

Afslutningsrapport

Udvikling af metodikker til rutinemæssig
evaluering af smagsfejl i mælk

Mejeribrugets ForskningsFond

Rapport nr. 2005-70

September 2005



mejeriforeningen

danish dairy board

Afslutningsrapport for projektet

Udvikling af metodikker til rutinemæssig evaluering af smagsfejl i mælk

Projektet er gennemført i perioden 1. januar 2002 – 30. april 2004

Et samarbejde mellem Danmarks JordbrugsForskning og Svensk Mjök

Udarbejdet af

Jacob Holm Nielsen, DJF

Finansieret af Mejeribrugets ForskningsFond

Sammendrag

I forbindelse med projektet er der udviklet en ny metode til kvantificering af frie fedtsyrer baseret på fastfase-ekstraktion koblet til gaskromatografi/massespektroskopi (SPE-GCMS), der giver vigtige informationer om, hvilke frie fedtsyrer der forekommer ved lipolyse i mælk. Metoden viser endvidere, at den titreringsbaserede BDI-metode underestimerer niveauet af frie fedtsyrer i mælk. Sensorisk analyse af et større prøvemateriale viser, at der er stor forskel mellem sensoriske panelers følsomhed overfor detektion af smagsfejl og løbende kalibrering. Nøje definition af smagsfejl er vigtig, såfremt man vil anvende mere end ét panel. 'Oxideret flavour' er den hyppigst forekommende smagsfejl i de analyserede prøver og ingen af de mælkeprøver, hvor man fandt en BDI-værdi på >1,2 mmol/100g lipid, blev genkendt som 'rancid' ved sensorisk analyse. Der er høj korrelation mellem BDI-metoden og Autoanalyser-metoden, og det anbefales derfor at anvende Autoanalyser-metoden, idet lipasen deaktiveres ved prøveudtagning og ikke først ved pasteurisering eller ekstraktion i laboratoriet. Der er kun ringe korrelation mellem de deskriptive metoder til bestemmelse af frie fedtsyrer i mælk baseret på Fourier Transformeret IR (FTIR) og analytisk-kemiske metoder. Hurtigmetoder bør derfor kun anvendes til at udpege kritiske mælkeprøver med højt indhold af frie fedtsyrer, og man bør derefter foretage en analyse ved én af de nævnte kemiske metoder.

Summary in English

In connection with the project a new method has been developed for the quantification of free fatty acids based on solid phase extraction coupled with gas chromatography/mass spectroscopy (SPE-GCMS) providing important information on which free fatty acids appear with lipolysis in milk. The method further shows that the titration-based BDI method underestimates the level of free fatty acids in milk. Sensoric analysis of a large sample material shows major differences between sensory panels' sensitivity to detection of taste defects and current calibration. An accurate definition of taste defects is important when using more than one panel. 'Oxidised flavour' is the most common defect in the samples analysed, and none of the milk samples with BDI values in excess of 1.2 mmol/100 g lipid were recognised as 'rancid' in a sensoric analysis. There is high correlation between the BDI method and the Autoanalyzer method, and it is therefore recommended to use the Autoanalyzer method, as the lipase is deactivated at the point of sampling and not at pasteurisation or extraction in the laboratory. There is only little correlation between the descriptive methods for the determination of free fatty acids in milk based on Fourier Transformed IR (FTIR) and analytical/chemical methods. Rapid methods should therefore only be applied to detect critical milk samples with a high content of free fatty acids, and a subsequent analysis using one of the said chemical methods should be performed.

Baggrund

Aroma og smag har stor betydning for forbrugerens præference til mælk og dermed fremtidige valg af mælkeprodukter. Således vil forbrugere (primært børn) ofte fravælge at drikke specifikke mælketyper, såfremt de enkelte gange oplever at mælk ikke er sensorisk acceptabel. Årsagen til smagsfejl er mangeartet, men ofte forbundet med, at kølekæden bliver brudt i detailledet eller hos forbrugeren. Produktionen af mælken er ligeledes betydende for mælkens smag og gennem de seneste år er der rapporteret om talrige smagsfejl i nogle lande. I Sverige gennemføres der organoleptisk analyse af al mælk på gårdniveau, mens man i Danmark ophørte med denne praksis i 1997. I de seneste organoleptiske studier foretaget på dansk mælk fandt man at 1-2% af al indvejet mælk havde smagsfejl. Hyppigst forekommende smagsfejl var afsmag, uren smag, foderafsmag og tallet smag. Udbredelsen af smagsfejl i dansk mælk i dag er ukendt men en øget effektivisering af landbrugene med højtydende køer, ændrede regler for økologisk mælkeproduktion og nye malkningsteknikker har sandsynligvis ikke mindsket forekomsten af smagsfejl i mælk.

Økologisk mælkeproduktion indebærer i dag restriktiv anvendelse af antioxidanter og at al foder er økologisk produceret. Dette betyder i forhold til konventionel mælkeproduktion, at foderrationens sammensætning ændres, og især andelen af bælgeplanter er øget, ligesom der er indført fodertyper som normalt ikke anvendes i konventionel mælkeproduktion, hvilket kan give ophav til ændringer i indholdet af smags- og aromastoffer i mælk. Disse forhold formodes at øge risikoen for smagsfejl og en screening af smagsfejl i økologisk mælk er derfor relevant.

