Product ion (m/z) >			
1	Campesterol	353.4 > 81*	26	24	26	8.36
		353.4 > 147	24			
		353.4 > 149	22			
2	Stigmasterol	395.4 > 81*	24	30	30	8.63
		395.4 > 147	24			
		395.4 > 151	24			
3	β-sitosterol	397.6 > 81*	25	26	26	8.95
		397.6 > 147	24			
		397.6 > 149	24			
4	β-sitosterol	399.4 > 83*	20	32	32	9.41
		399.4 > 151	18			
5	Cholesterol-66	393 > 82	22	24	26	7.75
		393 > 109	24			

* Ion transitions used for quantitation.

14

Evaluation of matrix effect



16

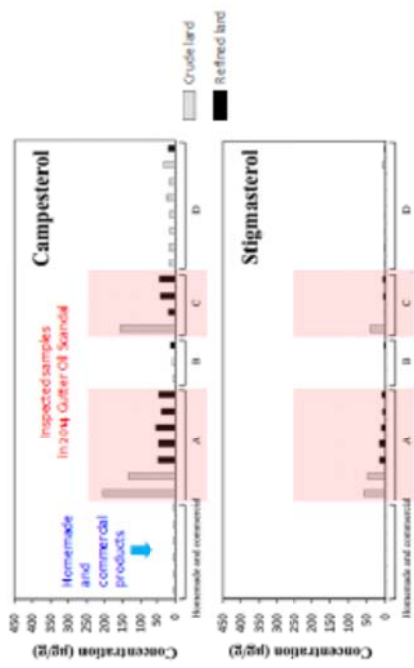
Recovery test of phytosterol

b- Calibration: matrix-matched (homemade lard)

Compound	Spiked level (µg/g)			
	2	10	20	50
Ergosterol	Recovery (%)	CV (%)	Recovery (%)	CV (%)
Campesterol	116.8	4.6	105.5	4.5
Stigmasterol	88.5	8.8	103.5	4.2
β-sitosterol	104.2	10.5	107.1	2.7
β-sitosterol	92.3	4.0	95.2	6.5
β-sitosterol	104.3	2.8	102.3	6.9

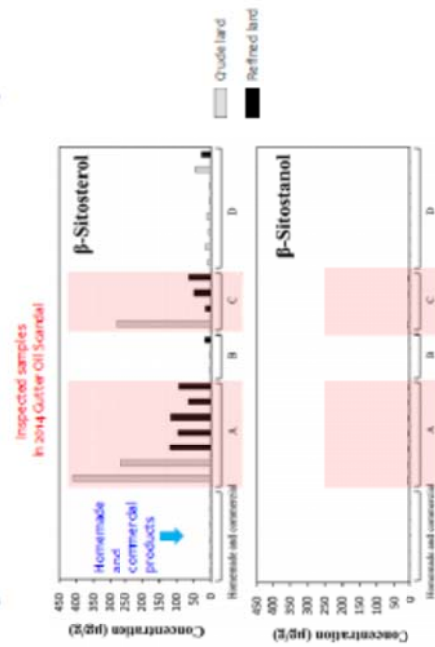
17

Phytosterol contents in lard sample



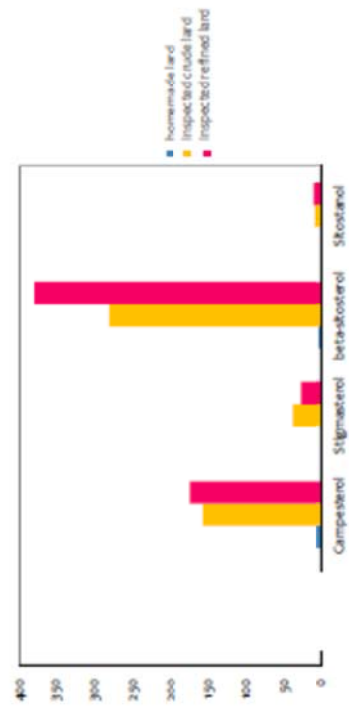
18

Phytosterol contents in lard sample



19

Phytosterol contents in different processing oils



20



Summary

- We have discovered phytosterols as target compounds for the identification of edible animal fats adulterated with vegetable ingredient contained cooked oils by LC-MS/MS.
- Our proposed method is useful to screening out the animal fats which were most likely adulterated with refined cooked oils and could be used in conjunction with other adulteration inspections to strengthen judgments made in a court of law and to improve the quality of animal fats.
- Overall, in addition to traditional quality parameters, the detection of adulterants plays a critical role in ensuring food safety and quality. **Advanced analytical methods and techniques can help to fight against food adulteration and to safeguard human health.**

