

Fra fedekalv til fødevaredata

- hvordan gennemføres en repræsentativ sampling?

Af Kirsten Jensen, Mianne Tenna Darré og
Lars O. Blaabjerg, Danish Meat Research
Institute, Teknologisk Institut

Det er en velkendt problematik, at såvel sampling som analyse-usikkerhed har indflydelse på det endelige analyseresultat, hvor arbejdet omkring udvikling og optimering af metoder traditionelt har fået mest opmærksomhed. Realiteten er mere eller mindre værdiløse analyseresultater, på trods af kvalitetssikrede metoder, hvis proceduren omkring sampling ikke er repræsentativ for det oprindelige udgangsmateriale.

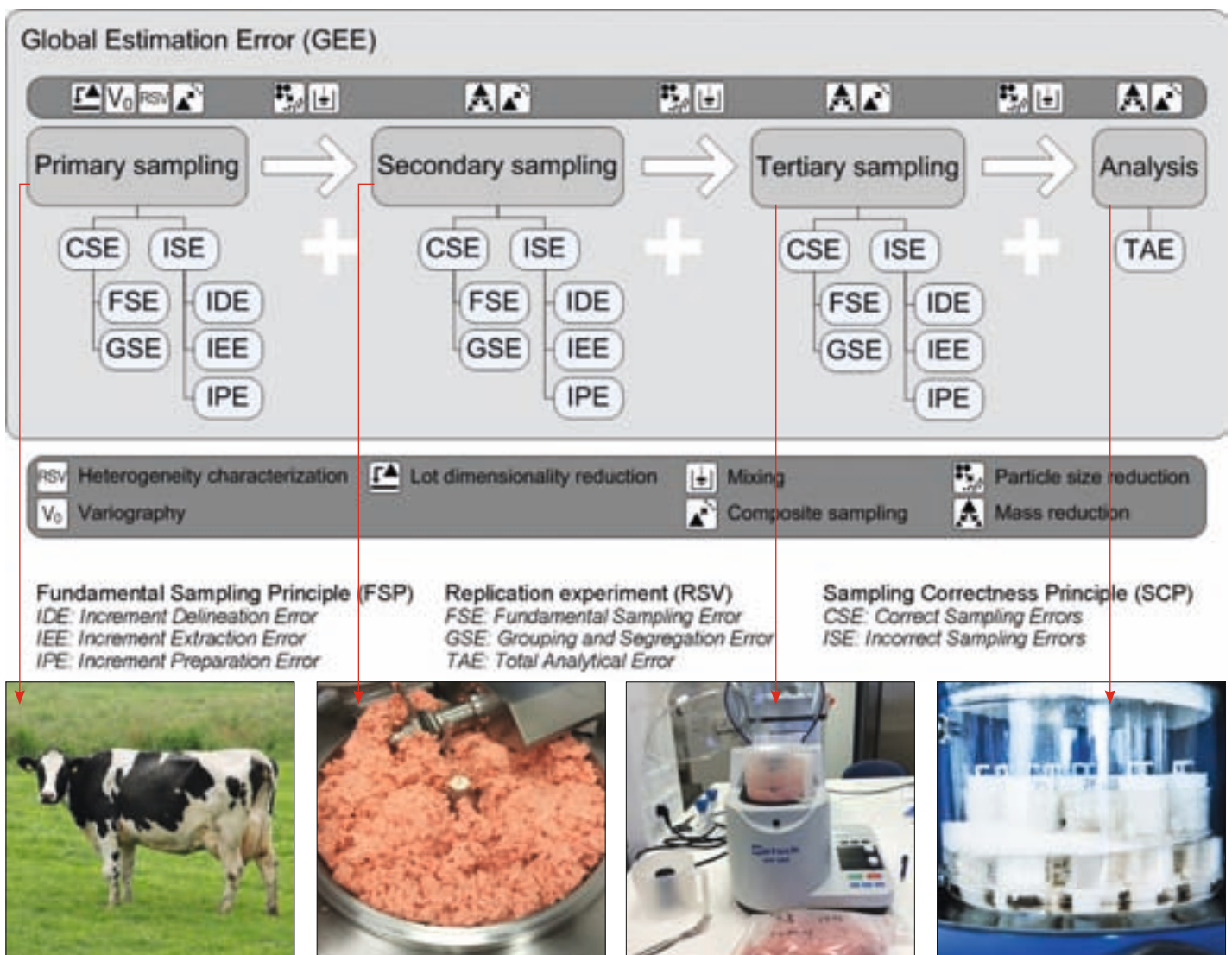
Inden for fødevarerområdet er en repræsentativ sampling af afgørende betydning i forbindelse med risikovurderinger [1]. Men det kan have stor betydning ved udarbejdelse af valide næringsdeklarationer, eller når formålet er kalibrering af indirekte metoder til kvalitetssikring af fødevarer.