Smagsfejl bliver i Sverige i dag identificeret ved organoleptisk analyse, mens der ikke forekommer nogen organoleptisk analyse af mælk på leverandørniveau i Danmark. En hurtig instrumentiel metode vil være mulig at implementere i begge lande og vil have den fordel, at den ikke er diskutabel med hensyn til paneldeltagernes sikkerhed og reproducerbarhed. Desuden skal prøverne ikke transporteres over lange afstande inden analyse, idet et kalibreret instrument kan forefindes i lokalområderne. Anvendelse af elektronisk næse kan være en mulig måde at identificere smagsfejl og har allerede været anvendt med succes til identifikation af UHT-mælk (Mulville, 2000). Præliminære studier ved Danmarks JordbrugsForskning med den nyeste teknik inden for denne sensortype har vist, at man med nogen succes kan diskriminere mellem mælketyper, hvor kørerne har fået forskellig foder.

Introduktionen af Automatiske Malkesystemer (AMS) har medført øget fokus på lipolyse i mælk, idet studier har vist en signifikant højere koncentration af frie fedtsyrer i mælk (herefter benævnt FFA) fra AMS-besætninger end i mælk fra konventionelle malkesystemer, hvilket sandsynligvis kan tilskrives øget mekanisk belastning af mælkens fedtkugler.

Samme undersøgelse viste, at koncentrationen af frie fedtsyrer ligeledes er foruroligende højt i konventionelt malket mælk (0.86 mmol/100g mælkefedt, BDI), hvilket indikerer et behov for rutinemæssigt at måle indholdet af frie fedtsyrer i mælk.

I Danmark anvendes BDI-metoden til bestemmelse af syregraden i mælk. Denne metode kritiseres for kun at detektere de langkædede fedtsyrer (Brathen, 1980) og ikke de kortkædede fedtsyrer, der direkte giver ophav til smagsfejl. Desuden har lipaserne, der forekommer i mælk, en høj affinitet for at hydrolysere de kortkædede fedtsyrer. Dette gør at syregraden målt med BDI-metoden ikke altid giver et korrekt billede af frie fedtsyrer i mælken. I Sverige anvendes en colorimetrisk metode baseret på en anden ekstraktionsform (Autoanalyser-metoden, IDF Bulletin 265, 1991). Denne metode skulle i højere grad medtage de kortkædede fedtsyrer idet genfindingen for C4:0 er 60% mens der kun genfindes 2% af C4:0 ved BDI-metoden (IDF Bulletin 265, 1991). Ved harmonisering af analyseprocedurerne til bestemmelse af frie fedtsyrer i mælk mellem de to lande undersøges muligheden for at anvende en deskriptiv metode baseret på Fourier Transformeret Infrarød måling (ex. FOSS FT120) og kalibrere denne mod en analytisk metode baseret på gas kromatografi, der medtager såvel kortkædede som langkædede fedtsyrer.

Projektet sigter imod at udvikle og harmonisere en række analytiske metoder, der kan bidrage til detektion af smagsfejl i dansk og svensk mælk og skabe en større viden om udbredelsen af smagsfejl i dansk produceret mælk. Eksisterende kompetence fra såvel Sverige som Danmark vil bidrage til i samarbejde at løse disse problemstillinger og drage nytte af den viden, der foreligger indenfor eksisterende forskningsmiljøer.

Formål

At afdække muligheden for at udvikle nye analytiske metoder til detektion af smags- og kvalitetsfejl i mælk således, at kommende kvalitetsvurdering af mælk i Danmark og Sverige kan bero på fremtidssikrede metodikker.

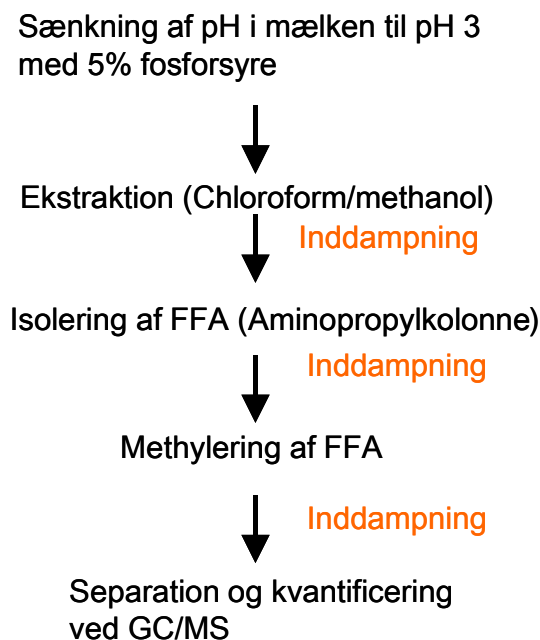
Projektet er at tænkt som et pilotstudium med følgende delmål:

- At undersøge forekomsten af smagsfejl i økologisk mælk ved anvendelse af sensorik
- At undersøge muligheden for anvendelse af elektronisk næse til evaluering af smagsfejl
- At anvende deskriptive metoder (FTIR) til evaluering af indholdet af frie fedtsyrer i mælk hvor kalibreringen er baseret på analytiske metoder, der kvantificerer såvel kortkædede, mellemkædede som langkædede fedtsyrer
- At udbygge samarbejdet med svenske forskningsmiljøer indenfor mælkekvalitets-området og udnytte den allerede etablerede kompetence til at løse danske og svenske problemstillinger vedrørende mælkekvalitet.