21





報告大綱

1. 簡介
2. 過程
3. 專題演講內容重點摘錄
4. 心得及建議
5. 照片分享



1. 簡介



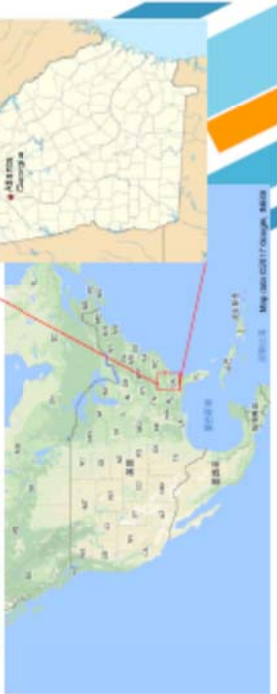
關於AOAC

- » 全名: AOAC INTERNATIONAL
- » 成立於1884年
- » 國際間公認、獨立及非營利協會
- » 願景: 實現 "全世界對分析結果的信心"
- » 透過利國際間個人的共識和工作團隊的努力, 建立了一致性的標準和符合目的的方法
- » 會員: 3000人以上, 包含企業會員
- » 全球16個分部





關於亞特蘭大

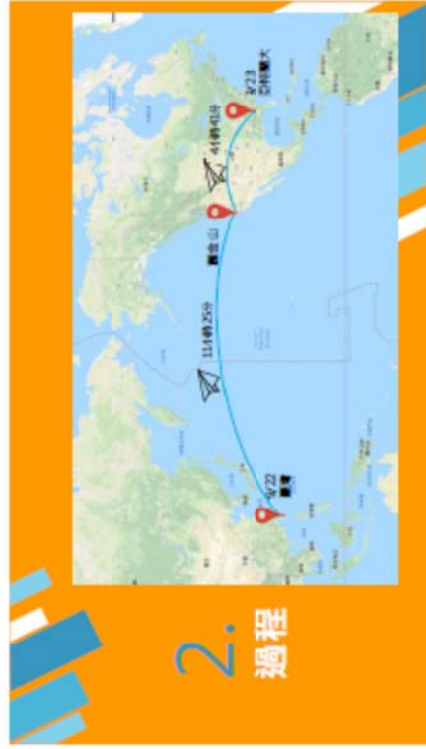


關於亞特蘭大

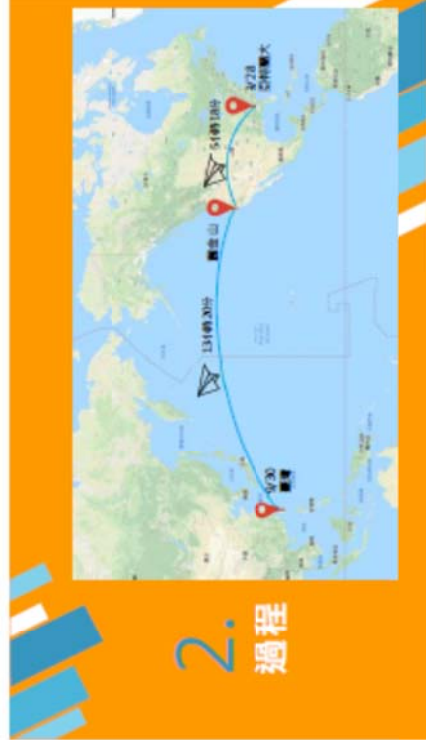
- 美國喬治亞州首府及最大城市
- 大眾交通: 捷運 (MARTA)、輕軌、巴士
- 常用語言: 英語、西班牙語
- 非裔美國人多
- 著名景點:
- 可口可樂世界
- 喬治亞水族館
- CNN總部



2. 過程



2. 過程





臺灣分會晚會



AOAC分會會議



臺灣分會晚會



AOAC分會會議



廠商餐會



廠商展示

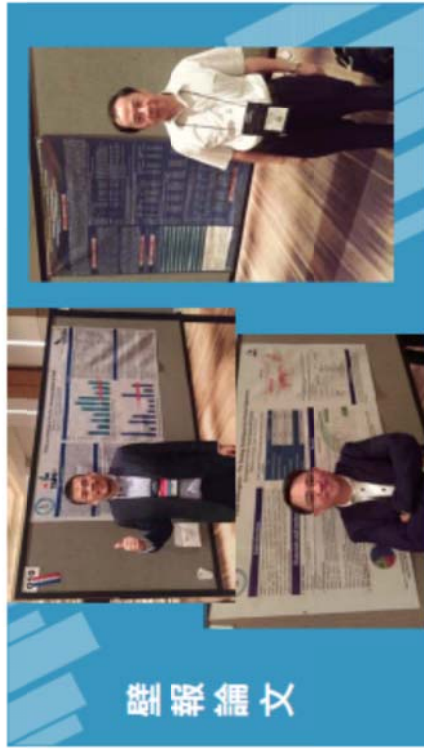
共12個主題

壁報論文

- » Botanicals and Dietary Supplements.
- » Colorants and Dyes.
- » Emerging Issues in Food Safety and Security.
- » Environmental Analysis.
- » Food Nutrition and Food Allergens.
- » Authenticity.
- » Detection and Measurement of Natural Toxins.
- » General methods, Quality Assurance and Accreditation.
- » Microbiological Methods.
- » Performance Tested Methods™
- » Analysis of Foodborne Contaminants.
- » Analysis of Non-Foodborne Contaminants and Residues.



廠商餐會



壁報論文

專題演講

- » 食品污染
- » 食品安全
- » 動物用藥
- » 化妝品及色素
- » 重金屬
- » 參考物質

- » 食物過敏原
- » 實驗室管理
- » 膳食補充品
- » 天然毒素
- » 碳水化合物

共28個專題

口頭論文發表

方維志教授

- » 專題：Worldwide Perspectives on Contaminants Testing in Food and Environmental Samples Using Advanced Analytical Techniques
- » 題目：Simultaneous Screening of Dyes, Sweeteners and Preservatives in Foods by Orbitrap Spectrometry

洪子濤博士

- » 專題：New Blood 2017—Developing Methods for the Detection of Chemical Residues, Contaminants and Important Analytes
- » 題目：A Novel Target to Identify Edible Animal Fats Adulterated with Cooked Oil

口頭論文

Bioinorganic Screening of Dyes, Sweeteners and Preservatives in Foods by Orbitrap Spectrometry

Mingchih Fang, Ph.D.

Shih-Jhenh Hsueh, Yuh-Jia Chen, Yi-Hsin Chen, Yi-Hsin Chen, Sheng-Hong Chen, Shih-Jhenh Hsueh, Yuh-Jia Chen, Yi-Hsin Chen, Yi-Hsin Chen, Sheng-Hong Chen

口頭論文



3. 專題演講內容重點摘錄



New Blood 2017

- » Considerations of Matrix Effects when Developing Reliable Analytical Residue Methods using Liquid Chromatography-Mass Spectrometry
- » NMR Profiling of Honey: Combining Targeted and Non-targeted Analysis in Routine Analysis
- » Multi-Class Residues Analysis of Veterinary Drugs in Animal Tissues and Eggs Using Liquid Chromatography Coupled with Tandem Mass Spectrometry



以高解析度質譜儀檢食品中之化學汙染物方法之開發及確效

- » 利用液相層析高解析度質譜儀及資料庫篩檢食品中之化學殘留物及汙染物 (Jon Wang, FDA)
- » 利用高解析度質譜儀開發450項農藥標的的篩選及定量分析方法 (Wang Jian, CFIA)
- » 利用液相層析高解析度質譜儀開發水產品之動物用藥殘留物篩選方法 (Sherrri Turnipseed, FDA)



4. 心得及建議

- AOAC年會主題與本署業務高度相關，且著重在方法開發、成效評估等，學習成果可立即應用在本署檢驗工作上，值得持續派員參加此會議。
- 分析檢驗之趨勢，已全面進展到質譜分析，甚至多數專題演講皆提到使用高解析度質譜儀(high resolution mass)應用於藥物或食品之檢驗，顯示高解析度質譜儀之應用已非趨勢而是潮流。非標的物分析技術(non-target)日受重視，值得本署參考增加非標的物檢驗分析之研究。
- 此次方技正及洪技士受邀在會中所發表的口頭論文，會後反應熱烈，與國際專家有後續討論交流，藉此提高專業能見度。方員並於AOAC臺灣分部晚宴進行專題演講，會後與專家熱烈討論，並與在美其他華人留下聯絡資料，增加未來與國外專家及研究單位交流之機會。建議往後同仁參加研討會時也能爭取發表口頭論文之機會，能見度及參與感會比張貼學術論文高很多。





THANKS!
Any questions?