Danish Meat Research Institute (DMRI) har tidligere arbej-

det med fremskaffelse af tidssvarende data om næringsværdi i okse- og kalvekød [2,3]. Helt aktuelt arbejdes der i et EU-projekt med test af prototype til in-line-bestemmelse af fedt i biprodukter fra okse- og svinekød (Trimscan <http://trimscan.eu/>). I begge projekter har planlægningen og udførelsen af en repræsentativ sampling været meget væsentlig. Arbejdet har i store træk fulgt DS-3077 [4], der er en matrix-uafhængig standard, baseret på Theory of Sampling (TOS). Processen er illustreret i figur 1, der viser sammenhængen mellem samplingstrin og fejlkilder, tre styringsværktøjer (heterogeneity, variography, lot dimensionality reduction) og fire praktiske procedurer (mixing, particle size reduction, composite sampling, mass reduction) [4].

Case 1 - Næringsværdi i okse- og kalvekød

Eksisterende data i fødevaredatabasen Foodcomp er blevet indsamlet over en længere årrække, og inden for okse- og



Figur 1. Matrix-uafhængig standard til repræsentativ sampling, mod. e. Dansk Standard (DS-3077).

Tabel 1. Primær sampling.

Okser udvalgt fra racen Holstein-Frieser (SDM/sortbroget dansk malkerace), efter European Union beef carcass classification system (EUROP). For vægt, form- og fedmeklasse er middelværdi fra klassifikationsstatistikken angivet øverst, mens udvælgelsesinterval er angivet nederst i parentes.

Gruppe	Kategori	Antal	Vægt (kg)	Alder (mdr.)	Formklasse	Fedmeklasse	Farveklasse
OKSE	A-2 (ungtyr)	2	267,3 [250-275]	12-14	5,4 [O-/O] (4-5)	2,6 [2-3]	3
	E-6 (Kvie)	1	279,6 [265-295]	20-27	5,7 [O-/O] (4-5)	3,2 [3-4]	3
	D-8 (ung ko)	1	262 [242-282]	30-38	207 [P/P+] (2-3)	2,5 [2-3]	3
	D-9 (Ko)	4	299 [280-310]	50-68	3,1 [P/P+/O-] (2-4)	2,7 [2-3]	3-4

Formklasse: E, U, R, O, P. E ekstraordinær muskelfylde, P ringe muskelfylde. Suppleret med 15-trinsskala.

Fedmeklasse: Talglag vurderet ud fra skala i 5 klasser, fra 1, tyndt talgdække til 5, tykt talgdække.