Resultater

1. Udvikling af metode til kvantitativ bestemmelse af individuelle frie fedtsyrer i mælk

I forbindelse med projektet er der udviklet en ny metode til kvantificering af individuelle frie fedtsyrer i mælk. Denne metode skulle sikre, at der i modsætning til de i dag anvendte metoder ikke forekommer diskriminering mellem fedtsyrerne, men at alle frie fedtsyrer uanset kædelængde blev kvantificeret. Som udgangspunkt blev metoden baseret på at lipidfraktionen blev ekstraheret med organisk opløsningsmiddel, hvorefter frie fedtsyrer blev isoleret fra denne fraktion ved hjælp af solid phase extraction (SPE). De isolerede fedtsyrer blev herefter methyleret og analyseret ved GC/MS (Figur 1).



Figur 1: Skematisk oversigt over den udviklede metode til bestemmelse af individuelle frie fedtsyrer i mælk

Ekstraktion af lipidfasen

Til ekstraktion af lipid fasen blev benyttet en modificeret metode udviklet af Folch, J., Lees, M., and Sloane Stanley, G.H (1959) for at sikre at alle frie fedtsyrer blev ekstraheret over i en kloroformfase blev pH i mælken umiddelbart før ekstraktion sænket til pH 3 hvilket er lavere end fedtsyrenes pKa værdi. Efter ekstraktion blev lipidfasen inddampet under nitrogen og uden opvarmning for at undgå at de mest flygtige fedtsyrer blev tabt.

Isolering af frie fedtsyrer fra lipidfraktionen

Til isolering af frie fedtsyrer fra lipidfraktionen blev benyttet en metode baseret på solid phase micro extraction (SPE) modificeret efter metoden beskrevet i artiklen "Rapid Separation of Lipid Classes in High Yield and Purity using Bonded Phase Columns" af Kaluzny, M.A., Duncan, L.A. Merritt, M.V., and Epps, D.E. (1985). Det ekstraherede lipid (max. 10 mg) blev påsat en aminopropyl kolonne (500 mg), hvorefter de neutrale lipider blev elueret med 8 ml (2×4 ml) dichlormethan. Herefter blev de frie fedtsyrer elueret med 5 ml eddikesyre (2%) i diethylether. Fraktionen indeholdende de frie fedtsyrer blev herefter inddampet til et volumen på ca. 100 µl.

Derivatisering af frie fedtsyrer

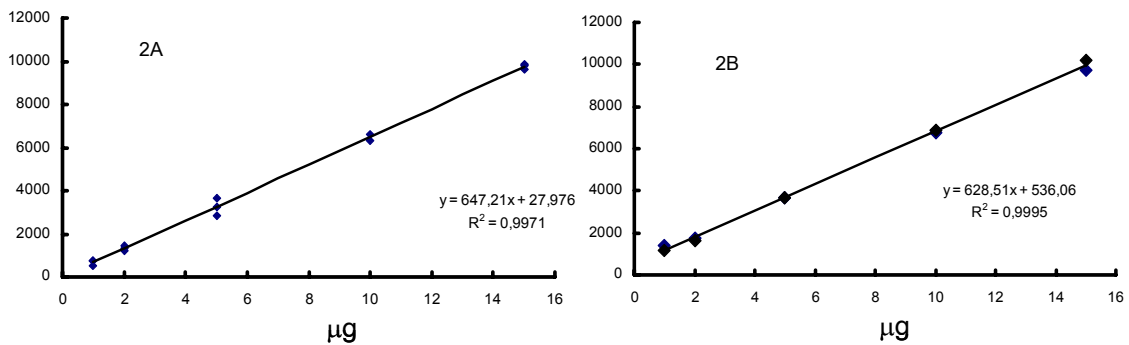
Prøverne blev forsøgt butyleret med bortrifluorid for at øge massen på de letflygtige kortkædede fedtsyrer og derfor lette kvantificeringen. Dette måtte dog opgives, idet vore resultater viste, at der dannedes store mængder af smørsyre under denne proces. I stedet blev de frie fedtsyrer tilsat interne standarder af C5 og C13 methyleret med bortrifluorid, hvilket ikke gav ophav til problemer ved kvantificering.

