



RINGANALYSE FINDER GOD ANALYSESIKKERHED FOR JODTAL

ERFARING NR. 1322

En ringanalyse med 6 laboratorier har vist god analysesikkerhed for fedtsyreprofiler og jodtal i foder og rygspæk. Den analyse-mæssige spredning var ca. 1 jodtalsenhed.

INSTITUTION: VIDENCENTER FOR SVINEPRODUKTION, DEN RULLENDE AFPRØVNING

FORFATTER: PER TYBIRK

ERIK DE CLERCK¹

1) FØDEVARESTYRELSEN, KEMISK LABORATORIUM

UDGIVET: 14. NOVEMBER 2013

Dyregruppe: Slagtesvin

Fagområde: Ernæring

Sammendrag

Jodtal er et sammenfattende mål for andelen af umættet fedt i en fedtkilde og jodtallet bestemmes i dag ud fra analyser af fedtsyreprofiler.

Der er gennemført en ringanalyse i regi af Fødevarestyrelsens Metodeudvalg for at bestemme analysenøjagtighed for fedtsyrer og jodtal beregnet ud fra fedtsyreprofilen.

Ringanalysen viser, at analyseusikkerheden er lille i forhold til variation mellem fodermidler og grise, og at man kan nøjes med få analyser af et foderparti for at få en sikker værdi for jodtallet.

I ringanalysen indgik tre foderblandinger, 3 råvarer og 3 spækprøver fra forsøgsgrise. Der var god analysesikkerhed på fedtsyreprofilerne og dermed også på jodtallet, som blev beregnet ud fra fedtsyreprofilen.

I undersøgelsen var den analyse-mæssige spredning i jodtal ca. 1 jodtalsenhed for spækprøver - lidt højere for foderblandinger og lidt lavere for de indgående råvarer.

TILSKUD

Projektet har fået tilskud fra Svineafgiftsfonden. Aktivitetsnr. 052-300410.

Baggrund

Der er igangsat et forsøg, hvor VSP har "designet" grise med forskelligt jodtal i rygspæk, for at Danish Meat Research Institute (DMRI) kan undersøge konsekvenser af jodtal i rygspæk for spæk-kvaliteten til forskellige produkter.

En væsentlig forudsætning for at kunne lave en korrekt vurdering er, at analyserne for fedtsyrer og jodtal er stabile – både på foderfedt og rygspæk. Det var derfor værdifuldt for projektet at få en god vurdering af nøjagtigheden for såvel input i form af foder som output i form af rygspæk.

I den forbindelse er der i regi af Fødevarestyrelsens Metodeudvalg gennemført en ringanalyse for at bestemme analysesikkerheden på jodtal – og de fedtanalyser og fedtsyrebestemmelser, som indgår ved beregning af foderets jodtal.

Materiale og metode

Til ringanalysen indgik 9 prøver - som vist i tabel 1.

Tabel 1. Anvendte prøver i ringanalysen.

Kategori	
Foderblandinger	Blanding 1: 46 % hvede, 30 % byg, 20 % sojaskrå, 1,1 % palmeolie
	Blanding 4: 32 % hvede, 40 % byg, 22 % sojaskrå, 2,6 % sojaolie
	Blanding 6: 4 % hvede, 65 % byg, 24 % sojaskrå, 4,2 % sojaolie
Fodermidler	Rapskage
	Sojaolie
	Palmeolie
Rygspækprøver	Spækprøve fra tilfældig gris fodret med blanding 1
	Spækprøve fra tilfældig gris fodret med blanding 4
	Spækprøve fra tilfældig gris fodret med blanding 6

Af tabel 1 fremgår, at der var tre prøver af forsøgsfoder fra blanding 1, 4 og 6 fra forsøget til design af grise med forskelligt jodtal - og én prøve af rapskage, sojaolie og palmeolie. Der indgik desuden afsmeltede prøver fra en tilfældig forsøgsgris på hvert af de tre hold, som havde fået det aktuelle foder. Da der var stor variation i jodtal mellem grise indenfor forsøgshold, er jodtallet i de tilfældige grise ikke brugbar som effekt af forsøgsfoder – men prøverne er medtaget her for, at kunne vurdere selve analysesikkerheden på jodtalsbestemmelse i spæk.

Afsmeltningen skete på DMRI, og laboratorierne har derved i princippet fået identiske prøver, hvorved usikkerheden på jodtalsbestemmelse på spækprøver alene vedrører analyseusikkerheden og ikke usikkerheden ved at udtage en korrekt prøve fra grisens rygspæk.

For de tre færdigfoderprøver og rapskage indgår usikkerheden i fedtekstraktionen også som en del af den samlede usikkerhed, da de deltagende laboratorier selv skulle ekstrahere fedtet før bestemmelse af fedtsyreprofilen. De rene olier er anvendt direkte uden forudgående fedtekstraktion i analysen af fedtsyreprofiler.