Farveklasse: Vurderes ud fra en dansk skala i 5 klasser, fra 1, ekstra lys, til 5, mørk/gul farve.

kalvekød er datagrundlaget spinkelt og utidssvarende. F.eks. blev data fra ”Okse, lårtunge” fastlagt i 1981 ud fra tre dyr. Der har derfor været behov for tidssvarende data til brug for udarbejdelse af obligatoriske næringsdeklarationer, dokumenteret som en repræsentativ gennemsnitlig sammensætning af næringsindholdet.

repræsenterer hovedparten af kvæg i populationen (lot dimensionality reduction), blev udtaget for alle slagtedyr. Slagtekroppene blev skåret i specifikke udskæringer på slagteriet, defineret ud fra produktkatalog [5]. Som eksempel er vist en udskæring af Longloin i figur 2. Denne udskæring består af 19 deludskæringer. I hver deludskæring indgik otte



Figur 2. Longloin. Ryg med hel mørbrad. Mørbradhoved løsnes ned til 1. led mellem hofteben og lændehvirvel, hvor ryggen med mørbrad afskæres låret.

Primær sampling

I den primære sampling blev populationens sammensætning vurderet (heterogeneity) ud fra klassificerings-karakteristikaene vægt, alder, formklasse, fedningsgrad og farve, jf. tabel 1 vist for okser [2]. På baggrund af dette blev der udtaget otte gennemsnitlige okser (ungtyre, ungkøer, køer), hvor fordelingen af hver kvægkategori på årsbasis blev taget i betragtning. Kreatur-racen Holstein-Frieser (SDM/sortbroget dansk malkerace), der

prøver, én fra hvert dyr, der blev poollet til en prøve. Det muliggjorde, at et væsentligt større antal udskæringer kunne indgå i prøvesamlingen.

Kvalitetssikring af pooling blev dokumenteret for henholdsvis en mager og en fed okseudskæring, idet kemiske analyser blev foretaget på både den poollede prøve og alle de udtagne enkeltprøver fra de slagtedyr, som udgjorde den poollede prøve [2].

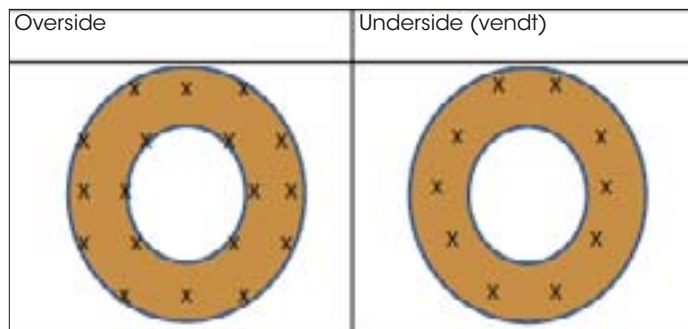


Figur 3. Hurtighakker, 30 l - Kilia.

Homogenisering af udskæringer (Particle size reduction/mixing)

Prøverne blev homogeniseret efter følgende procedure:

1. <5 kg: homogenisering i kødhakker (Bizerba FW 70, 2 mm hulskive, 2 gange).
2. 5-25 kg: homogenisering i hurtighakker (KILIA), se figur 3. Fedtlag i skål og låg skræbes af og blandes i prøven under kørslen.
3. >25 kg: deles i to portioner á maks. 20 kg, homogenisering i hurtighakker.



Figur 4. Sekundær sampling.

Sekundær sampling

Der blev udtaget ca. 1 kg prøvemateriale til videre neddeling, hvor små prøver blev plukket jævnt fordelt fra kødmassen i skålen. Først i yderkant af cirklen og derefter rundt langs indercirklen. Herefter blev kødmassen vendt, med undersiden opad. Fra undersiden blev der tilsvarende udtaget små prøver jævnt fordelt, se figur 4. Ved portioner >25 kg blev der udtaget ca. 500 g, ligeligt fra de to portioner.

Homogenisering af hakket kød

Det udtagne prøvemateriale blev homogeniseret i kødhakker eller i blender (Grindomix, RetschGM 200, 8 sek. ved 9,0 x 1000 rpm), og herefter blandet manuelt med gaffel.

Tertiær sampling

En delmængde af den homogeniserede prøve udtages til analyseprøver. Prøverne opbevares i 50 ml plastbægre ved -20°C indtil analyse.

Det samlede forløb for sekundær og tertiær sampling er vist i figur 5, side 18.