Separation og kvantificering af frie fedtsyrer

De methylerede frie fedtsyrer blev efterfølgende separeret på GC og identifikation blev baseret på GC/MS

SPE-GCMS metodens egnethed til bestemmelse af frie fedtsyrer

Ovennævnte metode er baseret på en række studier, hvor man har analyseret for genfindning af standarder tilsat til isoleret mælkefedt under forskellig sammensætning af elueringsmidler og -mønder til SPE-kolonner. Figur 2a viser således standardkurven for hexansyre, medens figur 2b viser standard addition af hexansyre til isoleret mælkefedt. Af figuren ses det, at hældningskoefficienten for standardkurven og standard additionskurven er næsten identiske, men med forskellig intercept (krydsning) hvilket indikerer, at metoden er funktionel og man kan identificere relativt små ændringer i indholdet af FFA i lipidet. Det ses endvidere, at der er god linearitet inden for det undersøgte koncentrationsområde.



Figur 2. A: Standardkurve for hexansyre i koncentrationer svarende til hvad man kan finde i mælk. **B:** Standardkurve baseret på addition af hexansyre til isoleret mælkefedt

Metodens reproducerbarhed

Tabel 1 viser reproducerbarheden af den udviklede metode til bestemmelse af frie fedtsyrer ved at analysere samme mælkeprøve gentagne gange (n=10). Resultaterne viser, at reproducerbarheden for de enkelte fedtsyrer udtrykt som standardafvigelsen i % af koncentrationen af frie fedtsyrer ligger mellem 1,9 og 14,8 %, og at standardafvigelsen er størst for de kortkædede fedtsyrer. Metoden synes således egnet til kvantificering af FFA i mælk.

Tabel 1. Individuel fordeling af frie fedtsyrer i mælkefedt opgivet i mmol/100 g lipid (n=10) og standardafvigelse (Std) for analysen i absolutværdi og som % af den absolutte koncentration af frie fedtsyrer

	mmol/100g lipid	Std [mmol/100g]	Std %
C4	0,096	0,014	14,8
C6	0,070	0,006	9,0
C8	0,053	0,005	9,7
C10	0,097	0,008	8,1
C12	0,081	0,004	4,4
C14	0,168	0,005	2,7
C14:1	0,028	0,001	2,1
C16	0,533	0,027	5,0
C16:1	0,050	0,002	3,3
C18	ND	-	-
C18:1	0,277	0,005	1,9
C18:2	0,029	0,001	2,2
C18:3	0,013	0,000	2,6

Hvilken information opnås ved af bestemme frie fedtsyrer med den nyudviklede SPE-GCMS metode?

Tablet 2 viser indholdet af FFA i tre forskellige mælkeprøver. Her får man et klart indtryk af hvilke fedtsyrer, der primært bidrager til indholdet af frie fedtsyrer i mælkeprøverne. Koncentrationerne er opgivet som mmol/100 g mælkefedt og er derfor sammenlignelige med niveauet af FFA bestemt ved BDI-metoden. Det ses her, at i alle tilfælde forekommer niveauet af FFA ved den nyudviklede metode højere i forhold til kvantificering ved BDI-metoden. Og det må konkluderes, at BDI-metoden underestimerer indholdet af frie fedtsyrer i mælk. Den nyudviklede metode gør det endvidere muligt at undersøge, hvilke fedtsyrer der bidrager mest til niveauet af frie fedtsyrer i mælk. Dette synes at afspejle mælkens fedtsyresammensætning. Man kan derfor risikere, at BDI-metoden, der ikke rummer denne mulighed, underestimerer indholdet af specifikke fedtsyrer. Denne metode derfor er vanskelig at anvende, hvis de analyserede sammenlignede prøver har forskellig fedtsyresammensætning. Den nyudviklede metode giver trods det, at den er meget arbejdskrævende, nogle vigtige informationer - ikke mindst i relation forståelse af lipolyse i mælk.

Tablet 2. Koncentrationen (mmol/100g lipid) af individuelle frie fedtsyrer i 3 forskellige mælkeprøver sammenlignet med indholdet af frie fedtsyrer bestemt ved BDI-metoden (mmol/100g lipid)

Prøve	1		2		3	
Fedtsyre	mmol/100g	Mol%	mmol/100g	Mol%	mmol/100g	Mol%
C4	0.096	6.9	0.107	15.3	0.106	14.5
C6	0.040	2.9	0.053	7.6	0.041	5.6
C8	0.045	3.3	0.028	4.1	0.018	2.5
C10	0.107	7.7	0.010	1.4	0.017	2.3
C12	0.103	7.4	0.025	3.6	0.029	3.9
C14	0.177	12.7	0.093	13.4	0.081	11.0
C14:1	0.027	1.9	0.001	0.2	0.006	0.9
C16	0.324	23.3	0.176	25.3	0.177	24.2
C16:1	0.063	4.5	0.002	0.4	0.006	0.8
C18	0.075	5.4	0.040	5.7	0.082	11.2
C18:1	0.449	32.3	0.160	23.0	0.167	22.9
C18:2	0.074	5.3	0	0	0	0
C18:3	0	0	0	0	0	0
Sum	1.578		0.696		0.729	
BDI	1.39		0.55		0.54	

2. Smagsfejl i mælk fra udvalgte gårde

For at belyse forekomsten af smagsfejl i leverandør mælk blev der udvalgt 200 konventionelle og økologiske besætninger og hvor man efterfølgende karakteriserede forekomsten af smagsfejl. Analysen foregik i juni 2003 og årstiden har sandsynligvis indflydelse på det relativt høje antal af smagsfejl som blev påvist. I forbindelse med evalueringen af forekomsten af smagsfejl blev benyttet en række metoder og deres egnethed blev evalueret.