Bestemmelse af jodtal i fedtsyrer er i alle tilfælde sket ud fra fedtsyreprofilen, hvor jodtallet bestemmes ud fra følgende ligning:

$$Jodtal = \sum_{\text{alle fedtsyrer}} \left(\frac{\text{antal dobbeltbindinger}_{\text{fedtsyre}} \times \text{molvægt}_{I_2}}{\text{molvægt}_{\text{fedtsyre}}} \times \text{procent}_{\text{fedtsyre}} \right)$$

Ovennævnte ligning ser jo måske lidt uoverskuelig ud, men kender man molvægtene på de enkelte fedtsyrer og hvilke fedtsyrer, som er relevante bidragsydere til jodtallet, kan den faktisk omskrives til:

$$Jodtal \text{ i fedtsyrer} = \%C16:1 \times 0,998 + \%C18:1 \times 0,899 + \%C18:2 \times 1,810 + \%C18:3 \times 2,735 + \%C20:1 \times 0,817 + \%C20:2 \times 1,645 + \%C20:4 \times 3,334$$

I denne ligning er procenterne af de enkelte fedtsyrer lig med procent af vægten af alle fedtsyrer. De deltagende laboratorier fik et regneark, hvor jodtallet blev beregnet med ovenstående ligning for at sikre, at omregningen fra fedtsyreprofil til jodtal var korrekt.

De deltagende laboratorier var:

1. Fødevarestyrelsen
2. Eurofins
3. Agrolab
4. Danish Meat Research Institute (DMRI), dog kun rene fedtkilder og spækprøver
5. Dansk pelsdyrfoder
6. Aarhus Universitet

Analysemetoder

For at øge sandsynligheden for gode resultater har fødevarestyrelsen overfor deltagerne anbefalet følgende præciseringer for analysemetoderne:

- Ekstraktionsmetode: Den officielle metode med syrehydrolyse (EF/152/2009 - L54 side37) samt ekstraktion med petroleumssæter
- Fedtsyreanalysen: Her bruges en officiel metode (IUPAC, AOCS, ISO ...) til bestemmelse af fedtsyrer både som procent fedtsyre af totalfedtsyrer og som g pr. 100 g prøve. Olierne transmethyleres med "bortrifluorid-methanol-komplex" og efter ekstraktion med n-pentan injiceres methylesterne i gaskromatografen. Det er vigtigt at anvende transmetylering med "bortrifluorid-methanol-komplex" pga. de frie fedtsyrer, som er til stede i råolier.
- Det foreslås, at der skal tilsættes en intern standard. Da svinefedt indeholder ca. 0,5 % C17 anvendes C13 som intern standard. Der er ingen C13 fedtsyrer i svinefedt. Det giver muligheder for at bestemme både relativt og absolut.
- Der skal laves en dobbeltbestemmelse på alle prøver

Resultater og diskussion

De vigtigste delresultater fra ringanalysen er vist i tabel 2 og 3. I tabel 2 er vist analyseresultater for de tre vigtigste fedtsyrer i relation til bestemmelse af jodtal, da disse tre fedtsyrer normalt bidrager med mere end 95 % af jodtallet. I tabel 3 er vist fedtbestemmelserne og det beregnede jodtal ud fra fedtsyreanalyserne.

Table 2. Resultat af ringanalyser for tre umættede fedtsyrer i procent af alle fedtsyrer

Fedtsyre		Oliesyre, C18:1		Linolsyre, C18:2		Linolensyre, C18:3	
Fodertype	Antal lab.*	Gns.	Spredning	Gns.	Spredning	Gns.	Spredning
Blanding 1	5	20,9	0,8	43,2	0,7	4,6	0,3
Blanding 4	5	19,0	0,8	54,7	0,5	6,3	0,2
Blanding 6	5	20,9	0,8	53,7	0,5	6,3	0,3
Rapskage	5	60,7	1,0	21,2	0,3	7,9	0,2
Sojaolie	6	24,2	0,1	54,0	0,3	6,4	0,1
Palmeolie	6	38,1	0,2	10,2	0,2	0,4	0,1
Spækprøve bl.1	6	43,6	0,7	14,0	0,3	1,4	0,1
Spækprøve bl.4	6	40,1	0,2	17,2	0,1	1,7	0,1
Spækprøve bl.6	6	34,4	0,2	26,0	0,2	2,8	0,2

*Antal lab. = Antal dobbeltbestemmelser, da hvert laboratorium udførte en dobbeltbestemmelse pr. prøve.

Table 3. Resultat af ringanalyser for råfedt og jodtal i fedtsyrer på 6 laboratorier

		Råfedt, %*		Jodtal i fedtsyrer			
Fodertype	Antal lab.*	Gns.	Spredning**	Gns.	Spredning	Min	Max
Blanding 1	5	3,3	0,29	109,9	1,7	107,6	111,9
Blanding 4	5	4,8	0,23	133,6	1,2	132,2	135,3
Blanding 6	5	6,5	0,25	133,5	1,3	131,6	135,0
Rapskage	5	10,9	0,27	116,0	0,4	115,5	116,5
Sojaolie	6			137,0	0,5	136,2	137,7
Palmeolie	6			53,6	0,9	51,9	54,4
Spækprøve bl.1	6			73,1	0,7	72,4	74,1
Spækprøve bl.4	6			75,7	1,3	73,3	76,8
Spækprøve bl.6	6			90,5	0,8	89,4	91,5

*Antal lab. = Antal dobbeltbestemmelser, da hvert laboratorium udførte en dobbeltbestemmelse pr. prøve.

**Spredning mellem lab. blev påvirket af, at et laboratorium fandt ca. 0,5 % mindre råfedt end gennemsnittet i alle 4 prøver.

Det fremgår af tabel 2 og 3, at der er god analysesikkerhed på de tre umættede C18-fedtsyrer, da spredningen på analyseresultaterne varierer mellem 0,1 og 1,0 % fedtsyre. Den vigtigste bidragsyder til jodtallet er linolsyre, der har en variationskoefficient på tværs af 6 laboratorier (spredning delt med middelværdi) på kun 0,5-2 %. (Kun vist spredning og ikke variationskoefficient i tabellen.)

Den gode analysesikkerhed på fedtsyrerne betyder, at også analysesikkerheden på jodtal er meget tilfredsstillende. Ringanalysen tyder på en spredning i jodtal på spækprøver på ca. 1 jodtalsenhed, mens spredningen på foderblandinger er lidt større, ca. 1,5 enhed. Råvarerne rapskage, sojaolie og palmeolie har spredninger under 1 jodtalsenhed.

Den største spredning var i blanding 1, der var den eneste blanding, hvor der indgik palmeolie. Da jodtallet i palmeolie er under det halve af jodtallet i korn og sojaskrå, vil en lille afvigelse i

palmeolieindhold mellem prøver påvirke jodtallet betydeligt, hvilket nok er årsagen til, at foderblanding 1 har den største variation.

Analyseusikkerheden på jodtal i rygspæk på ca. 1 jodtalsenhed kan sættes i relation til en spredning inden for forsøgshold i forsøget med "designgrisene" på ca. 4,4 jodtalsenheder. Denne store spredning forklares primært af spredningen i kødprocent på ca. 2,4 %, som alene forklarer en variation i jodtal på ca. 2,7 %, da jodtallet i dette forsøg stiger ca. 1,1 % pr. procent kød. [1]

I praksis betyder dette, at selve analyseunøjagtigheden har lille betydning i forhold til den variation, der er mellem grise i et forsøgshold. Denne variation mellem grise stammer primært fra variation i kødprocent, men måske kan selve prøveudtagningen også være en variationsfaktor, da udenlandske undersøgelser viser, at fedtsyreprofilen ikke er helt ens yderst og inderst i en spækprøve.

Konklusion

Der er gennemført en ringanalyse på foder og rygspæk, som har givet tilfredsstillende nøjagtigheder på tværs af 6 laboratorier på såvel fedtsyreprofiler som jodtal. På tværs af prøverne tyder det på en spredning i jodtal på ca. 1 jodtalsenhed, hvilket betyder, at en prøve med et jodtal målt til f.eks. 75 med 95 % sandsynlighed ligger i intervallet 73-77. Ud af de 50 analyser i ringanalysen var der kun et tilfælde, hvor forskellen mellem højeste og laveste værdi var over 4 jodtalsenheder.

Det gode resultat af ringanalysen viser, at alle deltagende laboratorier kan bestemme fedtsyrer og jodtal med stor nøjagtighed, når der er en omhyggelig anbefaling for analysemetodernes udførelse, og hvor alle prøver er beregnet med samme ligning i et udleveret regneark.

Konsekvensen af de gode resultater er endvidere, at man kan nøjes med få analyser af et foderparti for at få en sikker vurdering af jodtallet i dette parti. Da bestemmelse af jodtal ved hjælp af fedtsyreprofiler er en forholdsvis dyr analyse, er det vigtigere at sikre repræsentative prøver af det foder/rygspæk, man vil undersøge, end at gennemføre mange gentagelser af analysen.

Reference

- [1] Claudi-Magnussen, C. Rapport. Fedtkvalitet i moderne svineproduktion. Jodtal, smeltepunkt og sammenhæng mellem fedtvæv (fedtatlas) samt farve af spæk og pH i kam. DMRI, 2013.

//NJK//

VIDENCENTER FOR SVINEPRODUKTION

Tlf.: 33 39 40 00

Fax: 33 11 25 45

vsp-info@lf.dk



en del af

Landbrug & Fødevarer

Ophavsretten tilhører Videncenter for Svineproduktion. Informationerne fra denne hjemmeside må anvendes i anden sammenhæng med kildeangivelse.

Ansvar: Informationerne på denne side er af generel karakter og søger ikke at løse individuelle eller konkrete rådgivningsbehov.

Videncenter for Svineproduktion er således i intet tilfælde ansvarlig for tab, direkte såvel som indirekte, som brugere måtte lide ved at anvende de indlagte informationer.