Case 2 - Kalibrering og validering af in-line fedtanalysator - Trimscan

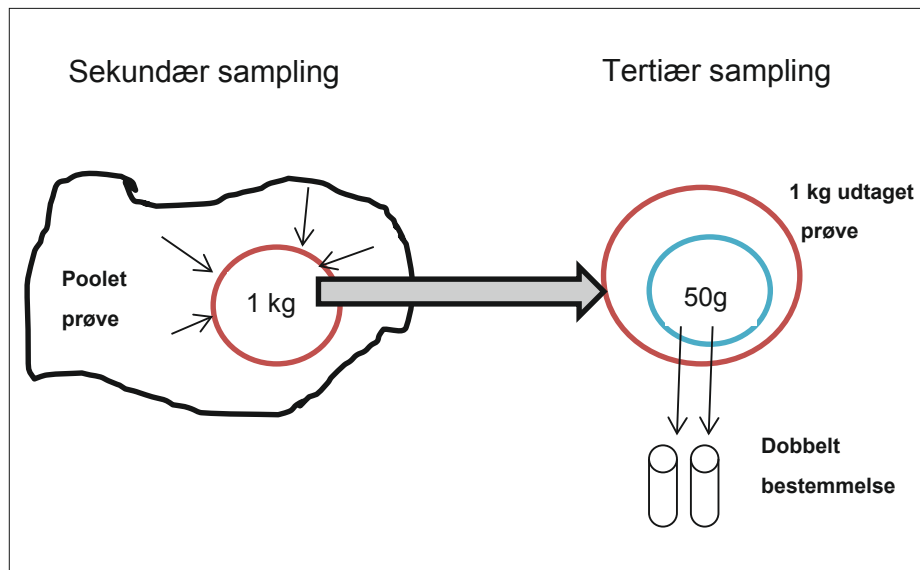
Målet for samplingen var repræsentative prøver til kalibrering og validering af metode til fedtbestemmelse, med udgangspunkt i to vidt forskellige analyseprincipper – en in-line-metode baseret på måling af magnetisk induktion (Trimscan) og en traditionel gravimetrisk analysemetode (ISO 1443), der blev anvendt som referencemetode. ▶



 **RheoSense**
Simply Precise™



Biolab A/S
Sindalsvej 29
DK-8240 Risskov
Telefon 8621 2866
Telefax 8621 2301
E-mail: sales@biolab.dk



Figur 5. Sampling af homogeniseret prøve.

In-line fedtanalysatoren er udviklet til automatisk at bestemme fedtprocenten i biprodukter fra slagting af svin og kvæg. Biprodukter er primært afpuds af irregulære stykker kød, fremkommet i forbindelse med udbening af slagtekroppe eller specialudskæringer. Det sælges til f.eks. pølseproduktion og afregnes sædvanligvis ud fra indholdet af rent kød (lean). Modtageren benytter desuden lean-procenten til standardisering af fedtprocenten i de færdige produkter, og derfor er præcisionen også vigtig her.

Produktionen af afpuds i EU er stor – ca. 14.000 tons svinekød og ca. 3.500 tons oksekød årligt, så en korrekt estimeret fedtprocent har stor betydning for prisen.

No.	1	2	3	4	5	6	7	8
Kød, g	25000	23200	21400	19600	17800	16000	14200	12400
Fedt, g	0	1800	3600	5400	7200	9000	10800	12600
Fedt, %	5	10	16	21	27	32	37	43

Tabel 2. Kalibreringskurve svin.

Primær sampling

Følgende faktorer indgik i overvejelserne ved den primære sampling til kalibreringskurver: Produkttype, fedtindhold, prøvestørrelse, neddelingsgrad, prøvevolumen, temperatur m.m. Det blev valgt at arbejde med to standardudskæringer fra hver dyreart (kvæg/svin) med henholdsvis højt og lavt fedtindhold, hvorfra der blev fremstillet relevante blandinger.