- **Sensorik.** Alle prøver blev evalueret af et svensk såvel som et dansk panel, hvert bestående af 2 personer. Proceduren blev gennemført efter den model, man anvender i Sverige, hvor man har tradition for rutinemæssig sensorisk evaluering af leverandørmælk. Man har ikke foretaget denne evaluering i Danmark siden 1997.
- **Elektronisk næse.** Alle prøver blev evalueret med elektronisk næse (NST-3320)
- **FT-6000.** Alle prøver blev screenet for frie fedtsyrer ved hjælp af Fourier transformeret IR. Dette blev gennemført for at identificere prøver med forskelligt indhold af FFA, der efterfølgende blev analyseret ved nedenstående metoder.
- **FT-120.** Udvalgte mælkeprøver blev analyseret for frie fedtsyrer ved anvendelse af fuldspektrum IR
- **BDI-metoden.** Udvalgte mælkeprøver blev analyseret for frie fedtsyrer ved anvendelse af BDI-metoden
- **Auto-analyser-metoden.** Udvalgte mælkeprøver blev analyseret for frie fedtsyrer ved anvendelse af Auto-analyser-metoden.
- **SPE-GCMS-metoden.** Udvalgte mælkeprøver blev analyseret for frie fedtsyrer ved anvendelse af den nyudviklede SPE-GCMS metode til at kvantificere FFA i mælk.

Forekomst af smagsfejl i mælk bedømt ved sensorik

200 mælkeprøver blev samtidig analyseret af et svensk og et dansk panel. Tabel 3 viser forekomsten af konstaterede smagsfejl i økologisk og konventionelt produceret mælk.

Det svenske panel registrerede smagsfejl i 3,8 % af alle prøver, mens det danske panel fandt smagsfejl i 8,5 % af alle mælkeprøver. Hvis man i stedet kun anerkender en smagsfejl såfremt den identificeres af både det danske og svenske panel, er der smagsfejl i 3,0% af alle mælkeprøver. Tabel 3 viser endvidere, at der er betydeligt flere smagsfejl i økologisk mælk end i konventionelt produceret mælk. Begge paneler finder smagsfejl i konventionelt produceret mælk i 1,5 % af mælkeprøverne mens der identificeres smagsfejl i hele 6% af de økologiske prøver.

Tabel 3. Procentuel antal smagsfejl i 199 analyserede mælkeprøver bedømt af et svensk og dansk sensorisk panel

		Smagsfejl [%]
Samlet (199stk.)	Svensk panel	3,8
	Dansk panel	8,5
	Sammenfaldende (svensk/dansk)	3,0
Alm. Mælk (132 stk.)	Svensk panel	1,9
	Dansk panel	3,0
	Sammenfaldende (svensk/dansk)	1,5
Øko. Mælk (67 stk.)	Svensk panel	7,5
	Dansk panel	19,4
	Sammenfaldende (svensk/dansk)	6,0

Tabel 4 viser typen af smagsfejl identificeret ved sensorik. Her ses det, at der primært er tale mælk med 'oxideret flavour'. Endvidere er begge paneler i stand til at identificere 2 prøver med henholdsvis 'sur' eller 'foder flavour'.

Det danske panel tilkendegav, at 4% af prøverne har lipolytisk smag men ingen af disse prøver har et højt indhold af frie fedtsyrer analyseret ved metoderne til identifikation af FFA. Derimod er de analyserede prøver, hvor man har fundet høje BDI-niveauer for FFA (>1,2), ikke blevet identificeret som mælkeprøver med smagsfejl ved sensorik.

Tabel 4: Typen af smagsfejl i 199 mælkeprøver identificeret af et svensk og dansk sensorisk panel

	Sensorisk deskriptor	Oxidation (34)	Rancid (35)	Feed (37)	Sour (42)	Bitter (43)
Total	Svensk panel	4	0	2,5	1	0
	Dansk panel	8	4	2	1	2
	Fundet af begge paneler	3	0	1	1	0
	Fundet af begge paneler (%)	1,5	0	0,5	0,5	0
Konventionel	Svensk panel	1	0	2	0	0
	Dansk panel	1	2	1	0	0
	Fundet af begge paneler	1	0	1	0	0
	Fundet af begge paneler (%)	0,8		0,8		
Økologisk	Svensk panel	3	0	1	1	0
	Dansk panel	7	2	1	1	2
	Fundet af begge paneler	2	0	0	1	0
	Fundet af begge paneler (%)	3,0	0	0	1,5	0

Ved at indhente nye mælkeprøver 4 uger efter den første sensoriske analyse fra gårde, hvor der registreredes smagsfejl, blev der ikke registreret yderligere smagsfejl i disse prøver, hvorfor de iagttagne smagsfejl synes at være et overgangsfænomen.

Anvendelse af elektronisk næse til identifikation af smagsfejl

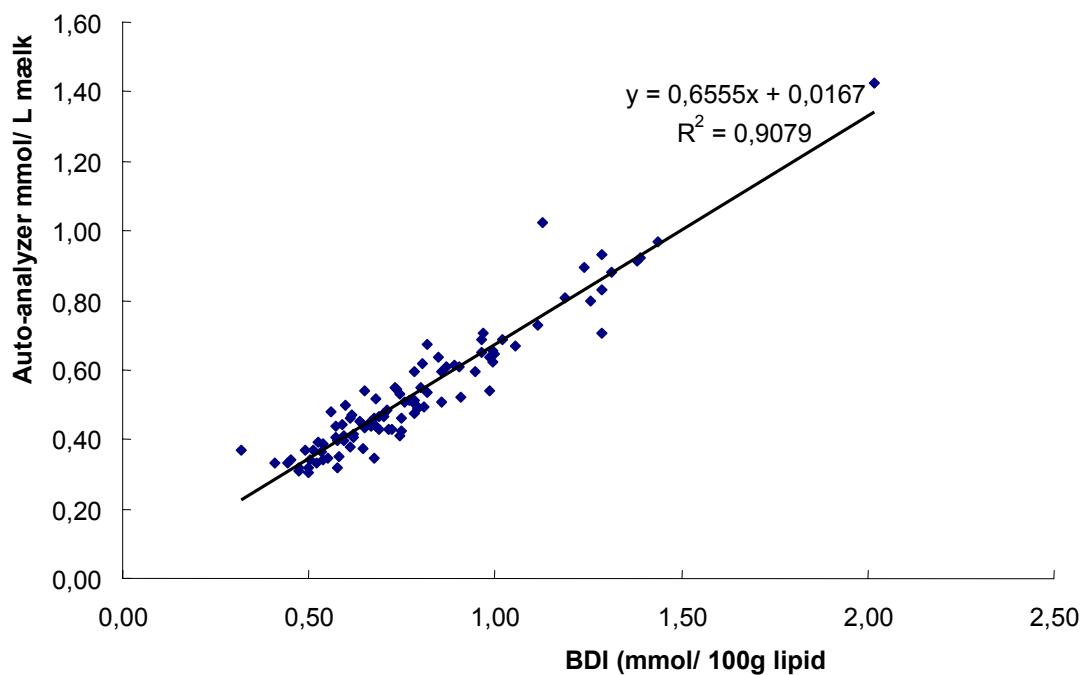
Samtlige mælkeprøver, der indgik i analysen blev analyseret ved hjælp af elektronisk næse (NST 3320). Denne var optimeret til analyse af oxideret smag og havde tidligere med fordel være anvendt til analyse af oxidation i kærnemælk. Ved analysen anvendtes kombination af forskellige sensorer, men det lykkedes ikke at identificere nogle af de prøver der sensorisk var bedømt som havende smagsfejl. Det konkluderes derfor at denne type af elektronisk næse kun kan anvendes til identifikation af mere udtalte oxidationsfejl.

Sammenligning mellem BDI- og Autoanalyser-metoden til bestemmelse af frie fedtsyrer i mælk

I Danmark er der tradition for at anvende BDI-metoden til bestemmelse af frie fedtsyrer i mælk mens man i Sverige anvender Autoanalyser-metoden. I projektet blev der derfor foretaget en analyse af korrelationen mellem disse metoder, idet litteraturen påpeger at Autoanalyser-metoden skulle have større genfinding af de kortkædede frie fedtsyrer.

Figur 3 viser korrelationen mellem de to metoder og man ser en meget høj korrelation ($R^2 = 0,91$). Dette betyder, at de to metoder sandsynligvis er lige egnede til bestemmelse af frie fedtsyrer i mælk. Dog må det bemærkes, at Autoanalyser-metoden udmærker sig ved at man skal anvende betydeligt mindre mælkemængder end BDI-metoden og lipasen inaktiveres i samme øjeblik at mælkeprøven udtages på gården og kan opbevares til det er belejligt at analysere prøven. BDI-analysen kræver, at analysen foretages i samme tidsinterval efter prøveudtagning, idet lipasen først inaktiveres i forbindelse med analysen eller hvis man pasteuriserer prøven.

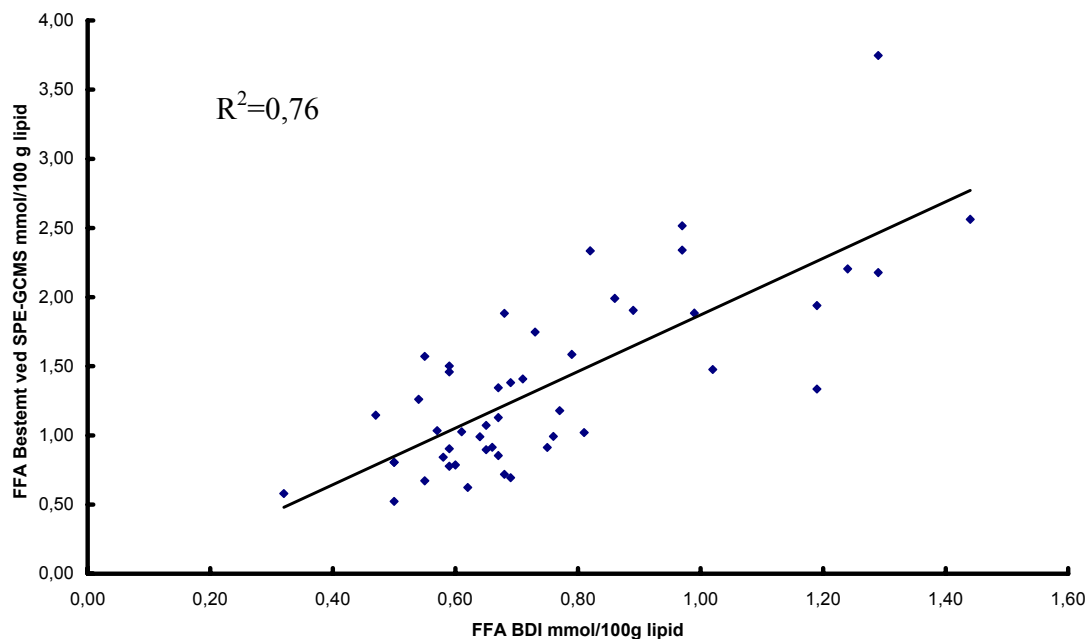
Man bør derfor overveje at introducere Autoanalyser-metoden til analyse af frie fedtsyrer i leverandørmælk i Danmark.



Figur 3. Korrelation mellem frie fedtsyrer bestemt ved BDI metoden og Autoanalyser metoden

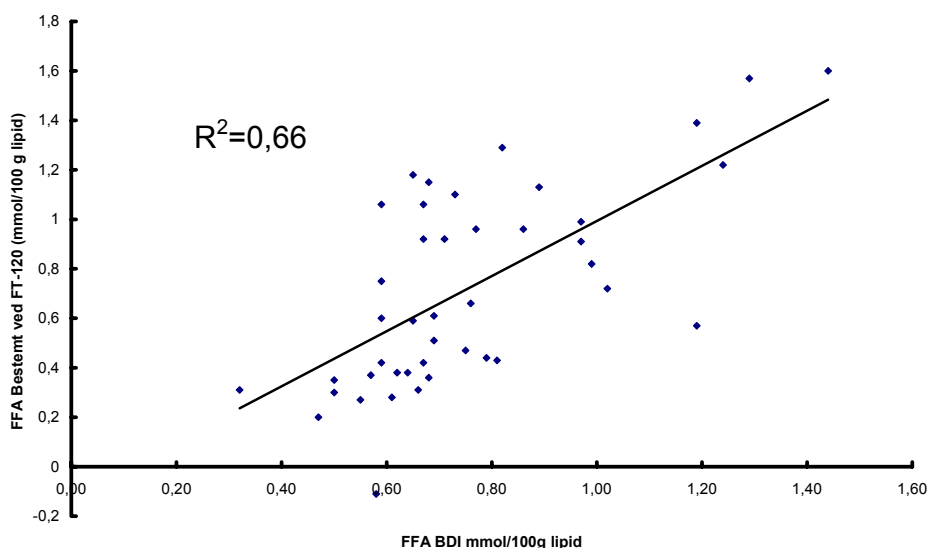
Korrelation mellem analytiske kemiske metoder og deskriptive metoder til bestemmelse af frie fedtsyrer i mælk

Figur 4 viser korrelationen mellem indholdet af frie fedtsyrer i mælk bestemt ved BDI-metoden og baseret på bestemmelse ved anvendelse den nyudviklede metode baseret på SPE-GCMS



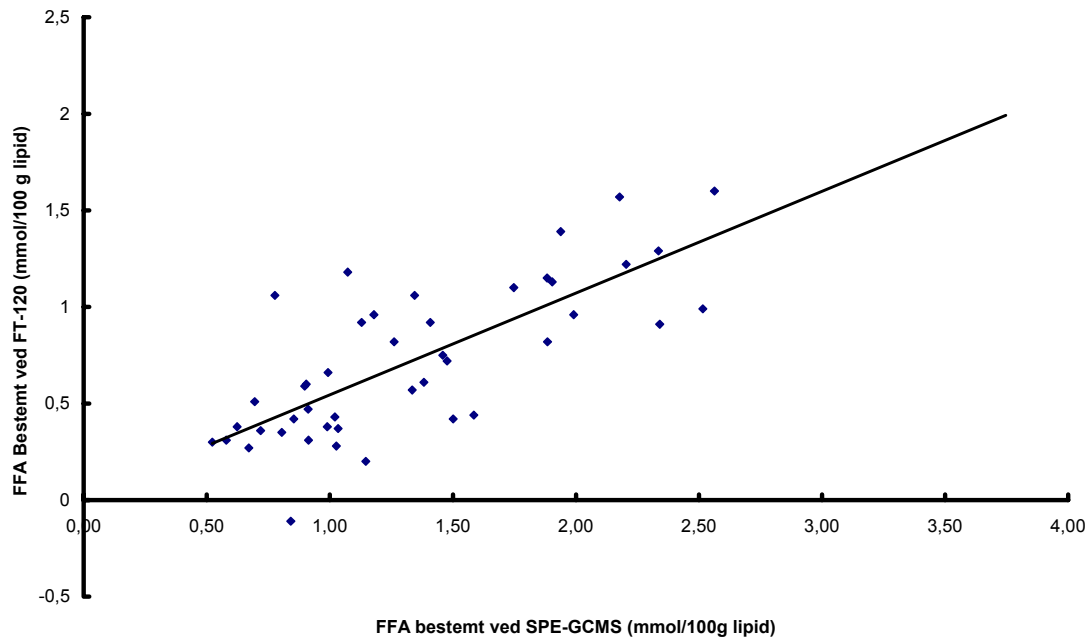
Figur 4. Korrelation mellem frie fedtsyrer i mælk bestemt ved BDI-metoden og den nyudviklede SPE-GCMS metode

Det ses, at der er en relativt høj korrelation ($R^2=0,76$), men samtidig forekommer der en underestimering af frie fedtsyrer ved anvendelse af BDI-metoden. Ved sammenligning mellem BDI-metoden og frie fedtsyrer bestemt ved FT-120 fandtes en korrelation på 0,66 hvilket indikerer, at denne metode ikke er optimal til evaluering af frie fedtsyrer i mælk (se figur 5)



Figur 5. Korrelation mellem indholdet af frie fedtsyrer i mælk bestemt ved BDI-metoden og en deskriptiv metode baseret på FT-120

Ved anvendelse af den nye metode til bestemmelse af frie fedtsyrer baseret på SPE-GCMS blev der fundet en højere korrelation til hurtigmetoden baseret på FT-120 (se figur 6) ($R^2=0,75$). Denne højere korrelation bekræfter den nyudviklede metodes egnethed til kalibrering af hurtigmetoder.



Figur 6. Korrelation mellem SPE-GCMS metoden til bestemmelse af frie fedtsyrer i mælk og hurtigmetoden baseret på Fourier transformeret IR (FT-120)

Konklusion

- Den nyudviklede metode til kvantificering frie fedtsyrer baseret på SPE-GCMS giver vigtige informationer om hvilke frie fedtsyrer der forekommer ved lipolyse og viser, at BDI-metoden underestimerer niveauet af frie fedtsyrer i mælk
- Sensorisk analyse af et større prøvemateriale viser, at der er stor forskel på sensoriske panelers følsomhed overfor detektion af smagsfejl og løbende kalibrering af sensoriske paneler og nøje definition af smagsfejl er vigtig, såfremt man vil anvende mere end et panel
- Oxideret flavour er hyppigst forekommende smagsfejl og ingen af de mælkeprøver, hvor man fandt en BDI-værdi på $>1,2$ mmol/100g lipid blev genkendt som 'rancid' ved sensorik
- Der er høj korrelation mellem BDI-metoden og Autoanalyser-metoden, og det anbefales derfor at anvende Autoanalyser-metoden, idet lipasen deaktiveres ved prøveudtagning og ikke ved først ved pasteurisering eller ekstraktion i laboratoriet.
- Der er kun ringe korrelation mellem de deskriptive metoder til bestemmelse af frie fedtsyrer i mælk baseret på Fourier transformeret IR og den analytiske metode. Hurtigmetoder bør derfor kun anvendes til at udpege kritiske prøver og man bør derefter foretage en analyse ved en af de nævnte kemiske metoder.

Artikler

Metodeartikel under udarbejdelse

Populærartikler

Indlæg til Mælkeritidende under udarbejdelse

Nationalt og internationalt samarbejde

Projektet er et samarbejde mellem Danmarks JordbrugsForskning, Mejeriforeningen, Steins Laboratorium og Svensk Mjök.

Vurdering af projektets praktiske og videnskabelige betydning for mejeribruget

Projektet, som var søgt hjem som et pilotprojekt, har givet en indgående viden omkring forskellige metoders egnethed til detektion af smagsfejl og har bidraget med en ny metode, der eventuelt kan anvendes til kalibrering af fremtidigt måleudstyr

Projektets relationer til andre/nye forskningsaktiviteter

Projektet er forløbet sideløbende med projektet "Orsaker till avvikende lukt och smak i leverantörmjök" ledet af Anders Gustafsson fra Svensk Mjök og har haft deltagelse af Martin Weisbjerg, DJF og Inger Andersson, Svensk Mjök.

Referencer:

Autoanalyser-metoden, IDF Bulletin 265, 1991

Folch, J., Lees, M., and Sloane Stanley, G.H (1957) J. Biol Chem. 497

Kaluzny, M.A., Duncan, L.A. Merritt, M.V., and Epps, D.E. (1985). J. Lipid Res. 135