Alle de undersøgte udskæringer var handelsstandarder (specificeret afpuds), der blev leveret fra skærelinjer på danske slagterier i kasser (E2) á 25 kg.

Neddeling af produkter/blanding af prøver

Fedt- og kødprodukterne blev udskåret i stykker på 5-6 cm³ og afvejet efter tabel 2 til en kalibreringskurve for svinekød. Efter omhyggelig, manuel blanding i kassen (E2) blev overflade- og centrumtemperaturen målt, og prøven var nu klar til måling på fedtanalysatoren.

Sekundær og tertiær sampling

Sampling af prøver til kemisk analyse var enkel – hele prøven, der var anvendt til in-line-måling af fedtindhold, blev anvendt, neddelt og udtaget som beskrevet i den første case.

Diskussion

Case 1

Formålet med denne undersøgelse var at bestemme en repræsentativ gennemsnitlig sammensætning af næringsindholdet i 157 udskæringer af okse- og kalvekød. Hvorvidt otte dyr er meget bedre end tre dyr til at repræsentere populationen, kan give anledning til en diskussion af balancen mellem graden af heterogenitet og omkostning. Antallet blev bestemt på baggrund af anbefalinger og vejledning om tilvejebringelse af data for fødevarers næringsstofsammensætning [6], suppleret med en statistisk vurdering [2]. I praksis er det tidligere vist, at 5 til 10 prøver er tilstrækkelige til at reflektere variationen i de fleste fødevarer [6,7].

Beslutningen om at poole prøverne, frem for at analysere prøverne enkeltvis, blev taget ud fra en vurdering af, at prøvevariationen var uinteressant set i forhold til udarbejdelse af næringsdeklarationer. I Foodcomp er det sædvanligvis også kun en værdi for et gennemsnit, der er anført. Som tidligere nævnt gav pooling af prøverne mulighed for, at et væsentligt større antal udskæringer kunne indgå i prøvesamlingen.

Case 2

Formålet med denne sampling var at udtage repræsentative prøver til kalibrering og validering af analysemetode. For at eliminere effekten af forskellig sammensætning, ud over fedtindholdet, f.eks. andelen af bindevæv, blev det besluttet at fremstille relevante blandinger til kalibreringskurverne ud fra to standardskæringer med henholdsvis højt og lavt fedtindhold. Effekten af forskelle i den kemiske sammensætning er efterfølgende valideret med "rigtige" biprodukter, fremskaffet direkte fra slagtelinjen efter en velovervejet samplingsplan.

Den valgte fremgangsmåde giver mulighed for gentagne målinger med in-line-udstyret på de samme kemiske analyser. Ligesom der kan ændres på fordeling og trimningsstørrelse i at-line-målingerne.

E-mail:

Kirsten Jensen: kij@teknologisk.dk

Artiklen er tidligere udgivet på engelsk i New Food Magazine nr. 2, 2016.

Referencer

1. C. Paoletti, K.H. Esbensen and H.A. Kuiper. The crucial role of proper sampling in food and feed safety assessment. Wcsb7 proceedings. TOS Forum. Issue 5, 2015.
2. Ursula Nana Kehlet & Lars Kristensen. Mættet fedtindhold i dansk okse- og kalvekød. Rapport - DMRI 2012.
3. Ursula Kehlet, Mianne T. Darré, Kirsten Jensen, Niels T. Madsen og Lars Kristensen. Næringsindhold i udskæringer af dansk okse- og kalvekød. Rapport - DMRI 2012.
4. DS-3077: Repræsentativ prøvetagning – Horizontal standard. Dansk standard, 2. udgave, 2013.
5. Produktkatalog – Kalve- og okseudskæringer. Mianne T. Darré. Teknologisk Institut 2011.
6. Gibson RS (2005). Principles of Nutritional Assessment. 2nd edition. Oxford University Press 7.
7. Greenfield H, Southgate DAT (2003). Food Composition data. Production, Management and Use. Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome.