

UNIVERSITETET FOR MILJØ- OG BIOVITENSKAP



Sammendrag

Dannelse av flyktige komponenter i spekesinker påvirkes av mange faktorer, hoved målet for denne oppgaven var og «Finne hvordan forskjellig rase og prosess påvirker flyktige komponenter og farge. Samt finne eventuelle forskjeller i fargestabiliteten hos skinker produsert med nitritt kontra produsert uten nitritt.»

Det ble analysert 88 prøver av spekeskinke for flyktige komponenter. Spekeskinkene var produsert fra tre griseraser, Norsk Landsvin, Hampshire og Duroc. Grisene ble slaktet etter 6, 7,5 og 9 måneder. Disse ble produsert ved tre ulike prosesser. Disse analysene ble gjennomført ved hjelp av Headspace GCMS.

Det ble tatt fargemålinger av 28 spekekinkeprøver, målingene ble gjort med NIR, Minolta og Fluorosens. Det ble brukt prøver fra to prosesser, prosess 1 og 2. Og to aldre på gris, alder 6 og 9 måneder. Disse prøvene ble med i et lagringsforsøk som varte i 93 dager. Noen av prøvene ble lagt under lys i deler av perioden for å se hvordan lyset påvirket fargen. Det ble tatt målinger av prøvene flere ganger i denne perioden.

Det ble påvist signifikante forskjeller ved dannelsen av flyktige komponenter for alder på gris, produksjonsprosess og griserase.

Det ble påvist signifikante forskjeller på fargemålingene tatt med Minolta og Fluorosens for produksjonsprosess og alder på gris.

Abstract

The formation of volatile components in dry-cured hams on the establishment of a lot of factors, the main objective of this work was to "find how different breed and process affects the volatile components, and color. As well as find any differences in the color stability of the hams produced with nitrite versus produced without nitrite. "

It was analyzed the 88 samples of cured ham for volatile components. Dry cured ham was produced from the three Pig breeds, Norwegian Landrace, Hampshire and Duroc. The pigs were slaughtered after 6, 7,5 and 9 months. These were produced by three different processes. These analyses were carried out using Headspace GCMS.

It was taken the color measurements of 28 dry cured ham samples, the measurements were made with the NIR, Minolta and Fluorescence. It was used samples from the two processes, process 1 and 2. And two ages of the pig 6 and 9 months. These samples were included in a storage test, which lasted for 93 days. Some of the samples were exposed to light during parts of the period, to see how light affected the color. It was taken measurements of the samples several times during this period.

It was found significant differences by the formation of volatile components for the age of the pig, the manufacturing process and the pig race.

It was found significant differences in the color readings taken with Minolta and Fluorescence of the production process and the age of the pig.

Innhold

2 Innledning.....	5
2 Teori.....	6
2.1 Endringer under produksjonsprosessen.....	6
2.2 Proteolyse.....	8
2.3 Lipolyse.....	10
2.4 Fargedannelse i spekeskinker.....	12
2.5 Smaksutvikling.....	13
4 Materialer og metoder.....	16
4.1 Grise produksjon.....	16
4.1 Produksjon av spekeskinke.....	17
4.2 Analysemetoder.....	18
4.2.1 Prøveopparbeidelse til Dynamisk headspace / Gass chromatography.....	18
4.2.2 Headspace metode.....	19
4.2.3 Gasskromatografi og Masse spektrometri metode.....	20
4.2.4 Prosedyre opparbeidelse av ekstern standard.....	21
4.2.5 Slicing og pakking av prøver.....	22
4.2.6 Lagring av prøver til fargemålinger.....	22
4.2.6 Prosedyre fluorescens.....	23
4.2.7 Prosedyre NIRS.....	23
4.2.8 Prosedyre Minolta.....	24
4.2.9 Statistikk.....	24
5 Resultat og Diskusjon.....	25
5.1 Forsøk 1- analyse av flyktige komponenter fra ulike spekeskinker.....	25
5.1.1 Flyktige komponenter prosesspåvirkning.....	28
5.1.2 Flyktige komponenter rase påvirkning.....	30
5.1.3 Flyktige komponenter påvirkning av alder på gris prosess 1.....	36
5.2 Forsøk 2: fargestabilitet i slicede spekeskinker.....	43
5.2.1 Fluorescens.....	43
5.2.1 Sammenligning av prosesser tilsatt nitritt mot ikke tilsatt nitritt.....	43
5.2.2 NIR.....	47
5.2.3 Minolta.....	50
6 Diskusjon.....	53

6.1	Prosesspåvirkning.....	53
6.2	Påvirkning av griserase brukt i spekeskinke produksjon.....	53
6.3	Påvirkning av alder på grisene brukt i produksjon av spekeskinke.....	53
6.4	Farge og fargestabilitet.....	53
7	Mulig videre arbeid	54
8	Konklusjon	55
9	Kilder.....	56
10	vedlegg	58

2 Innledning

En diskusjon angående lagring av spekeskinker som jeg hadde med min sjef og gode kollega Geir Inge Høistad på Norutra Tynset før jul 2009, førte til at vi ble enige om at et studie på UMB ville være nyttig for bedriften. Takk skal du ha Geir Inge for tilliten du har vist meg.

Målet med denne oppgaven er å finne ut om forskjellig rase og prosess påvirker flyktige komponenter og farge. Samt finne eventuelle forskjeller i fargestabiliteten hos skinker produsert med nitritt kontra produsert uten nitritt. Jeg håper jeg kan bruke kunnskapen jeg har fått gjennom disse årene til å utvikle Nortura Tynset til å bli en enda bedre produsent av spekemat.

Denne oppgaven baserer seg på råstoff fra et prosjekt som Animalia styrer, takk til alle dere som har bidratt fra Animalia. Spesiell takk til Linda Storustløyken som har vært veileder og støtte for meg i dette prosjektet.

På Nofima har jeg fått låne utstyr og fått hjelp av Frank Lundby til fluorescens målinger. Her er også min veileder Oddvin Sørheim. Takk for hjelpen og tiden dere har satt av til meg.

På UMB har jeg fått mye hjelp av Milena Bjelanovic og selvfølgelig Professor Bjørg Egelanddal mange takk skal du ha.

Så dere hjemme, Lisbet, Line og Kristian. Det skulle ta 2 år nå har det gått langt over 3, takk for tålmodigheten.

2 Teori

Produksjon av spekemat er en gammel tradisjon i Norge og verden forøvrig, spekemat har blitt produsert i århundrer. Norsk spekeskinke produksjon har utviklet seg fra gårdsproduksjon hvor det var viktig å konservere mat for at kjøttet ikke skulle bli ødelagt til en industriproduksjon hvor industrieiernes utbytte har blitt viktig. Dette førte til en endring av den tradisjonelle prosessen slik at norske spekeskinker fikk en kort produksjonstid og høyt saltinnhold i perioden ca. 1970 til ca. 2000. Nitritt ble i denne perioden brukt under salting i denne perioden.

I de senere år har import av spekeskinke fra spesielt Italia og Spania økt interessen for langtidsmodnede spekeskinker, derfor har industrien startet en utvikling i retning av mindre salt og lengere modningstid. Dette har ført til at mange biokjemiske prosesser som tidligere ble undertrykt av høyt saltinnhold og kort produksjonstid nå preger smak og aroma på norsk langtidsmodnet spekeskinke. Det er også utviklet norske langtidsmodnede spekeskinker hvor nitritt ikke brukes noe som gir en helt annen fargedannelse i skinken.

2.1 Endringer under produksjonsprosessen

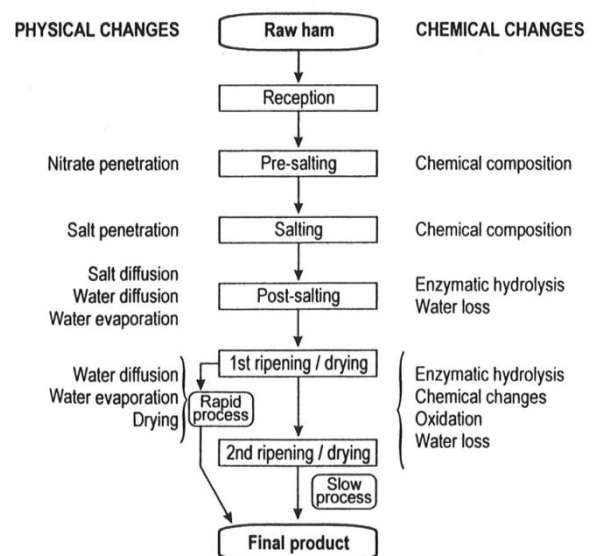
Vanninnhold og vannaktivitet

Kinetikken til kjemiske, enzymatiske og mikrobielle reaksjoner er avhengig av vannaktivitet og vanninnhold. Toldra, (2002)

Salting diffusjon

NaCl må diffundere gjennom vannfasen, dette gjør også at salt i svært liten grad kan diffundere gjennom fett og svor. Marmorering og fettinnhold i skinken påvirker derfor saltinngangen i stor grad.

Etter salting er saltkonsentrasjonen høyest i de ytre musklene, men etter noe av tørkefasen vil dette bildet snu slik at det høyeste salt innholdet vil være i de indre musklene i skinken. Dette er fordi saltet er i vannfasen i produktet og de indre musklene har høyere vanninnhold enn de ytre på slutten av prosessen. Håseth et al. (2012)



Figur 2.1.1 viser hoved endringen av fysiske og kjemiske egenskaper under produksjonsprosessen. (Toldra, 2002)

Farge

Fargen i Spekeskinke påvirkes av fettinnhold og vanninnhold. Men også av innholdet av Hem protein da særlig myoglobin. Fargen i spekemat avhenger av mengden myoglobin i kjøttet, graden av konvertering til nitrosyl pigment og statusen til proteinet. I tillegg er fargen avhengig av bruk av nitritt.

Tekstur egenskaper

Tekstur egenskapene i spekeskinke er en av de viktigste sensoriske egenskapene som oppfattes hos forbrukere. Teksturen er i hovedsak avhengig av vanninnhold, graden av protolyse, innhold av bindevev, fett, og marmoreringen av fett. Den enzymatiske nedbrytningen av myofibriler gir en mykere/mørere spekeskinke, en for omfattende nedbrytning vil gi en for myk nesten svampaktig tekstur. Toldra, (2002)

pH

pH i spekeskinkeråstoff ligger normalt mellom 5,6 og 5,8 og denne øker under prosesseringen. Spesielt skjer dette under slutten av saltutjevningssfasen og starten av tørke/modningsfasen. Dette skjer på grunn av proteolysen og at det dannes frie aminosyrer. Toldra, (2002)

Kjemiske endringer

Flere kjemiske endringer skjer i skinken under prosessen, noen endringer skjer på grunn av vanntap og saltinnhold. Andre endringer skjer som følge av nedbrytning av fett og proteiner. Toldra, (2002)

Enzymatiske endringer

Enzymer involvert i post mortem reaksjoner er i hovedsak aktive helt i starten av prosessen. Protolytiske og lipolytiske enzymer er generelt stabile og er i de fleste tilfeller aktive i hele prosessen, aktiviteten til disse øker når temperaturen økes i tørke/modnings fasen. (Toldra, 2002)

2.2 Proteolyse

Muskel proteaser

Proteolysen i spekeskinke kan variere avhengig av type produkt, mengde endogene proteolytiske enzymer og de spesifikke prosess forhold. Toldra (2002).

Generelt foregår proteolysen i følgende etapper: innledende nedbrytning av myofibrillare proteiner ved hjelp av kalpainer og katepsiner som fører til formasjon av protein fragmenter og middels store polypeptider som resultat av hydrolysen. Videre nedbrytning av disse polypeptidene til små peptider av di- og tripeptidylpeptidaser og til slutt generering av frie aminosyrer ved hjelp av depeptidaser, aminopeptidaser og carboxylpeptidaser.

De viktigste endopeptidasene er katepsiner og kalpainer. Katepsin B, D, H og L er aktive ved syrlig pH. Katepsin B, H og L er aktive gjennom hele spekeskinke prosessen og har god stabilitet gjennom prosessen, Katepsin D er aktiv opptil seks måneder ut i prosessen. Undersøkelser gjort in vitro har vist at katepsiner kan bryte ned forskjellige myofibrill proteiner, slik som titin, myosin «Heavy Chains», aktin, tropomyosin og troponin T og I av katepsin D og L og myosin og aktin med katepsin B. Katepsin H har evne til både aminopedidase og endopeptidase aktivitet. Kalpain I og II, cystein endopeptidase har optimal aktivitet ved nøytral pH. De er avhengig av Ca^{2+} ioner for å aktiveres. Disse enzymene har ikke aktivitet lengere en 10-14 dager ut i spekeskinke prosessen. De kan bryte ned titin, nebulin, C-protein, troponin T og L, tropomyosin, filamin, desmin og vinkulin, men kan ikke bryte ned myosin, aktin, α -aktinin, og troponin C. Toldra (2002).

Muskel exopeptidaser: Disse er involvert i den etterfølgende fasen av proteolytisk nedbrytning. Tri- (TPP) og depeptidylpeptidasene (DPP) genererer tri og depeptider fra N-terminal ende på proteiner og polypeptider. TPP I, DPP I og DPP II har optimal pH lavere en nøytral, altså syrlig pH, TPP II, DPP III og DPP IV er har optimal aktivitet ved nøytral til basisk pH, disse enzymene er svært stabile og er aktive etter 15 mnd., 8 mnd. For DPP II. spekeskinkeprosess. Arginyl (RAP), leusyl (LAP), alanyl (AAP), methionyl (MAP) og pyroglutamyl (PGAP) aminopeptidaser er aktive ved nøytral eller basisk pH. Disse kan generere frie aminosyrer N-terminal hos proteiner og peptider.

Aminopeptidaser er generelt stabile og viser signifikant aktivitet etter 15 mnd. av spekeskinkeprosessen. Toldra (2002)

Protein nedbrytning, peptid generering/nedbrytning

Aktiviteten til kalpainer og katepsiner i en kort prosess som kjøttmørning er assosiert med fragmentering av myofibriler gjennom Z-disk, hydrolysen av desmin, titin og nebulin og dannelsen av to polypeptider men en molekylmasse på 95 og 30 KDa. Dette resulterer i en intens nedbrytning og økt mørhet på kjøttet.

Virkingen av muskel proteaser er enda mer intens i en lang prosess som spekeskinkeprosessen. Myosin «heavy Chains» og «light Chains» 1 og 2, troponin C og I forsvinner mens det formes flere forskjellige proteinfragmenter. Generelt er hydrolysen og uløseligheten mer intens i myofibrill proteinene enn i sacroplasma proteinene. Noen av de viktigste endringene under proteolysen er nedbrytingen og svekkelsen av Z-linjen, samt ødeleggelsen langs muskel fiberne. Aktiviteten til kalpainer er begrenset til de første dagene, katepsin D til de første 6 mnd. og katepsin B, L og H gjennom hele spekeskinkeprosessen. Katepsin B og L spiller den viktigste rolle på grunn av sin pH optimum, stabilitet og høye aktivitet. Toldra (2002)

Som en konsekvens av den intense protolysen genereres det mye frie aminosyrer under spekeskinkeprosessen. Den endelige konsentrasjonen er avhengig av lengden på prosessen og type skinke. Basert på den økte konsentrasjonen av frie aminosyrer, de spesifikke substratene og de spesielle egenskapene til aktivitetene til det enkelte enzym er det mulig å vurdere bidraget fra den enkelte aminopeptidase. Slik ser det ut til at alanyl og methionyl aminopeptidaser er de mest viktige når det gjelder generering av nesten alle frie aminosyrer. Disse fulgt av Arginyl aminopeptidase som genererer arginina og lysina. (Toldra, 2002)

Der ikke annet er angitt er kilden for proteolyse: Meat Science and applications 2001.

2.3 Lipolyse

Som proteolyse er lipolyse en av de viktigste gruppene av biokjemiske reaksjoner for generering av smak og smaksforløpere i produksjonen av spekeskinker.

Lipolyse har direkte innvirkning på smak gjennom dannelsen av frie fettsyrer. Lipolysen danner smaksforløpere som frie flerumetta fettsyrer som inngår som substrat for videre oksidative reaksjoner som danner flyktige forbindelser med spesifikk aroma. Lipolysen bidrar også til teksturen på underhudsfettet ved at triglyserider brytes ned.

Generelt skjer den mest intense lipolysen de første fem månedene av produksjonsprosessen. Lipolysen i spekeskinker kan tilskrives det endogen enzymatiske systemet både i fett og muskelvev på grunn av det lave antallet av mikroorganismer som potensielt har kunnet bidra til dannelsen av mikrobielle lipaser.

Aktiviteten til muskel og fettvev lipaser

Lipolysen i spekeskinker er avhengig av type skinke, mengden av endogen enzym og de spesifikke prosess forhold. Generelt har lipolyse følgende stadier: innledende fett nedbryting ved hydrolyse av store triglyserider initiert av lipaser og hydrolyse av fosfolipider initiert av fosfolipaser, videre nedbryting av genererte di/monoglyserider og lysofosfolipider initiert av monoacylglycerol lipase og lysofosfolipase aktivitet, dette genererer frie fettsyrer som det endelige produktet av lipolysen.

Muskel lipaser

Lysosomal acid lipase er aktiv ved pH 4,5 til 5,5, som er nær pH verdien i postmortem kjøtt, nøytral lipase er aktiv ved pH 7 til 7,5. Begge lipaser har en preferanse for primær ester bindinger til triacylglycerols. Fosfolipaser A1 og A2 spiller en viktig rolle i den biokjemiske stien når det gjelder fosfolipid nedbryting. De katalyserer hydrolysen av henholdsvis 1-acyl og 2-acyl ester fra fosfoglyserider ved grensesnittet lipid/vann. Syre og nøytrale esterases som er svært stabile og aktive har evnen til å hydrolysere kort kjedede fettsyrer fra tri, di og monoacylglyceroler.

Fettvev lipaser.

Disse enzymene er involvert i lipolytisk nedbryting av tri, di og monoglyserider og genererer som følge av denne nedbrytingen frie langkjedede fettsyrer i fettvevet. Det er flere lipaser som er aktive i det nøytrale til basisk pH område og er lokalisert i fettvevet. Hormon sensitive lipase har optimalt pH på 7, og generer frie fettsyrer ved hydrolyse av ester bindinger ved sn-1 og sn-3 posisjonen i tri og deacylglycerols. Monoacylglycerol lipase er også aktivert ved nøytral pH og hydrolyserer monoacylglycerols. Lipoprotein lipase er aktiv ved pH 8,5 og kan hydrolysere primære ester. alle disse enzymene viser aktivitet til og med saltutjevningssfasen, men bare de nøytrale enzymene forblir aktive gjennom tørke/modningsfasen.

Lipid nedbryting

Genereringen av frie fettsyrer i muskel er korrelert med perioden med maksimal fosfolipid nedbryting. De to viktigste fosfolipidene, fosfatidylcholine og fosfatidylethanolamine, blir vesentlig redusert og komposisjonen av frie fettsyrer er svært lik komposisjonen av nedbrutte fosfolipider.

En reduksjon av fettsyrer generert fra fosfolipider er observert under spekeskinkeproduksjon, denne reduksjonen er mer framtrepende under de tidlige stadier i spekeskinke prosessen. Disse fakta bekrefter at muskel fosfolipaser er de viktigste enzymene involvert i muskel lipolyse. Mengden frie fettsyrer generert øker med prosessetid. Etter 6 mnd. er det generert mer frie fettsyrer i overflate muskulaturen som på dette stadiet inneholder mere salt og mindre vann, dette fordi lipase aktivitet blir fremmet av lav vannaktivitet, salt konsentrasjon og pH.

I fettvevet er rundt 90 % triglyserider, disse er hovedsakelig hydrolysert av nøytral lipase til di og monoglyserider og frie fettsyrer. Dette skjer spesielt fram, til 6 mnd. prosessetid, og mengden triglyserider reduseres ned til rundt 76 % i fettvevet.

Generering av frie fettsyrer

Den relative mengden av frie fettsyrer er avhengig av råvaren, spesielt komposisjonen av griseforet og type prosess. Genererings tempo er høyt opptil 10 mnd. ut i prosessen.

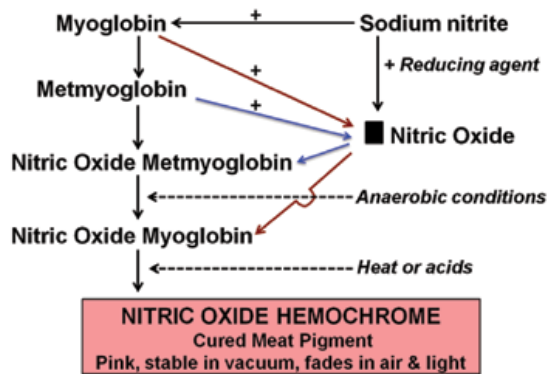
Fettsyrene oljesyre, linolsyre, stearinsyre og palmesyre akkumuleres i høyest mengde, ikke bare fordi de er tilstede i lipidene i større mengde men også fordi de er mer stabile i forhold til oksidasjon. Intensiteten av lipolyse i fettvev er også høy, spesielt i starten av prosessen. Noen av fettsyrene som genereres i større mengder er oljesyre, palmesyre, linolsyre, stearinsyre, myristinsyre og palmitolensyre, kortkjedede fettsyrer genereres i svært liten grad.

Der ikke annet er angitt er kilden for lipolyse: Dry cured meat produkts, Toldra 2002

2.4 Fargedannelse i spekeskinker

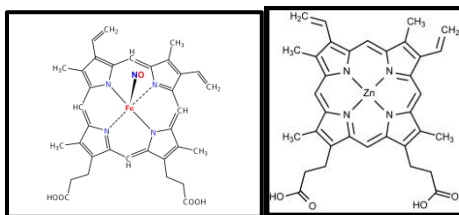
Fargen i spekeskinker er avhengig av den kjemiske formen på hem proteinene og konsentrasjonen av disse. Av disse er myoglobin det viktigste av hem proteinene. (Toldra, 2002)

Når spekeskinker produseres med nitritt / nitrat vil komponenter dannes som en følge av reduksjon av disse reagere med myoglobin slik at det dannes nitrosomyoglobin.



Figur 1.4.1 Farge dannelse i spekeskinker tilsatt nitritt. (fra AMSA meat color measurement guidelines)

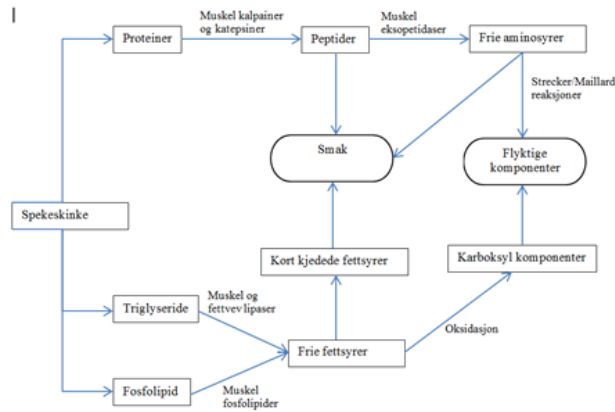
Alderen på dyret påvirker konsentrasjon av myoglobin, eldre dyr har en større andel myoglobin enn yngre. Fargen på spekeskinker uten tilsatt nitritt/nitrat vil være rosa-rød, fargepigmentet er identifisert som Zn-protoporphyrin IX Wakamatsu et al. (2003) fant at tilsetning av nitritt i stor grad hindret dannelse av Zn-protoporphyrin. Mekanismen som danner Zn-protoporphyrin er sannsynlig slik; ved hjelp av enzymet ferrocatalase fjernes jern fra hem, jernet erstattes av zink. Wakamatsu hevder imidlertid at det fortsatt er usikkert om hem er involvert i dannelsen av Zn-protoporphyrin. Chau et al. (2011), Wakamatsu et al. (2010). Det er funn som tyder på at fargen først utvikler seg i spekeskinker uten nitritt ved ca. 40 uker. Wakamatsu et al. (2009, 2003). Fargen på spekeskinker tilsatt nitritt/nitrat vil ha en sterk rødfarge, denne vil være avhengig av hvor mye myoglobin som er omdannet til nitrosomyoglobin. Røkte spekeskinker vil få en overflatefarge fra den pyrolytiske dekomponeringen av trevirke. (Toldra, 2002). Zn-protoporphyrin er fluoriserende, nitrosomyoglobin fluoriserer ikke.



Kjemisk struktur for nitrosomyoglobin til venstre og Zn-protoporphyrin til høyre.

2.5 Smaksutvikling

Smaksutvikling i spekeskinke er en kompleks prosess som involverer mange kjemiske og biokjemiske reaksjoner. I hovedsak gjelder dette reaksjoner som involverer proteiner og lipider. Proteolyse og lipolyse genererer mange ikke flyktige og flyktige forbindelser som influerer på smak og aroma.



Figur 2.5.1 Dannelse av smak og aroma under spekeskinke prosessen. (tilpasset fra Toldra 2002)

Generering av ikke flyktige forbindelser.

Det er kjent at frie aminosyrer og peptider generert gjennom proteolyse bidrar til smak under spekeskinke prosessen. Noen L-aminosyrer som alanin, serin, prolin, glysin, og hydroxyprolin bidrar til søt smak mens phenylalanin, tryptofan, arginin, methionin, valin, laucin og isoleucin bidrar til bitter smak. Surhet er i hovedsak fra glutamin og asparagin syre, histidin og asparagin. Saltsmak kommer fra natrium salter av både glutamin og asparagin syrer og umami fra glutamin syre/mononatrium glutamat. Smaken av peptider er mer komplisert og kommer an på hvilke aminosyrer som er involvert og posisjonen til disse.

Genereringen av peptider og frie aminosyrer er relatert til lengden på produksjonsprosessen, i spekeskinke med lang prosess er det funnet svært høye nivåer. Frie aminosyrer og peptider er smaksaktive og influerer sterkt til smaken på ferdig spekeskinke, for eksempel glutamin syre er relatert til saltsmak, lysin og tyrosin til langtidsmoden smak på Parma skinke. En overdreven protein hydrolyse kan føre til bitter eller metall lignende ettersmak, dette skjer ved en protolytisk indeks høyere en 29-30 %.

Generering av flyktige forbindelser

De fleste flyktige forbindelser i spekeskinke kan relateres til kjemisk eller enzymatisk oksidasjon av umettede fettstoffer og deres interaksjon med proteiner, peptider og frie aminosyrer. Mer en 200 forskjellige flyktige komponenter er rapportert i spekeskinke. De viktigste er hydrokarboner, aldehyder, alkoholer, ketoner, frie fettstoffer fra hydrolyse av triglyserider og fosfolipider, β -laktoner fra dehydrering og dannelse av ringer (cyclization) av β -hydroksysyrer.

Generelt har alkaner nesten ingen lukt, aldehyder har frisk aroma men noen forbindelser har også harsk aroma, noen ketoner har en smør akting aroma og laktoner gir en fruktig aroma.

Aroma i spekemat er forbundet med mange flyktige komponenter som er genereres gjennom følgende reaksjoner:

Nedbryting av aminosyrer

Aminosyrer er et viktig bidrag til dannelsen av flyktige komponenter via, slik som aldehyder, alkoholer og ketoner. For eksempel 2-metyl propanal, 2-metyl butanal og 3-metyl butanal som kan komme fra Strecker nedbryting av aminosyrene valine, isoleucin og leucin. Andre komponenter som dimetyl disulfide er hovedsakelig formet fra aminosyrer som inneholder svovel via Strecker nedbryting til thioier eller gjennom komplekse enzymatiske reaksjoner. Slutt produktet av aminosyre metabolisme er anslått til 6 % av de totale flyktige forbindelsene. (Toldra, 2002)

Reaksjoner mellom aminosyrer og andre komponenter

Noen pyrasiner med forskjellige aromaer er utviklet som en følge av Maillard reaksjoner mellom frie aminosyrer og sukker. Mengden pyrasiner i spekemat er begrenset på grunn av den relativt lave temperaturen under prosessen. Noen pyridiner kan bli generert som følge av reaksjoner mellom aldehyder og amino komponenter. Furaner er formet fra aminosyrer som inneholder svovel og karbohydrater, disse har en lukt av brent gummi som i tørre konsentrasjoner tenderer mot en god stekt aroma.

Oksidasjon

En stor del frie fettsyrer genereres gjennom lipolyse. Umettede fettsyrer opptrer som forløpere til flyktige komponenter, videre oksidative reaksjoner produserer mange av de flyktige komponenter ansvarlig for aromaen. En liten andel av oksidasjon er nødvendig for å få den karakteristiske smaken av spekemat, men for stor oksidasjon kan føre til feil smak, harskheter og gul farge.

Oksidasjon har tre definerte stadier, først initiering hvor frie radikaler skapes, denne reaksjonen er katalysert av lys, fuktighet, varme, metall kationer og noen oksidative enzymer. Andre steg er propagenering, her reagerer frie radikaler med oksygen og danner peroksidradikaler, de reagerer med dobbeltbinding og danner hydroksyperoksider nedbrytingen av hydroperoksider skaper mange sekundære oksidasjons produkter. Det tredje og siste steget er terminering når de frie radikalene reagerer med hverandre og blir inaktive.

En studie av oksidasjons-status og metallkonsentrasjon i fett på Parma skinker er utført. (Ferrari et. al., 2006). Her ble griser foret med tre forskjellige fôrsammensetninger: A uten tilsatt fett, B med 3 % spekk og C 3 % delvis hydrogenert fett. Resultatet viste at det er en korrelasjon mellom den oksidative statusen til Parma skinke fett. Spesielt tilsetning av delvis hydrogenert fett ga et depotfett i skinka som var mer stabilt i forhold til oksidasjon. Det ble også sjekket for metallioner, her ble det funnet at fôrsammensetning C ga en høyere verdi av Ca og Mg i forhold til de to andre fôrsammensetninger. Selv om fôrsammensetning C viste et mer oksidativt stabilt fett advare forfatterne mot å ta i bruk en slik metode da det i forbindelse med hydrogeneringen av fett leder til transformering av linoleic acid til trans elaidic acid.

Hydroperoksider er smakløse men de sekundære oksidasjons produktene bidrar til smak. De viktigste flyktige forbindelsene fra oksidasjon er alifatiske hydrokarboner, alkoholer, aldehyder og ketoner.

Alifatiske hydrokarboner fra autooksidasjon bidrar i liten grad til smak. alkoholer kommer hovedsakelig fra oksidativ dekomponering av bestemte lipider, for eksempel 1-propanol og 1-butanol kan være avledet fra myristoleic acid. Alkoholer har relativt høy terskel for odør.

Aldehyder fra oksidasjon av frie fettsyrer kan reagere med andre komponenter og danne smakskomponenter. Hexanal er et aldehyd som typisk kommer fra linoleic acid oksidasjon. Disse komponentene kan bidra til smak selv i meget små mengder på grunn av lav terskel for odør

Ketoner er produkter fra enten β -keto acid dekarbonylering eller gjennom fettsyre β -oksidasjon, for eksempel 2-heptanone er et produkt fra oksidasjon av linoleic acid.

Estere er avledet fra interaksjon av frie karboksyl fettsyrer og forskjellige alkoholer generert fra lipid oksidasjon i det intramuskulære vevet, den modnede odøren til italienske spekeskinker er positivt påvirket av estere, aromatiske hydrokarboner og ring formede nitrogen komponenter. Ester er påvist i større konsentrasjoner og er karakteristisk i aromaen til italienske skinker hvor nitrat ikke er brukt. Dette skyldes den inhibitoreffekten nitrat har på lipid oksidasjon.

Der ikke annet er angitt er kilden for smaksutvikling: Dry cured meat produkts, Toldra (2002)

4 Materialer og metoder

Varene brukt i forsøket ble produsert med 3 forskjellige prosesser og ved bruk av 3 griser raser, Landsvin, Duroc, og Hampshire.

Oppgaven ble gjennomført med to hoved forsøk, Forsøk 1 for flyktige forbindelser og forsøk 2 for farge og fargestabilitet.

4.1 Grise produksjon

Smågris ble innkjøpt fra fire smågris produsenter. Hver rase kom fra samme produsent med unntak av Duroc som kom fra to produsenter.

Oppforing av alle grisene i forsøket ble gjennomført hos en profesjonell oppdretter. Grisene ble veid en gang hver måned og fôr-rasjonen ble justert i forhold til vekstkurve. Slakting av gris ble gjennomført på samme slakteri etter normale slakterutiner. Tabell 4.1.1 viser gjennomsnitt av slaktevekt for hver rase og alder.

Tabell 4.1.1

Alder	Landsvin	Duroc	Hampshire
9 mnd.	145,3 kg	132,2 kg	142,1 kg
7 mnd.	121,0 kg	116,6 kg	131,7 kg
6 mnd.	97,8 kg	79,0 kg	93,3 kg

4.1 Produksjon av spekeskinke.

Spekeskinke prosessen er en fermenteringsprosess hvor salting og tørking av kjøtt gir en stabil vare med lav vannaktivitet. Prosessen fram til et slikt produkt varierer fra produsent og fra hvilket produkt man ønsker å få fram.

		Prosess 1	Prosess 2	Prosess 3
Salting 1	Temperatur °C	2-4	0-4	4*
	Antall dager	7	10-12	0,6 dager/kg
	Relativ fuktighet	75-95	75-95	Nedlagt i saltekar
Salting 2	Temperatur °C	2-4		4*
	Antall dager	5-7		14
	Relativ fuktighet	75-95		I pressekar
Kald fase / saltutjevning	Temperatur °C	2-4	4-6	4*
	Antall dager	76	40-60	56
	Relativ fuktighet	75-95		70
Røyking	Temperatur °C			18-20
	Antall dager			2
	Relativ fuktighet			70
Modning / tørkefase 1	Temperatur °C	13-15	6-16	4-5
	Antall dager	270-300	>45	14
	Relativ fuktighet	60-80	70-95	i vakuum
Modning / tørkefase 2	Temperatur °C		16-24	8-12
	Antall dager		>35	30
	Relativ fuktighet		70-95	75
Modning / tørkefase 3	Temperatur °C		24-34	8-12
	Antall dager		>30	45
	Relativ fuktighet		70-95	70
Modning / tørkefase 4	Temperatur °C		12-20	
	Antall dager		>35	
	Relativ fuktighet		70-95	
Totalt	Antall dager	>360	>215**	186-242***
*Temperatur var ikke oppgitt, bruker 4 °C i vurderingen				
**Dette er en generell beskrivelse av Serrano produksjon. Produsenten ønsket ikke å oppgi sin egen prosess men henviste til beskrivelsen i boken Dry cured meat Products. (Toldra 2002)				
***Etter ferdigstilling ble skinkene lagt ved 8-12 °C fram til prøveuttak Ca 200 dager				

4.1.2 Prøveuttak

Prøveuttak ble gjennomført hos den enkelteproduksjonsbedrift. En skive fra Biceps femoris til flyktige komponenter og Semimembranosus til fargemålinger ble dissekert fra spekeskinke, "Cross-sectional" prøver i henhold til en standardisert prosedyre ble tatt ut (prøver til hver analyse var alltid fra samme del av muskelen). Prøver ble vakuumpakket og fraktet ved ambient temperatur til lab. Prøvene ble så sortert og fryst ned og oppbevart ved -80 °C fram til analysestart.

4.2 Analysemetoder

4.2.1 Prøveopparbeidelse til Dynamisk headspace / Gass chromatography

Behandling av prøver

Prøve ble tatt ut av -80 °C og oppbevart i kjøll + 4 grader i 12-48 timer.

Opparbeiding av headspace vails

Prøven ble pakket ut og kuttet slik bilde 2 viser, til terninger på ca. 2*2 mm



Bilde 4.2.1: Slik ble prøvene kuttet opp.

Headspace rør og cap ble varmebehandlet i 12 timer ved 120 °C og avkjølt i eksikator.

Bitene ble blandet og det ble veid ca. 2 gram inn i headspace rør, vekt på biten i røret ble notert. Det ble laget tre paralleller av hver prøve. Rørene med biter ble flushet med nitrogen før de forsegles med headspace cap. Rørene ble fryst ned til -80 °C. før plassering i analyseinstrumentet ble prøvene oppbevart minimum 12 timer ved 4 °C. Prøvene ble satt på i denne rekkefølgen:

1. Luft
2. Ekstern standard
3. Luft
4. Prøve1a
5. Prøve1b
6. Prøve 1c
7. Prøve2a
8. Prøve2b
9. Prøve2c
10. Ekstern standard
11. Luft
12. Prøve3a
13. Prøve3b
14. Prøve3c
15. Prøve4a
16. Prøve4b
17. Prøve4c
18. Ekstern standard

Hele prøvesettet ble veid samme dag og på samme rom inkludert vails for luft og ekstern standard.

4.2.2 Headspace metode



Bilde 3: Teledyne Tekmar HT3 headspace autosampler

Analysene ble gjennomført med Teledyne Tekmar HT3 headspace autosampler (Teledyne Tekmar, Mason, OH). Headspace rørene ble forvarmet i 5 minutter til 50 °C Helium gass ble sendt over prøvene i en flow på 50 ml/min i 10 minutter, flyktige komponenter ble fanget opp av 24 cm Tenax®GR med en mesh-størrelse 60/80 absorbent ved 25 °C. (Supelco Analytical, Bellefonte, PA). Desorpsjon av komponenter gjennomføres med en gass-strøm på 75 ml/min i 5 minutter og overføres til GC via overføringslinje på 100 grader C.

Tabell 1: Detaljer HT3 metode

4.2.3 Gasskromatografi og Masse spektrometri metode



Bilde: utstyr brukt for delektering av flyktige komponenter

6890N Network GC system var utstyrt med DB WAXETR 30 m*0,25 mm*0,50 μ m Kapilærkollone (Agilent technologies, Waldbron, Tyskland). 1 ml/min som mobilfase. Temperaturprogram var som følger:

30 °C i 10 minutter, øker 1 °C pr. min. til 40 °C, deretter 3 °C pr. min. til 70 °C før til slutt ble økt med 6,5 °C pr. min. til 230 °C. dette ble etterfulgt av 5 min. holdetid.

5975 Inert XL Mass Selective Detektor (Agilent Technologies) ble brukt for deteksjon av komponentene. Elektroniseringsmodus 70 eV og ionekilde temperatur 200 grader med kontinuerlig skanning fra 33 - 300 m/z.

GC/MS brukte MSD ChemStation D. 02.00.275 som software (AgilentTecnologies), Toppene i kromatogrammene ble identifisert ved hjelp av NIST MS Search 2.0 som er en del av MSD ChemStation D. 02.00.275.

4.2.4 Prosedyre opparbeidelse av ekstern standard

Liste over kjemikalier brukt

Komponent	Leverandør	Renhet	Lot/identifikasjon	Cas nr.
Heptane	Merck	$\geq 99,3$ %	1.04390.2500	142-82-5
Metyl acetate	Alfa Aesan	≥ 98 %	10140558	79-20-9
2,3 Butandione	Fulka	≥ 99 %	417078/1 5500	431-03-8
Hexanal	Merck	≥ 97 %	1190505 14405076	66-25-1
2 pentylfuran	SAFC	≥ 97 %	W331708- sample-k	3777-69-3
3 Metyl butanol	Aldrich	≥ 99 %	S32329-427	123-51-3
2- butanone, 3 hydroxy	Fulka	≥ 97 %	8.20664.0250	513-86-0
Hexanoic acid	Alfa Aesan	≥ 98 %	10156195	142-62-1
Metanol	Merck	$\geq 99,7$ %	1.06007.2500	67-56-1

Stamløsning

En målekolbe på 10 ml ble fylt ca. halvfull med metanol.

Kolben med metanol ble satt på vekt og tareres

Ønsket vekt av standard kjemikaliene ble veid inn i kolben, kolben ble holdt mest mulig lukket.

Når alle kjemikaliene var veid inn ble målekolben fylt til nøyaktig 10 ml med metanol, løsningen blandes ved å snu målekolben.

Denne stamløsningen ble fylt over på flasker og oppbevart i kjøleskap.

Fortynning 1

En målekolbe på 10 ml ble fylt ca. halvfull med metanol. 0,1 ml av stamløsningen ble målt over i målekolben som så fylles med metanol til nøyaktig 10 ml.

Fortynning 1 blandingen ble fylt over på flasker og oppbevart i kjøleskap.

Fortynning 2

En målekolbe på 100 ml ble fylt ca. halvfull med metanol. 1,0 ml av Fortynning 1 måles over i målekolben som så ble fylt med metanol til nøyaktig 100 ml.

Blandingene ble fylt over på flasker og oppbevart i kjøleskap.

Fra Fortynning 2 ble det tatt ut med Hamilton sprøyte.

0,5 μ l = ES1

1,0 μ l = ES2

1,5 μ l = ES3

Uttaket tas over i vials som ble forseglett umiddelbart. Hamilton sprøyte ble skylt i metanol foran hvert uttak.

4.2.5 Slicing og pakking av prøver.

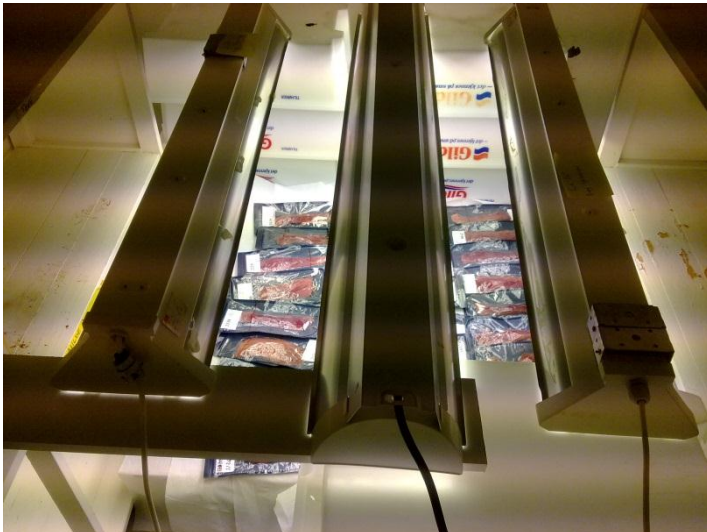
Slicing og pakking av prøvene ble gjennomført ved Norturas anlegg i Sogndal.

Slicing ble gjennomført med en skjæremaskin (Berkel 932), prøvene ble slicet i stabel og lagt over i dyptrekk pakkemaskin (Triomat 2500). Prøvene ble pakket i modernisert atmosfære med et blandingsforhold 70 % CO₂(Biogon C, AGA Norge) og 30 % N₂ (Biogon N, AGA Norge). Det ble brukt en blå farget underbane med laminat oppbygging PETP 18/PETP 12/PEP LDPE 80 PEEL Levert av Amcor flexibles og en klar overbane med laminat oppbygging BOPET23/PE-EVOH-PE 60 levert av Amcor flexibels.

Det ble pakket 3 til 4 pakker frå hver prøve.

4.2.6 Lagring av prøver til fargemålinger.

Etter pakking ble prøvene lagrett ved 4 °C i hele lagringsperioden. Fram til dag 65 ble alle prøvene oppevart i pappkartong. Etter målinger på dag 65 ble prøvene fordelt slik at pakker fra samme spekeskinke prøve ble liggende mørkt og lyst.



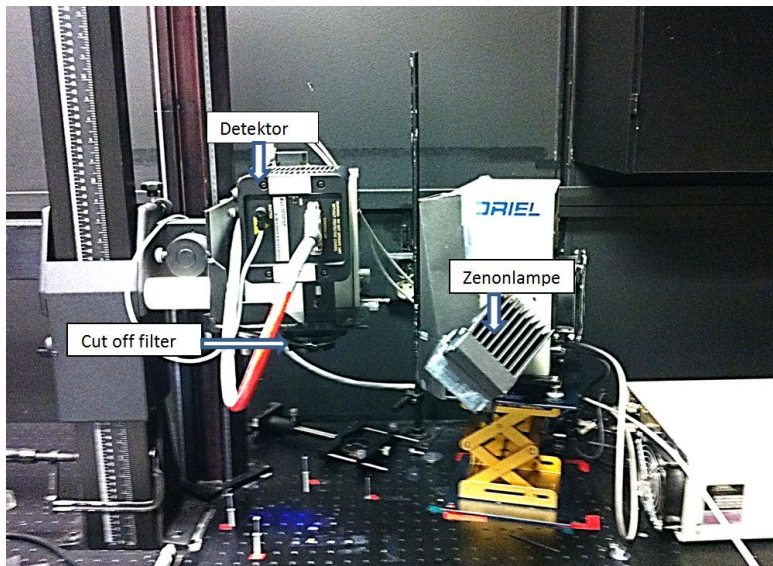
Bilde: Oppsett for lyspåvirkning av prøvene.

Alle lysrør var nye ved start av perioden.(Osram L36W/76)

Det ble foretatt lux måling, prøvene under lys ble utsatt for en lysstyrke på 700 lx – 1000 lx. (detaljer om måleinstrumentet ble ikkje notert).

4.2.6 Prosedyre fluorescens

Målingene ble gjennomført innenfor et område på 400 - 800 nm. med ekstraksjon ved 380 nm. Ekstraksjonslyset ble generert av en 300 W Xenon lys kilde (Oriel 6258, Oriel Corporation, Stratford, CT) og sendt igjennom et 10 nm båndbredde interferensfilter (Oriel 59920). Lyset ble rettet mot prøven i en vinkel på 45° i 5 sekunder. Fluorosens spektra ble overført til en bilde spektrograf (Acton SP-150, Acton Research Corporation, Acton, MA) forbundet til en ladnings koblet enhet (Charge Coupled Device, CCD- kamera) (Roper Scientific NTE/CCD-1340/400-EMB, Roper Scientific, Trenton, NJ). Et "cut-off" filter på 410 nm (Melles Girot 03FCG049) ble plassert foran spektrograf for å undertrykke ekstraksjonslys fra prøvene.



Bilde: Fluorosens instrument brukt i denne oppgaven.

Prøvene var innpakket slik beskrevet i 4.2.5 og målinger ble foretatt gjennom den klare platen. Prøvene ble oppbevart ved 4 °C og merket slik at samme punkt ble målt hver gang. Ved hjelp av en sort metallplate med en sirkulær åpning på 50 mm ble arealet av prøven som ble målt holdt konstant. Ved hjelp av merking på prøvepakken ble metallplaten plassert likt på prøven for alle målinger.

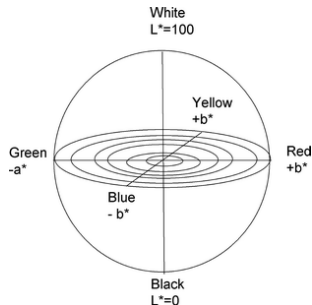
4.2.7 Prosedyre NIRS

Prøvene ble scannet med Foss NIRSystems OptiProbe TM 6500 Analyzer (Foss NIRSystems Inc., Maryland, USA), utstyrt med en interactance fiberoptisk probe (NR-6770-A, Foss NIRSystems) og software fra Vision (2001, NIRSystems). Instrumentet ble testet hver dag før målinger ble gjennomført.

Prøvene var innpakket slik beskrevet i 4.2.5 og målinger ble foretatt gjennom den klare platen. Prøvene ble oppbevart ved 4 °C og merket slik at samme punkt ble målt hver gang.

4.2.8 Prosedyre Minolta

Fargen på prøvene ble målt med Konica Minolta Chroma Meter CR-400 (Konica Minolta Sensing Inc., Osaka, Japan) ved hjelp av glass lysprojeksjon tube CR A 33 med bredt belynings område (61 mm) og illuminant D65. Instrumentet ble kalibrert med en hvit keramisk kalibreringsplate ($L^* = 97,9$, $a^* = 0,05$, $b^* = 2$), før målinger ble gjennomført (CIELAB color space).



Figur 2.6.x

L^* verdien viser hvor lys prøven er, jo høyere verdi jo lysere prøve.
 a^* viser farge fra rød til grønn, jo høyere verdi jo rødere farge.
 b^* beskriver farge fra gul til blå, jo høyere verdi jo gulere farge
(<http://www.konicaminolta.com/instruments/knowledge/color/>).

Prøvene var innpakket slik beskrevet i 4.2.5 og målinger ble foretatt gjennom den klare plasten. Prøvene ble oppbevart ved 4 °C og merket slik at samme punkt ble målt hver gang.

4.2.9 Statistikk

Statistikk programmet R ble brukt for å se på variansen i datasettene, det ble kjørt enveis ANOVA. I R ble det også foretatt Tukey test for å finne signifikante forskjeller mellom grupper av data.

Enveis ANOVA gir gjennomsett og standardavvik for populasjonen, brukes for å se på likheten mellom to eller flere populasjoner.

Excel ble brukt til strukturering av dataene og diagrammer samt regresjonsligninger.

5 Resultat og Diskusjon

5.1 Forsøk 1- analyse av flyktige komponenter fra ulike spekeskinker.

Komponenter måtte være påvist i minimum 50 % av replikantene i en gruppe for og blitt tatt med i vurderingen om hva som skiller prøvene.

Komponenter som er innenfor kriteriene for videre analyse er angitt i tabell 5.1

Tabell 5.1: Viser komponentene som er med i resultatvurderingene i denne oppgaven

IUPAC navn	Gruppe	Aroma	Sannsynlig opprinnelse
2-metylbutanal ⁵	Aldehyd	Brent kakao (Roasted Cocoa) ^a	Strecker fra isoleucin
3-metylbutanal ⁵	Aldehyd	Ostaktig vegetabilsk (Cheesy-green) ^a	Strecker fra leucin
Heptanal ⁵	Aldehyd	Fett (Fatty) ^a	Lipidoksidasjon fra C18:1
Hexanal ⁵	Aldehyd	Vegetabilsk-Fet (Green-grassy) ^a	Lipidoksidasjon fra C18:2
Nonanal ⁵	Aldehyd	Vegetabilsk (Green) ^a	Lipidoksidasjon fra c18:1
2-metylpropanal ⁵	Aldehyd	Ristet, fruktig (toasted, fruity) ^b	Strecker fra Valine
Acetonitrile	Alkannitrile		
3-metyl-1-butanol ⁵	Alkohol	Gjennomtrengende vegetabilsk (Penetrating green) ^a	Lipidoksidasjon eller Strecker nedbryting av aminosyrer
Oct-1-en-3-ol ²	Alkohol	Sopplignende (mushroom-like) ^b	Lipidoksidasjon fra C18:3
Pent-1-en-3-ol ⁵	Alkohol	stekt løk(Onion toasted) ^a	Lipidoksidasjon fra C18:3
Propan-1-ol ⁵	Alkohol	Alkohol (Alcoholic) ^a	Lipidnedbrytning
3-metylbut-2-en-1-ol ⁴	Alkohol	Fruktig (Fruity)	Lipidoksidasjon eller Strecker nedbryting av aminosyrer
Furan-2-ylmethanol ¹	Alkohol	Ikke funnet	Fra nedbrytning av trevirke/ røyk; Maillard reaksjon
(Z)-oct-2-en-1-ol ⁴	Alkohol	Ikke funnet	Lipidnedbrytning fra C18:3
Propan-2-ol ³	Alkohol	Alkohol (Alcoholic) ^a	Strecker nedbrytning
2-metylbut-3-en-2-ol ⁴	Alkohol	Ikke funnet	Lipidoksidasjon eller Strecker nedbryting av aminosyrer
2-methoxyphenol ⁶	Fenol	Kreosot, brent, røyk ^c	Fra nedbrytning av trevirke/ røyk
Heptane ⁵	Alphatic hydrokarbon	Alkalisk (Alkane) ^a	Lipidnedbrytning/C18:1
1-Hexanol ⁵	Alkohol	(Resinius) ^a	Lipidnedbrytning
Octane ⁵	Alphatic hydrokarbon	Alkalisk (Alkane) ^a	Lipidnedbrytning/ C18:1
Ethyl 3-metylbutanoate ³	Ester	Fruktig (Fruity) ^a	Interaksjon mellom frie fettsyrer og alkohol

Ethyl butanoate ⁵	Ester	Eple (Apple) ^a	Interaksjon mellom frie fettsyrer og alkohol
IUPAC navn	Gruppe	Aroma	Sannsynlig opprinnelse
2,3-Butanedione ⁵	Ketoner	Smøraktig (Buttery) ^a	Lipid nedbrytning
Butan-2-one ⁵	Keton	Smøraktig (Buttery) ^a	Fra mikrobielle omsetning/lipid nedbrytning
3-hydroxybutan-2-one ²	Keton	Fruktig	Lipid nedbrytning
Heptan-2-one ⁵	Keton	Såpeaktig (Soapy) ^a	Lipid nedbrytning
Pentan-2-one ¹	Keton	Eterisk (Etheral)	Lipid nedbrytning
1-hydroxypropan-2-one ⁴	Keton	Ikke funnet	Lipid nedbrytning
6-methylhept-5-en-2-one ⁴	Keton	Ikke funnet	Lipid nedbrytning
Propan-2-one ³	Keton	Ikke funnet	Lipid nedbrytning
1H-pyrrole ⁵	Nitrogen komponent	Kjøttaktig (meaty) ^a	Fra aminosyrer i som proline / fra heme.
Dimethyl sulfide ⁵	Svovel komponent	Sure sokker (Dirty socks) ^a	Aminosyrer ved Strecker nedbryting
Butanoic acid ¹	Syre	Harsk (Rancid) ^a	Oksidasjon av aldehyder eller enzymatisk nedbryting av fett
Hexanoic acid ¹	Syre	Svett (Sweaty) ^a	Oksidasjon av aldehyder eller enzymatisk nedbryting av fett
Octanoic Acid ³	Syre	Ikke funnet	Oksidasjon av aldehyder eller enzymatisk nedbryting av fett
2-methylpropanoic acid ³	Syre	Ikke funnet	Oksidasjon av aldehyder eller enzymatisk nedbryting av fett

Aroma: ^aFra Toldra, 2002. ^bFra Carrapiso 2005 ^cfra Guillen et. al. (2002).

Tidligere rapportert komponent i spekesinker: ¹Lopez et.al. (1992);²Garcia et. al. (1991) ³Hinrichsen og Pedersen (1995);⁵Toldra 2002;⁴Barbieri et. al. (1992); ^bYu et. al (2008)

Tabell 5.1.1. viser de flyktige komponenter som er identifisert ved de ulike prosessene. Med den metoden som er benyttet her, var det mange. Mange forbindelser er fra lipidnedbrytning, og andre er fra sekundære reaksjoner mellom lipid nedbrytningsprodukter og aminosyrer samt at noen trolig er flyktige aromakomponenter som er igjen fra bakterier.

Aldehydene; 2-methylbutanal, 3-methylbutanal, 2-methylpropanal er sannsynlig nedbrytningsprodukter fra frie aminosyrer, via Strecker nedbrytnings reaksjoner. Mens Heptanal, Hexanal og Nonanal sannsynlig stammer fra lipid nedbryting. Garcia-Gonzalez et. al (2013).

Alkoholene; Oct-1-en-3-ol, Pent-1-en-3-ol, Propan-1-ol, (Z)-oct-2-en-1-ol, Propan-2-ol, 3-methyl-1-butanol, 3-methylbut-2-en-1-ol, 2-methylbut-3-en-2-ol og 1-hexanol er sannsynlige nedbrytningsprodukter fra lipid oksidasjon. 3-methyl-1-butanol, 3-methylbut-2-en-1-ol, 2-methylbut-3-en-2-ol kan også være nedbrytningsprodukter fra aminosyrer via Strecker nedbryting eller de kan også være nedbrytningsprodukter fra mikrobiell nedbryting av methyl forgrenede aldehyder. Garcia-Gonzalez et. al (2013) Furan-2-ylmethanol, stammer sannsynligvis fra en røykeprosess via Maillard reaksjon.

2-methoxyphenol, er et vanlig produkt som følge av en røykeprosess. Yo et. al.(2008)

Heptane og Octane er alkaner og er sannsynlig nedbrytningsprodukter fra oksidasjon av lipider. Toldra(2002).

Esterene ethyl 3-methylbutanoate og ethyl butanoate, er sannsynlig produkter som er dannet via interaksjon mellom frie fettsyrer og alkoholer fra lipidnedbryting. Garcia-Gonzalez et. al (2013).

Ketonene 2,3-Butanedione, Butan-2-one, 3-hydroxybutan-2-one, Heptan-2-one, Pentan-2-one, 1-hydroxypropan-2-one, 6-methylhept-5-en-2-one og Propan-2-one er mest sannsynlig produkter av fettnedbryting, gjennom auto oksidasjon eller beta oksidasjon. De kan være nedbrytningsprodukter via mikrobiell nedbryting men på grunn av den lave mikrobielle aktiviteten i spekeskinke er oksidasjon den mest sannsynlige opprinnelsen til disse produktene. Garcia-Gonzalez et. al (2013), E. Sabio et. al (1997)

1H-pyrrole er en nitrogen komponent, det er ikke funnet i litteraturen brukt i denne oppgaven hva dette kan være et produkt av. Men en mulig opprinnelse er nedbryting av aminosyren proline. Dimethyl sulfid er sannsynlig et nedbrytningsprodukt fra aminosyrer som inneholder svovel via Strecker nedbryting. Garcia-Gonzalez et. al (2013), E. Sabio et. al (1997)

Karboksyli syrene; Butanoic acid, Hexanoic acid, Octanoic Acid og 2-methylpropanoic acid er sannsynlige nedbrytningsprodukter fra oksidasjon av aldehyder, eller fra enzymatisk nedbryting av fett. Garcia-Gonzalez et. al (2013)

I de følgende tabeller vil disse flyktige komponentene bli vurdert opp mot påvirkning av prosess tabell, rase og alder på gris ved slakting

5.1.1 Flyktige komponenter prosesspåvirkning.

Tabell 5.1.1 Areal enheter LOG10 Gjennomsnitt og standard avvik

IPUAC navn	Prosess 1		Prosess 2		Prosess 3	
	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik
Acetonitrile	5,594	0,867	5,849	0,880	6,006	0,596
Butan-2-one	6,550	0,154 ^b	6,754	0,159 ^c	6,260	0,372 ^a
Butanoic acid	5,450	0,811	5,162	0,773	5,393	0,849
ethyl butanoate	5,318	0,590 ^b	4,710	0,292 ^a	5,481	0,644 ^b
Furan-2-ylmethanol	nd.		nd.		5,533	0,584
Heptan-2-one	4,804	0,376	5,257	0,832	5,112	0,684
Heptanal	5,300	0,691	4,943	0,673	5,299	0,756
Heptane	5,554	0,112 ^a	5,994	0,284 ^b	5,814	0,617 ^{ab}
Hexanal	6,633	0,123 ^b	7,310	0,247 ^c	6,242	0,260 ^a
Hexanoic acid	5,383	0,640	5,398	0,698	5,247	0,583
Dimethyl sulfone	6,281	0,183 ^b	5,985	0,480 ^a	6,000	0,431 ^a
Nonanal	5,842	0,368	6,159	0,416	6,026	0,612
Oct-1-en-3-ol	5,071	0,629	5,103	0,561	4,757	0,360
Octane	6,166	0,191 ^a	6,460	0,202 ^b	6,301	0,333 ^{ab}
Octanoic Acid	4,952	0,389	4,876	0,457	4,910	0,374
Pent-1-en-3-ol	5,676	0,621 ^a	6,142	0,686 ^b	5,690	0,573 ^a
Pentan-2-one	4,874	0,513 ^a	6,401	1,048 ^b	5,954	0,842 ^b
Propan-2-ol	5,060	0,786	4,994	0,690	4,857	0,476
Propan-2-one	5,885	0,985	6,321	1,229	6,603	1,295
Propan-1-ol	7,670	0,097 ^{ab}	7,766	0,155 ^b	7,436	0,605 ^a
(Z)-oct-2-en-1-ol	5,684	0,328 ^b	5,888	0,513 ^b	5,236	0,512 ^a
1-hexanol	5,456	0,140	5,626	0,946	5,501	0,462
1-hydroxypropan-2-one	5,259	0,499 ^b	5,051	0,508 ^{ab}	4,788	0,377 ^a
1H-pyrrole	5,307	0,165	nd.		nd.	
2,3-Butanedione	5,855	0,486	5,921	0,527	5,591	0,704
2-methoxyphenol	nd.		nd.		5,781	0,263
2-methylbut-3-en-2-ol	5,872	0,697	6,028	0,751	5,863	0,623
2-methylbutanal	6,620	0,144 ^a	6,917	0,289 ^b	6,555	0,199 ^a
2-methylpropanal	6,491	0,150 ^a	6,728	0,291 ^b	6,388	0,217 ^a
2-methylpropanoic acid	5,312	0,754	4,934	0,575	5,059	0,653
3-hydroxybutan-2-one	6,060	0,420	6,325	0,286	6,209	0,451
3-methyl-1-butano	6,924	0,196 ^a	7,097	0,269 ^b	6,984	0,264 ^{ab}
3-methylbut-2-en-1-ol	5,287	0,370 ^b	4,871	0,394 ^a	4,938	0,410 ^a
3-methylbutanal	7,413	0,111 ^b	7,652	0,268 ^c	7,058	0,199 ^a
3-methylbutanoic acid	5,275	1,002	4,984	0,762	5,055	0,778
6-methylhept-5-en-2-one	5,504	0,371 ^b	5,480	0,463 ^b	4,766	0,317 ^a

a, b og c innen samme rad viser signifikat forskjell P<0,05.

Tabell 5.1.1 viser at det er signifikant forskjell mellom prosessene for 20 komponenter.

Prosess 1 skiller seg fra prosess 2 og 3 med høyere innhold av dimethyl sulfone, 6-methylhept-5-en-2-one og 3-methylbut-2-en-1-ol. Fra prosess 2 med et høyere innhold av ethyl butanoate og fra prosess 3 med høyere innhold av (Z)-oct-2-en-1-ol, 1-hydroxypropan-2-one, Hexanal, Prosess 1 er den eneste prosessen hvor det er funnet 1H-pyrrole.

Prosess 2 skiller seg fra prosess 1 og 3 med et høyere innhold av Butan-2-one, Hexanal, Pent-1-en-3-ol, 2-methylbutanal, 2-methylpropanal, 3-methylbutanal. Fra prosess 1 med Heptane, Octane, Pentan-2-one, 3-methyl-1-butanol og fra prosess 3 med et høyere innhold av Propan-1-ol, (Z)-oct-2-en-1-ol, 6-methylhept-5-en-2-one

Prosess 3 skiller seg fra prosess 2 med et høyere innhold av ethyl butanoate og fra prosess 1 med et høyere innhold av Pentan-2-one. Det er også den eneste prosess hvor det er funnet 2-methoxyphenol og Furan-2-ylmethanol.

Prosess 2 gir mest lipidnedbrytning, en kunne forvente at prosess 2 og 3 hadde lavere lipidnedbrytning som følge av antioksidant effekten av tilsatt nitritt. Temperaturene brukt under prosess 2 er en sannsynlig forklaring på dette. Høy grad av lipid nedbrytning er ofte forbundet med negativ effekt for smak på grunn av et sterkt harskt preg på aroma fra spesielt de kortkjedede komponentene som hexanal.

Prosess 1 fører til at 1H-pyrrole dannes dette er ikke funnet i de andre prosessene, det tyder på at denne komponenten sannsynligvis ikke kommer fra nedbrytning av aminosyrer. Det er kjent at fargedannelsen har en annen prosess når nitritt ikke brukes i produksjon av spekeskinke, derfor kan en mulig opprinnelse for 1H-pyrrole være fra heme men har ikke funnet dokumentasjon for dette i litteraturen gjennomgått i denne oppgaven.

Prosess 3 skiller seg ut ved at den som eneste prosess inneholder forbindelser knyttet til røyking av produkter, dette var også forventet da dette er den eneste prosessen hvor røyking har blitt brukt.

5.1.2 Flyktige komponenter rase påvirkning

Tabell 5.1.2 Areal enheter LOG10 gjennomsnitt og standardavvik alle raser 6 mnd. alle fra prosess 1.

IPUAC navn	Landsvin		Duroc		Hampshire	
	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik
Acetonitrile	6,101	0,779 ^{ab}	5,594	0,867 ^a	6,324	0,657 ^b
Butan-2-one	6,684	0,107 ^b	6,550	0,154 ^a	6,625	0,167 ^{ab}
Butanoic acid	5,446	0,857	5,450	0,811	5,370	0,823
Ethyl butanoate	4,807	0,362 ^a	5,318	0,590 ^b	nd.	
Heptan-2-one	4,805	0,327	4,804	0,376	5,084	0,533
Heptanal	5,393	0,598	5,300	0,691	5,329	0,578
Heptane	5,525	0,281	5,554	0,112	5,481	0,174
Hexanal	6,660	0,181	6,633	0,123	6,558	0,218
Hexanoic acid	5,434	0,422	5,383	0,640	5,333	0,518
Dimethyl sulfone	6,344	0,157	6,281	0,183	6,226	0,246
Nonanal	5,910	0,313	5,842	0,368	5,946	0,301
Oct-1-en-3-ol	5,379	0,694	5,071	0,629	5,468	0,727
Octane	6,237	0,275	6,166	0,191	6,163	0,293
Octanoic Acid	4,850	0,327	4,952	0,389	4,850	0,262
Pent-1-en-3-ol	5,968	0,743 ^{ab}	5,676	0,621 ^a	6,086	0,300 ^b
Pentan-2-one	5,982	0,651 ^b	4,874	0,513 ^a	5,908	0,617 ^b
Propan-2-ol	4,786	0,372	5,060	0,786	4,780	0,356
Propan-2-one	6,067	0,852	5,885	0,985	6,287	0,888
Propan-1-ol	7,665	0,064	7,670	0,097	7,720	0,127
(Z)-oct-2-en-1-ol	4,998	0,620 ^a	5,684	0,328 ^b	5,023	0,604 ^a
1-hexanol	5,686	0,170 ^b	5,456	0,140 ^a	5,702	0,182 ^b
1-hydroxypropan-2-one	5,155	0,474	5,259	0,499	5,083	0,531
1H-pyrrole	5,265	0,244	5,307	0,165	5,331	0,233
2,3-Butanedione	5,948	0,426	5,855	0,486	6,068	0,352
2-methylbut-3-en-2-ol	5,885	0,433	5,872	0,697	5,979	0,449
2-methylbutanal	6,769	0,194 ^b	6,620	0,144 ^a	6,685	0,265 ^{ab}
2-methylpropanal	6,569	0,136	6,491	0,150	6,505	0,241
2-methylpropanoic acid	5,515	0,837	5,312	0,754	5,440	0,911
3-hydroxybutan-2-one	6,252	0,379 ^{ab}	6,060	0,420 ^a	6,415	0,242 ^b
3-methyl-1-butanol	7,229	0,271 ^b	6,924	0,196 ^a	7,290	0,391 ^b
3-methylbut-2-en-1-ol	5,374	0,396	5,287	0,370	5,240	0,408
3-methylbutanal	7,484	0,133 ^{ab}	7,413	0,111 ^a	7,580	0,292 ^b
3-methylbutanoic acid	5,461	1,078	5,275	1,002	5,295	1,013
6-methylhept-5-en-2-one	5,957	0,170 ^b	5,504	0,371 ^a	5,984	0,253 ^b
Sum	199,59		196,38		195,15	

a, b og c innen samme rad viser signifikat forskjell $P < 0,05$.

Tabell 5.1.2 viser at det er signifikant forskjell for 11 komponenter:

Det er funnet signifikante forskjeller mellom rasene for Acetonitrile, Butan-2-one, ethyl butanoate, Pent-1-en-3-ol, Pentan-2-one, (Z)-oct-2-en-1-ol, 1-hexanol, 2-methylbutanal, 3-hydroxybutan-2-one, 3-methyl-1-butanol, 3-methylbutanal, 6-methylhept-5-en-2-one. Duroc har de laveste verdiene der det er funnet signifikans bortsett fra for ethyl butanoate og (Z)-oct-2-en-1-ol. Hampshire og Landsvin har høyere innhold av de fleste forbindelsene som er signifikante, selv om det veksler litt på hvem som har størst innhold av enkeltkomponenter er det vanskelig ut fra disse forbindelsene å peke på forskjeller i nedbrytningen av fett.

2-methylbutanal og 3-methylbutanal er sannsynlige produkter av frie aminosyrer, 2-methylbutanal har den høyeste verdien i landsvin mens 3-methylbutanal har den høyeste verdien i Hampshire, Duroc har lavest verdi for begge disse. Dette kan indikere at det er mer flyktige komponenter nedbrutt fra frie aminosyrer i Hampshire og Landsvin enn hva det er fra Duroc.

Tabell 2.1.3 Areal enheter LOG10 gjennomsnitt og standardavvik alle raser 7,5 mnd.

IPUAC navn	Landsvin		Duroc		Hampshire	
	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik
Acetonitrile	6,233	0,760	6,560	0,183	6,328	0,535
Butan-2-one	6,714	0,250 ^b	6,559	0,107 ^a	6,678	0,198 ^{ab}
Butanoic acid	5,507	0,942	5,613	0,887	5,400	0,779
ethyl butanoate	4,877	0,507	4,938	0,468	4,871	0,517
Heptan-2-one	5,123	0,582	4,950	0,544	5,110	0,495
Heptanal	5,157	0,665 ^a	5,122	0,585 ^a	5,689	0,579 ^b
Heptane	5,682	0,286	5,738	0,284	5,611	0,175
Hexanal	6,768	0,262	6,719	0,213	6,856	0,209
Hexanoic acid	5,467	0,648	5,751	0,449	5,388	0,497
Dimethyl sulfone	6,371	0,287	6,390	0,176	6,368	0,249
Nonanal	6,195	0,200	6,124	0,187	6,125	0,154
Oct-1-en-3-ol	5,057	0,709	5,007	0,594	4,776	0,425
Octane	6,465	0,222	6,382	0,152	6,418	0,192
Octanoic Acid	4,888	0,394 ^a	5,227	0,396 ^b	4,881	0,387 ^a
Pent-1-en-3-ol	6,158	0,494 ^b	5,803	0,581 ^a	6,155	0,232 ^b
Pentan-2-one	5,810	0,996 ^{ab}	6,168	0,687 ^b	5,428	0,944 ^a
Propan-2-ol	4,707	0,280 ^a	4,647	0,006 ^a	5,356	0,861 ^b
Propan-2-one	5,879	0,937 ^a	6,318	0,317 ^{ab}	6,402	0,719 ^b
Propan-1-ol	7,756	0,128	7,700	0,077	7,723	0,664
(Z)-oct-2-en-1-ol	5,424	0,786 ^a	5,905	0,227 ^b	5,723	0,654 ^{ab}
1-hexanol	5,782	0,177	5,699	0,273	5,837	0,247
1-hydroxypropan-2-one	5,178	0,588 ^{ab}	5,298	0,529 ^b	4,825	0,437 ^a
1H-pyrrole	5,300	0,429 ^{ab}	5,443	0,156 ^b	5,113	0,239 ^a
2,3-Butanedione	5,843	0,671 ^b	5,928	0,440 ^b	5,274	0,759 ^a
2-methylbut-3-en-2-ol	5,986	0,566 ^b	6,110	0,274 ^b	5,370	0,637 ^a
2-methylbutanal	6,895	0,290 ^b	6,636	0,208 ^a	7,144	0,497 ^c
2-methylpropanal	6,663	0,259 ^{ab}	6,505	0,186 ^a	6,733	0,384 ^b
2-methylpropanoic acid	5,660	1,005	5,722	0,847	5,262	0,703
3-hydroxybutan-2-one	6,260	0,677	6,085	0,466	6,381	0,258
3-methyl-1-butanol	7,362	0,242 ^b	7,266	0,353 ^b	7,016	0,266 ^a
3-methylbut-2-en-1-ol	5,288	0,489	5,129	0,474	5,319	0,490
3-methylbutanal	7,633	0,255	7,440	0,241	7,468	0,609
3-methylbutanoic acid	5,568	1,155	5,607	1,142	4,987	0,680
6-methylhept-5-en-2-one	5,930	0,446 ^{ab}	5,720	0,295 ^a	6,018	0,456 ^b

a, b og c innen samme rad viser signifikat forskjell P<0,05.

Tabell 5.1.3 viser at det er signifikant forskjell for 16 komponenter:

Også her er de fleste signifikante forbindelsene produkter av lipidnedbrytning, resultatet gir ikke grunnlag for å hevde at det er større eller mindre lipidnedbrytning hos noen av rasene. Den større forekomsten av 2-metylpropanal og 2-metylbutanal kan være en indikasjon på at også for denne gruppen er mer nedbrytning av aminosyrer i spekeskinker produsert fra landsvin og hampshire enn hos spekeskinker produsert fra duroc.

Tabell 5.1.4 Areal enheter LOG10 gjennomsnitt og standardavvik alle raser 9 mnd.

IPUAC navn	Landsvin		Duroc		Hampshire	
	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik
Acetonitrile	6,156	0,802	6,483	0,145	6,160	0,698
Butan-2-one	6,663	0,180	6,648	0,143	6,745	0,156
Butanoic acid	5,430	0,951	5,590	0,878	5,424	0,974
ethyl butanoate	4,850	0,474	4,928	0,461	4,953	0,444
Heptan-2-one	5,044	0,548	4,951	0,470	5,299	0,596
Heptanal	5,495	0,715	5,233	0,657	5,306	0,631
Heptane	5,850	0,382 ^b	5,589	0,190 ^a	5,560	0,363 ^a
Hexanal	6,895	0,216	6,805	0,250	6,779	0,206
Hexanoic acid	5,510	0,602	5,586	0,482	5,466	0,580
Dimethyl sulfone	6,422	0,249	6,385	0,197	6,355	0,140
Nonanal	6,215	0,299 ^b	6,064	0,240 ^{ab}	5,877	0,369 ^a
Oct-1-en-3-ol	5,563	0,763 ^b	4,983	0,614 ^a	5,025	0,564 ^a
Octane	6,525	0,259 ^b	6,270	0,238 ^a	6,258	0,281 ^a
Octanoic Acid	4,993	0,442	5,020	0,388	4,834	0,330
Pent-1-en-3-ol	6,143	0,382	5,915	0,532	6,050	0,413
Pentan-2-one	5,936	0,873	5,845	0,672	6,068	0,985
Propan-2-ol	4,761	0,306	4,957	0,547	4,940	0,517
Propan-2-one	6,142	0,798	6,345	0,274	6,206	0,755
Propan-1-ol	7,765	0,080	7,803	0,094	7,824	0,120
(Z)-oct-2-en-1-ol	5,217	0,758 ^a	5,893	0,226 ^b	5,528	0,705 ^{ab}
1-hexanol	5,945	0,195 ^b	5,735	0,253 ^a	5,976	0,156 ^b
1-hydroxypropan-2-one	5,064	0,563	5,063	0,539	5,078	0,521
1H-pyrrole	5,215	0,404 ^{ab}	5,332	0,208 ^b	5,037	0,160 ^a
2,3-Butanedione	5,794	0,617	5,835	0,589	5,625	0,714
2-methylbut-3-en-2-ol	6,157	0,246 ^b	5,913	0,425 ^a	5,950	0,326 ^{ab}
2-methylbutanal	6,730	0,209	6,798	0,181	6,809	0,340
2-methylpropanal	6,488	0,210 ^a	6,638	0,183 ^b	6,543	0,173 ^{ab}
2-methylpropanoic acid	5,472	0,920	5,565	0,845	5,338	0,888
3-hydroxybutan-2-one	6,338	0,216	6,279	0,453	6,351	0,205
3-methyl-1-butanol	7,319	0,246 ^b	7,385	0,301 ^b	6,974	0,250 ^a
3-methylbut-2-en-1-ol	4,995	0,511 ^a	5,275	0,453 ^{ab}	5,353	0,399 ^b
3-methylbutanal	7,484	0,218	7,435	0,142	7,460	0,243
3-methylbutanoic acid	5,442	1,115	5,149	0,919	5,128	0,953
6-methylhept-5-en-2-one	6,005	0,362	5,820	0,337	6,012	0,283

a, b og c innen samme rad viser signifikat forskjell P<0,05. nd. er ikke detektert

Tabell 5.1.4 viser at det er signifikant forskjell for 11 komponenter.

Det er også her produkter fra lipid nedbryting som er det dominante blant de signifikante komponentene, men selv om flere er signifikante gir ikke resultatene grunnlag for å hevde at en rase er mer eller mindre utsatt for oksidasjon under produksjonsprosessen. Når det gjelder nedbrytningsprodukter fra aminosyrer er det kun signifikat forskjell for 2-metylpropanal mellom landsvin og duroc, dette gir en for svak indikasjon til å hevde at det i større grad brytes ned aminosyrer i den ene eller andre rasen.

5.1.3 Flyktige komponenter påvirkning av alder på gris prosess 1

Tabell 5.1.5: Areal enheter LOG10 gjennomsnitt og standardavvik Hampshire 6, 7,5 og 9 mnd. Viser en sammenstilling av resultatene i tabell 5.1.2, 5.1.3 og 5.1.4, her er komponentene vurdert i forhold til alder på gris av samme rase.

IPUAC navn	6mnd		7,5mnd		9mnd	
	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik
Acetonitrile	6,324	0,657	6,328	0,535	6,160	0,698
Butan-2-one	6,625	0,167 ^a	6,678	0,198 ^{ab}	6,745	0,156 ^b
Butanoic acid	5,370	0,823	5,400	0,779	5,424	0,974
ethyl butanoate	4,648	0,005 ^a	4,871	0,517 ^{ab}	4,953	0,444 ^b
Heptan-2-one	5,084	0,533	5,110	0,495	5,299	0,596
Heptanal	5,329	0,578	5,689	0,579	5,306	0,631
Heptane	5,481	0,174	5,611	0,175	5,560	0,363
Hexanal	6,558	0,218 ^a	6,856	0,209 ^b	6,779	0,206 ^b
Hexanoic acid	5,333	0,518	5,388	0,497	5,466	0,580
Dimethyl sulfone	6,226	0,246	6,368	0,249	6,355	0,140
Nonanal	5,946	0,301 ^{ab}	6,125	0,154 ^b	5,877	0,369 ^a
Oct-1-en-3-ol	5,468	0,727 ^b	4,776	0,425 ^a	5,025	0,564 ^a
Octane	6,163	0,293 ^a	6,418	0,192 ^b	6,258	0,281 ^{ab}
Octanoic Acid	4,850	0,262	4,881	0,387	4,834	0,330
Pent-1-en-3-ol	6,086	0,300	6,155	0,232	6,050	0,413
Pentan-2-one	5,908	0,617 ^{ab}	5,428	0,944 ^a	6,068	0,985 ^b
Propan-2-ol	4,780	0,356 ^a	5,356	0,861 ^b	4,940	0,517 ^{ab}
Propan-2-one	6,287	0,888	6,402	0,719	6,206	0,755
Propan-1-ol	7,720	0,127	7,723	0,664	7,824	0,120
(Z)-oct-2-en-1-ol	5,023	0,604 ^a	5,723	0,654 ^b	5,528	0,705 ^b
1-hexanol	5,702	0,182 ^a	5,837	0,247 ^a	5,976	0,156 ^b
1-hydroxypropan-2-one	5,083	0,531	4,825	0,437	5,078	0,521
1H-pyrrole	5,331	0,233 ^b	5,113	0,239 ^a	5,037	0,160 ^a
2,3-Butanedione	6,068	0,352 ^b	5,274	0,759 ^a	5,625	0,714 ^a
2-methylbut-3-en-2-ol	5,979	0,449 ^b	5,370	0,637 ^a	5,950	0,326 ^b
2-methylbutanal	6,685	0,265 ^a	7,144	0,497 ^b	6,809	0,340 ^a
2-methylpropanal	6,505	0,241 ^a	6,733	0,384 ^b	6,543	0,173 ^{ab}
2-methylpropanoic acid	5,440	0,911	5,262	0,703	5,338	0,888
3-hydroxybutan-2-one	6,415	0,242	6,381	0,258	6,351	0,205
3-methyl-1-butanol	7,290	0,391 ^b	7,016	0,266 ^a	6,974	0,250 ^a
3-methylbut-2-en-1-ol	5,240	0,408	5,319	0,490	5,353	0,399
3-methylbutanal	7,580	0,292	7,468	0,609	7,460	0,243
3-methylbutanoic acid	5,295	1,013	4,987	0,680	5,128	0,953
6-methylhept-5-en-2-one	5,984	0,253	6,018	0,456	6,012	0,283
Sum	199,806		200,033		200,291	

a, b og c innen samme rad viser signifikat forskjell $P < 0,05$.

Tabell 5.1.5 viser at det er signifikant forskjell for 16 komponenter. Totalt viser tabellen at det er en større mengde av de flyktige komponentene jo eldre grisen er, siden svært mange av komponentene funnet her er relatert til fett nedbryting er dette forventet da andelen fett i eldre gris normalt er større. Ut fra en slik vurdering burde en finne en økning på de enkelte komponenter som funksjon av alder, dette stemmer på mange av de komponentene som er signifikant forskjellig. Men det er noen unntak, Oct-1-en-3-ol, 1H-pyrrole, 2,3-Butanedione og 3-methyl-1-butanol er påvist i større konsentrasjon i spekeskinker produsert av 6 mnd. gammel gris enn i spekeskinker produsert av 9 mnd. gris. Bortsett fra 1H-Pyrrole er disse produktene relatert til nedbrytning av lipider. Det er ikke funnet noen forklaring på at Oct-1-en-3-ol, 2,3-Butanedione og 3-methyl-1-butanol blir påvist i større mengder i spekeskinker produsert av 6 mnd. gammel gris enn i 9 mnd. spekeskinker produsert av 9 mnd. gris i litteraturen gjennomgått i denne oppgaven.

Tabell 5.1.6: Areal enheter LOG10 gjennomsnitt og standardavvik Duroc 6, 7,5 og 9 mnd.

Gruppe	6mnd		7,5mnd		9mnd	
	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik
IPUAC navn						
Acetonitrile	5,594	0,867 ^a	6,560	0,183 ^b	6,483	0,145 ^b
Butan-2-one	6,550	0,154 ^a	6,559	0,107 ^{ab}	6,648	0,143 ^b
Butanoic acid	5,450	0,811	5,613	0,887	5,590	0,878
Ethyl butanoate	5,318	0,590 ^b	4,938	0,468 ^a	4,928	0,461 ^a
Heptan-2-one	4,804	0,376	4,950	0,544	4,951	0,470
Heptanal	5,300	0,691	5,122	0,585	5,233	0,657
Heptane	5,554	0,112 ^a	5,738	0,284 ^b	5,589	0,190 ^a
Hexanal	6,633	0,123 ^a	6,719	0,213 ^{ab}	6,805	0,250 ^b
Hexanoic acid	5,383	0,640 ^a	5,751	0,449 ^b	5,586	0,482 ^{ab}
Dimethyl sulfone	6,281	0,183	6,390	0,176	6,385	0,197
Nonanal	5,842	0,368 ^a	6,124	0,187 ^b	6,064	0,240 ^b
Oct-1-en-3-ol	5,071	0,629	5,007	0,594	4,983	0,614
Octane	6,166	0,191 ^a	6,382	0,152 ^b	6,270	0,238 ^{ab}
Octanoic Acid	4,952	0,389 ^a	5,227	0,396 ^b	5,020	0,388 ^{ab}
Pent-1-en-3-ol	5,676	0,621	5,803	0,581	5,915	0,532
Pentan-2-one	4,874	0,513 ^a	6,168	0,687 ^b	5,845	0,672 ^b
Propan-2-ol	5,885	0,985 ^a	6,318	0,317 ^b	6,345	0,274 ^b
Propan-2-one	7,670	0,097 ^a	7,700	0,077 ^a	7,803	0,094 ^b
Propan-1-ol	5,060	0,786 ^b	4,647	0,006 ^a	4,957	0,547 ^{ab}
(Z)-oct-2-en-1-ol	5,684	0,328 ^a	5,905	0,227 ^b	5,893	0,226 ^b
1-hexanol	5,456	0,140 ^a	5,699	0,273 ^b	5,735	0,253 ^b
1-hydroxypropan-2-one	5,259	0,499	5,298	0,529	5,063	0,539
1H-pyrrole	5,307	0,165 ^a	5,443	0,156 ^b	5,332	0,208 ^{ab}
2,3-Butanedione	5,855	0,486	5,928	0,440	5,835	0,589
2-methylbut-3-en-2-ol	5,872	0,697	6,110	0,274	5,913	0,425
2-methylbutanal	6,620	0,144 ^a	6,636	0,208 ^a	6,798	0,181 ^b
2-methylpropanal	6,491	0,150 ^a	6,505	0,186 ^a	6,638	0,183 ^b
2-methylpropanoic acid	5,312	0,754	5,722	0,847	5,565	0,845
3-hydroxybutan-2-one	6,060	0,420	6,085	0,466	6,279	0,453
3-methyl-1-butanol	6,924	0,196 ^a	7,266	0,353 ^b	7,385	0,301 ^b
3-methylbut-2-en-1-ol	5,287	0,370	5,129	0,474	5,275	0,453
3-methylbutanal	7,413	0,111	7,440	0,241	7,435	0,142
3-methylbutanoic acid	5,275	1,002	5,607	1,142	5,149	0,919
6-methylhept-5-en-2-one	5,504	0,371 ^a	5,720	0,295 ^{ab}	5,820	0,337 ^b
Sum	196,382		202,209		201,515	

a, b og c innen samme rad viser signifikat forskjell $P < 0,05$.

Tabell 5.1.6 viser at det er signifikant forskjell for 20 komponenter.

Ketonene; Butan-2-one, Pentan-2-one, Propan-2-one og 6-methylhept-5-en-2-one har høyere verdier som funksjon av alder, her er det signifikat forskjell mellom 6 mnd. og 9 mnd. gruppene. Det er ikke funnet signifikante forskjeller for gruppen 7,5 mnd. i forhold til 6 mnd. og 9 mnd. gruppene for Butan-2-one og 6-methylhept-5-en-2-one. For Pentan-2-one er det funnet signifikat forskjell mellom 7,5 mnd. og 6 mnd. gruppen men ikke mellom 7,5 mnd. og 9 mnd. og for Propan-2-one er det funnet signifikat forskjell mellom 7,5 mnd. og 9 mnd. gruppene men ikke mellom 6 og 7,5 mnd. gruppene. Det gir en indikasjon av større lipidoksidasjon på de eldste grisene.

Ethyl butanoate her er det funnet signifikat forskjell mellom 6 mnd. gruppen og 7,5 og 9 mnd. gruppene. Her er de høyeste verdiene ved 6 mnd. Dette kan være fordi grisen ved 6 mnd. har større enzymaktivitet enn eldre dyr, og at det på grunn av dette frigjøres mer frie fettsyrer hos denne gruppen.

For heptane er det funnet en signifikant større mengde i gruppen 7,5 mnd. enn for 6 og 9 mnd. gruppene. Det er ikke funnet noen forklaring på dette i litteraturen gjennomgått i denne oppgaven.

Aldehydene, resultatene viser signifikat forskjell for Hexanal og Nonanal for 6 mnd. gruppen til 7,5 og 9 mnd. gruppene. Disse regnes som indikatorer på harskning og det er forventet at disse vil øke med større andel fett i grisen. 2-methylbutanal og 2-methylpropanal er aldehyder som kommer fra nedbryting av aminosyrer gjennom Strecker nedbrytning. Resultatene viser at det er signifikant større mengde for 9 mnd. gruppen men ingen signifikans mellom 6 og 7,5 mnd. gruppene.

Karboksylysirene Hexanoic acid og Octanoic Acid er produkter av enzymatisk nedbryting eller oksidasjon av aldehyder. Resultatene viser en signifikant høyere verdi for 7,5 mnd. gruppen i forhold til 6 mnd. gruppen. 9 mnd. gruppen er ikke signifikant forskjellig fra noen av de andre gruppene. For 2-methylpropanoic acid og 3-methylbutanoic acid er det ikke funnet signifikant forskjell mellom gruppene men også her viser resultatene en høyere verdi for 7,5 mnd. gruppen. Resultatene viser ikke det samme bildet for aldehyder noe en kunne forvente hvis disse syrene var nedbrytningsprodukter fra disse, derfor kan dette være en indikasjon på at enzymene som bidrar til å bryte ned fett til karboksylysyrer er mere aktive hos gruppen 7,5 mnd.

Resultatene viser at alkoholene Propan-2-ol, (Z)-oct-2-en-1-ol, 1-hexanol og 3-methyl-1-butanol har signifikant høyere verdier hos 7,5 og 9 mnd. gruppene i forhold til 6 mnd. gruppen dette er en indikasjon på større oksidasjon hos 7,5 og 9 mnd. gruppene i forhold til 6 mnd. gruppen. 3-methyl-1-butanol kan stamme fra nedbrytning aminosyrer eller mikrobiell nedbrytning av methyl forgrenede aldehyder. Det er ikke vist til noen signifikat forskjell mellom 6 og 7,5 mnd. gruppene for 2-methylbutanal og 2-methylpropanal som skulle indikere at det ligger bedre til rette for Strecker nedbrytning hos 7,5 mnd. gruppen. Det er heller ikke funnet indikasjoner på at det skulle være større mikrobiell aktivitet under produksjon av spekeskinker fra 7,5 eller 9 mnd. gruppene. Propan-1-ol er signifikat forskjellig mellom 6 og 7,5 mnd. gruppene men 9 mnd. gruppen er ikke signifikat forskjellig fra noen av de andre gruppene. for denne komponenten viser resultatene størst konsentrasjon i 6 mnd. gruppen, har ikke funnet en forklaring på dette i litteraturen gjennomgått i denne oppgaven.

for komponentene 1H-pyrrole og Acetonitrile viser resultatene signifikant forskjell mellom 6 mnd. gruppen og 7,5 mnd. gruppen. For Acetonitrile viser resultatene også signifikant forskjell mellom 6 mnd. gruppen og 9 mnd. gruppen. På grunn av et det er usikker opprinnelse på disse er de vanskelig å vurdere, men resultatene viser at 7,5 mnd. gruppen er mest forskjellig.

Totalt viser resultatene at det er en større mengde av de flyktige komponentene hos 7,5 og 9 mnd. gruppene i forhold til 6 mnd. gruppen. De aller fleste komponentene kan relateres til lipid oksidasjon. Det er kjent at fettandelen vil øke i eldre gris, dette er en sannsynlig forklaring på at mengden flyktige komponenter er høyere hos 7,5 mnd. gruppen. Totalt sett er det liten forskjell mellom 7,5 mnd. gruppen og 9 mnd. gruppen, dette kan muligens forklares med en lavere enzymaktivitet hos i den eldste gruppen.

Tabell 5.1.7: Areal enheter LOG10 gjennomsnitt og standardavvik Landsvin 6, 7,5 og 9 mnd.

Gruppe	6mnd		7,5mnd		9mnd	
	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik	Gj. Snitt	St. avvik
Acetonitrile	6,101	0,779	6,233	0,760	6,156	0,802
Butan-2-one	6,684	0,107	6,714	0,250	6,663	0,180
Butanoic acid	5,446	0,857	5,507	0,942	5,430	0,951
ethyl butanoate	4,807	0,362	4,877	0,507	4,850	0,474
Furan-2-ylmethanol	4,649	0,005	4,649	0,006	4,648	0,004
Heptan-2-one	4,805	0,327	5,123	0,582	5,044	0,548
Heptanal	5,393	0,598	5,157	0,665	5,495	0,715
Heptane	5,525	0,281 ^a	5,682	0,286 ^{ab}	5,850	0,382 ^b
Hexanal	6,660	0,181 ^a	6,768	0,262 ^{ab}	6,895	0,216 ^b
Hexanoic acid	5,434	0,422	5,467	0,648	5,510	0,602
Dimethyl sulfone	6,344	0,157	6,371	0,287	6,422	0,249
Nonanal	5,910	0,313 ^a	6,195	0,200 ^b	6,215	0,299 ^b
Oct-1-en-3-ol	5,379	0,694 ^{ab}	5,057	0,709 ^a	5,563	0,763 ^b
Octane	6,237	0,275 ^a	6,465	0,222 ^b	6,525	0,259 ^b
Octanoic Acid	4,850	0,327	4,888	0,394	4,993	0,442
Pent-1-en-3-ol	5,968	0,743	6,158	0,494	6,143	0,382
Pentan-2-one	5,982	0,651	5,810	0,996	5,936	0,873
Propan-2-ol	4,786	0,372	4,707	0,280	4,761	0,306
Propan-2-one	6,067	0,852	5,879	0,937	6,142	0,798
Propan-1-ol	7,665	0,064 ^a	7,756	0,128 ^b	7,765	0,080 ^b
(Z)-oct-2-en-1-ol	4,998	0,620	5,424	0,786	5,217	0,758
1-hexanol	5,686	0,170 ^a	5,782	0,177 ^a	5,945	0,195 ^b
1-hydroxypropan-2-one	5,155	0,474	5,178	0,588	5,064	0,563
1H-pyrrole	5,265	0,244	5,300	0,429	5,215	0,404
2,3-Butanedione	5,948	0,426	5,843	0,671	5,794	0,617
2-methoxyphenol	4,649	0,005	4,649	0,006	4,648	0,004
2-methylbut-3-en-2-ol	5,885	0,433	5,986	0,566	6,157	0,246
2-methylbutanal	6,769	0,194 ^{ab}	6,895	0,290 ^b	6,730	0,209 ^a
2-methylpropanal	6,569	0,136 ^{ab}	6,663	0,259 ^b	6,488	0,210 ^a
2-methylpropanoic acid	5,515	0,837	5,660	1,005	5,472	0,920
3-hydroxybutan-2-one	6,252	0,379	6,260	0,677	6,338	0,216
3-methyl-1-butano	7,229	0,271	7,362	0,242	7,319	0,246
3-methylbut-2-en-1-ol	5,374	0,396 ^b	5,288	0,489 ^{ab}	4,995	0,511 ^a
3-methylbutanal	7,484	0,133 ^a	7,633	0,255 ^b	7,484	0,218 ^a
3-methylbutanoic acid	5,461	1,078	5,568	1,155	5,442	1,115
6-methylhept-5-en-2-one	5,957	0,170	5,930	0,446	6,005	0,362
Sum	208,888		210,884		211,319	

a, b og c innen samme rad viser signifikat forskjell P<0,05. nd. er ikke detektert

Tabell 5.1.7 viser at det er signifikant forskjell for 11 komponenter:

Resultatene viser at alkanene Heptane og Octane er signifikant forskjellig mellom 6 mnd. gruppen og 9 mnd. gruppen. men bare Oktane viser signifikat forskjell mellom 6 mnd. gruppen og 7,5 mnd. gruppen. 9 mnd. gruppen har de største konsentrasjonene av disse komponentene. Dette er sannsynligvis relatert til at fettandelen er høyere i eldre gris.

Hexanal og Nonanal er aldehyder som sannsynlig stammer fra lipid nedbryting. for disse komponentene viser resultatene signifikant forskjellig mellom 6 mnd. gruppen og 9 mnd. gruppen. Bare Nonanal viser signifikat forskjell mellom 6 mnd. gruppen og 7,5 mnd. gruppen. 9 mnd. gruppen har de største konsentrasjonene av disse komponentene. Disse resultatene kan relateres til at fettandelen er høyere i eldre gris.

Aldehydene 3-metylbutanal, 2-metylbutanal og 2-metylpropanal, resultatene viser at det er 7.5 mnd. gruppen som har de største konsentrasjonene. Konsentrasjonene er signifikant forskjellig fra 9 mnd. gruppen, men bare 3-metylbutanal er signifikant forskjellig fra 7,5 mnd. gruppen. Dette er komponenter som sannsynlig stammer fra nedbryting av frie aminosyrer via Strecker reaksjoner.

Resultatene viser signifikat forskjell for alkoholene Propan-1-ol, 1-hexanol og 3-metylbut-2-en-1-ol. 6 mnd. gruppen har de laveste konsentrasjonene for Propan-1-ol og 1-hexanol og det er påvist signifikant forskjell mellom 6 mnd. gruppen og 9 mnd. gruppen, det er kun for Propan-1-ol det er påvist signifikant forskjell mellom 6 og 7,5 mnd. gruppene. 3-metylbut-2-en-1-ol er signifikant forskjellig mellom 6 og 9 mnd. gruppene, 7,5 mnd. gruppen er ikke signifikant forskjellig fra 6 og 9 mnd. gruppene. her er det 6 mnd. gruppen som har den største konsentrasjonen.

Resultatene tyder på at 3-metylbut-2-en-1-ol har en annen opprinnelse enn Propan-1-ol og 1-hexanol. det er sannsynlig at Propan-1-ol og 1-hexanol kommer fra lipidnedbrytning og at 3-metylbut-2-en-1-ol er nedbrutt fra aminosyrer via Strecker reaksjoner.

For komponenter relatert til lipidnedbrytning hvor det er funnet signifikans er det 6 mnd. gruppen som har de laveste konsentrasjonene. Dette kan sannsynligvis relateres til at fettandelen hos eldre gris er større. Komponenter som er relatert til Strecker nedbrytning av aminosyrer er påvist i størst konsentrasjon i 7,5 mnd. gruppen dette kan være fordi enzymaktiviteten hos landsvin i dette forsøket er høyere ved 7,5 mnd. enn ved 6 og 9 mnd.

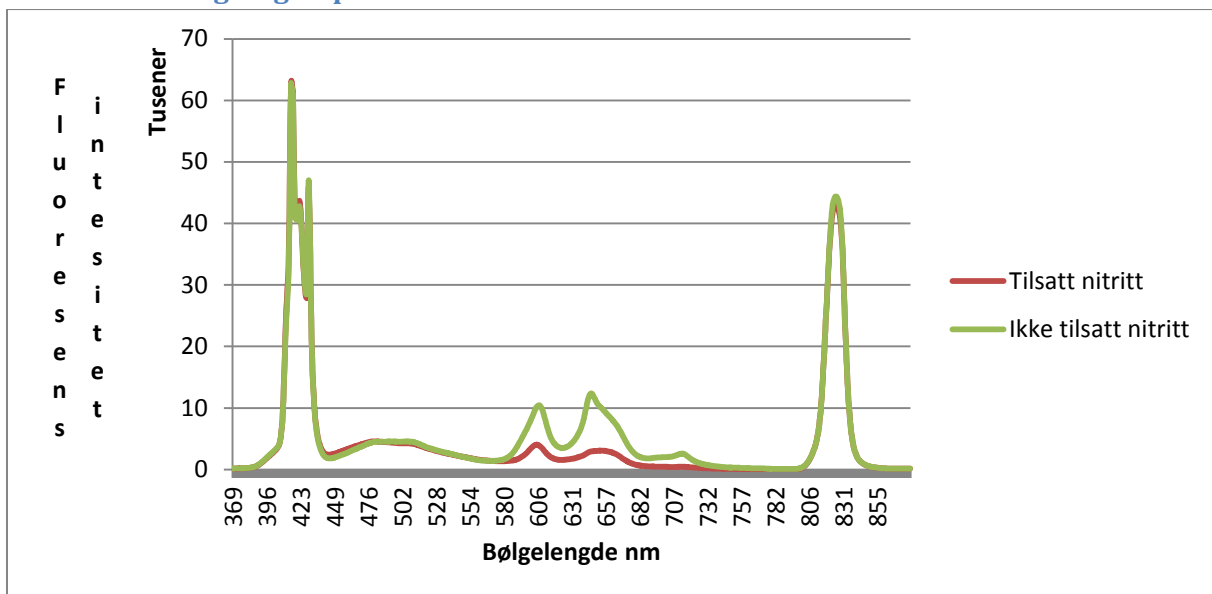
5.2 Forsøk 2: fargestabilitet i slicede spekeskinker.

5.2.1 Fluorescens

Fargestabiliteten ble målt med fluorescensanalyser for å detektere stabilitet til Zn-porfyrin og NIR for å se på stabilitet til No-myoglobin. Minolta ble benyttet fordi den gir mest samsvar med sensorisk vurdering av farge.

Spekeskinkene i Forsøk 2 er produsert med prosess 1 hvor nitritt ikke ble brukt og prosess 2 hvor nitritt ble brukt. Spekeskinkene produsert i prosess 2 er bare fra 6 mnd. gris, i prosess 1 ble det tatt prøver fra 6 og 9 mnd. gris. Bare spekeskinker fra Duroc gris ble brukt.

5.2.1 Sammenligning av prosesser tilsatt nitritt mot ikke tilsatt nitritt



Figur 5.2.1. Viser gjennomsnitt fluorescens intensitet for Prosess med og uten nitritt kun 6 mnd. duroc gris

Figur 5.2.1 viser at det ved bølgelengde 606 nm og 646 nm er i gjennomsnitt forskjell på spekeskinkene, de uten tilsatt nitritt fluoriserer. Disse bølgelengdene sammenfaller ikke med bølgelengder rapportert i litteraturen. Wakamatsu et. al(2004) rapporterer at bølgelengde for Zn protophorphyrin er 583-589 nm.

Det ble derfor gjennomført et forsøk med innkjøpt protophorphyrin IX Zinc, bølgelengden sammenfaller da med 646 nm slik det er funnet i prøvene kjørt i dette forsøket. Forskjeller i metodikk eller utstyr kan være forklaring på dette. I vurderingen av resultatene fra fluorescens er bølgelengde 646 nm brukt som indikator på Zinc protophorphyrin. Bølgelengde 606 nm er tatt med i resultatet for å se om det her kan avsløres endringer.

Tabell 5.2.1 Fluorescens intensitet ved bølgelengde 606 og 646. kun 6 mnd. gris

Bølgelengde (nm)	Prosess 1		Prosess 2	
	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik
606	10,37 ^a	3,38	4,00 ^b	3,23
646	12,38 ^a	5,20	2,94 ^b	2,47

Verdier er 1/1000; a og b innen samme rad viser signifikat forskjell $P < 0,05$.

Tabell 5.2.1 viser at det er signifikant forskjell mellom spekeskinkene produsert med nitritt og de produsert uten nitritt. Dette er som tidligere rapportert i flere studier. Parolari et al.(2009), Møller et al.(2007), Wakamatsu et al.(2010)

5.2.2 Endring i fluorescens gjennom lagrings og lys påvirkning.

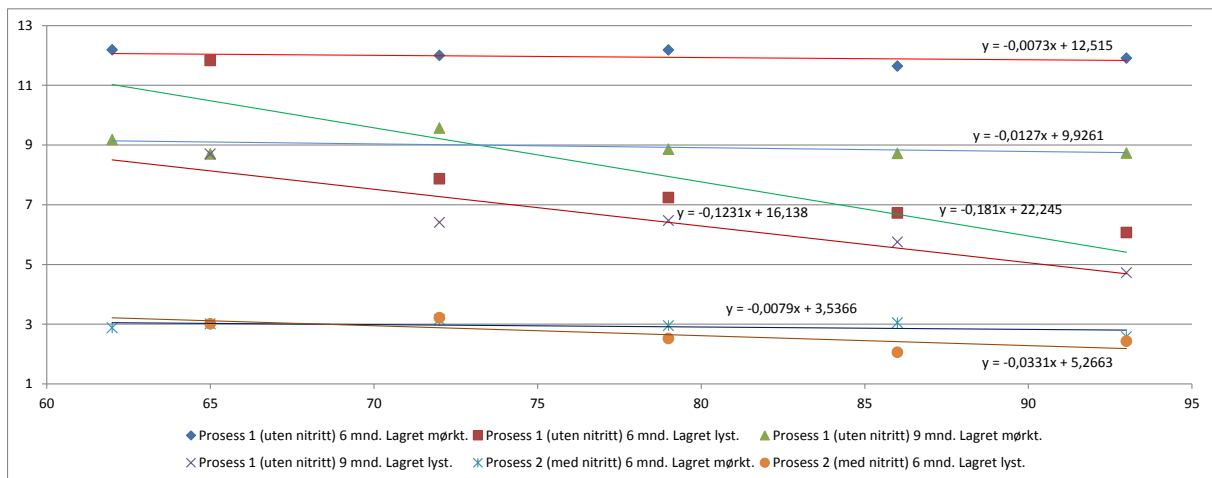
Tabell 5.2.2 Fluorescens intensitet ved bølgelengde 646 som følge av lagring.

Måling nr.	Antall dager fra start		Prosess 1 (uten nitritt) 6 mnd. Lagret mørkt.	Prosess 1 (uten nitritt) 6 mnd. Lagret lyst.	Prosess 1 (uten nitritt) 9 mnd. Lagret mørkt.	Prosess 1 (uten nitritt) 9 mnd. Lagret lyst.	Prosess 2 (med nitritt) 6 mnd. Lagret mørkt.	Prosess 2 (med nitritt) 6 mnd. Lagret lyst.
1	0	Gjennomsnitt	6,53		3,89		1,55	
		Standardavvik	2,11		1,56		1,35	
2	28	Gjennomsnitt	20,03		13,44		4,60	
		Standardavvik	5,32		3,41		3,77	
3	62	Gjennomsnitt	12,19		9,18		2,88	
		Standardavvik	3,41		2,92		2,14	
4	65	Gjennomsnitt	11,83	11,83 ^{*b}	8,70	8,70 ^{*b}	3,01	3,01 [*]
		Standardavvik	3,43	3,43	3,18	3,18	2,31	2,31
5	72	Gjennomsnitt	12,00	7,87 ^a	9,57	6,41 ^a	3,15	3,22
		Standardavvik	3,65	1,48	3,51	2,30	2,14	2,21
6	79	Gjennomsnitt	12,18	7,24 ^a	8,86	6,47 ^a	2,95	2,52
		Standardavvik	3,15	1,83	2,15	1,00	2,32	2,08
7	86	Gjennomsnitt	11,64	6,72 ^a	8,72	5,75 ^a	3,05	2,06
		Standardavvik	3,02	2,02	2,86	0,82	2,06	1,36
8	93	Gjennomsnitt	11,91	6,07 ^a	8,73	4,72 ^a	2,58	2,43
		Standardavvik	3,41	1,81	2,03	1,75	2,11	1,38

Verdier er 1/1000; a og b innen samme kolonne viser signifikant forskjell $P < 0,05$ (måling 1 og 2 er utelatt se kommentar i tekst); ^{*} Dette er samme målinger som for kolonnene lagret mørkt.

Tabell 5.2.2 Viser at måling 1 og 2 skiller seg ut, de ser ikke ut til å være riktige. Dette ser ut til å være analyse feil. Det ble gjort forsøk på og normalisere gjennom å bruke andre topper og bunner i

spekteret men det lyktes ikke å få fram fornuftige resultater ved en slik framgangsmåte. Derfor blir måling 1 og 2 fjernet fra resultat vurderingene som følger. Måling nr. 4 er siste måling før prøvene ble fordelt på lagring under lys og lagring mørkt.



Figur 5.2.2 viser gjennomsnittsmålingene fra tabell 5.2.2. (bølgelengde 646 nm) det er lagt på trendlinje og formel for denne.

Figur 5.2.2 viser at det ved bølgelengde 646 er relativt stabil fluorescens for prøvene som ikke har blitt utsatt for lys. Regresjonslikningene er: $y = -0,0073x + 12,515$ for prosess 1 med skinker fra 6 mnd. gris, $y = -0,0127x + 9,9261$ for prosess 1 med skinker fra 9 mnd. gris og $y = -0,0079x + 3,5366$ for spekeskinkene produsert med prosess 2. Dette kan tyde på at denne fluoriserende forbindelsen er mer stabil hos spekeskinker produsert av 6. mnd. gris. Fluorescens synker ca. 1,7 ganger så fort for spekeskinker produsert av 9 mnd. gris i forhold til de produsert med 6 mnd. gris.

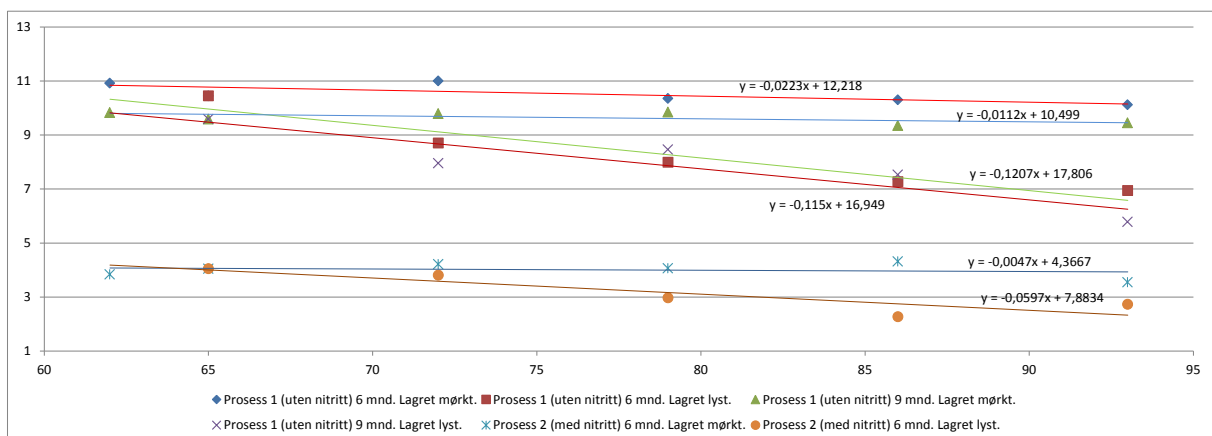
For skinkene som ble utsatt for lys er det en betydelig forskjell i regresjon i forhold til de som ble liggende mørkt. Resultatene viser at det er en betydelig forskjell i regresjon mellom prosess 1 og prosess 2, fluorescens synker ca. 4,5 ganger raskere for skinkene fra prosess 1.

Tabell 5.2.3. Fluorescens intensitet ved bølgelengde 606 som følge av lagring.

Måling nr.	Antall dager fra start		Prosess 1 (uten nitritt) 6 mnd. Lagret mørkt.	Prosess 1 (uten nitritt) 6 mnd. Lagret lyst.	Prosess 1 (uten nitritt) 9 mnd. Lagret mørkt.	Prosess 1 (uten nitritt) 9 mnd. Lagret lyst.	Prosess 2 (med nitritt) 6 mnd. Lagret mørkt.	Prosess 2 (med nitritt) 6 mnd. Lagret lyst.
1	0	Gjennomsnitt	5,02		4,21		2,01	
		Standardavvik	1,73		1,24		1,64	
2	28	Gjennomsnitt	14,89		14,17		5,61	
		Standardavvik	2,66		2,80		4,13	
3	62	Gjennomsnitt	10,92		9,83		3,84	
		Standardavvik	1,70		2,55		2,91	
4	65	Gjennomsnitt	10,45	10,45 ^b	9,59	9,59 ^b	4,05	4,05
		Standardavvik	1,84	1,84	2,94	2,94	3,26	3,26
5	72	Gjennomsnitt	11,00	8,70 ^{ab}	9,79	7,96 ^{ab}	4,22	3,81
		Standardavvik	2,10	1,99	2,65	3,12	3,21	2,99
6	79	Gjennomsnitt	10,35	7,99 ^a	9,85	8,46 ^{ab}	4,07	2,97
		Standardavvik	1,63	2,22	1,80	1,61	3,47	2,63
7	86	Gjennomsnitt	10,30	7,27 ^a	9,35	7,53 ^{ab}	4,32	2,27
		Standardavvik	1,67	2,06	1,83	1,45	3,32	1,61
8	93	Gjennomsnitt	10,12	6,94 ^a	9,45	5,78 ^a	3,55	2,73
		Standardavvik	1,77	2,03	1,63	2,19	3,27	1,72

Verdier er 1/1000; a og b innen samme kolonne viser signifikant forskjell $P < 0,05$ (måling 1 og 2 er utelatt se kommentar i tekst); * Dette er samme målinger som for kolonnene lagret mørkt.

Tabell 5.2.3 Viser at måling 1 og 2 skiller seg ut, de ser ikke ut til å være riktige. Dette er det likt med tabell 5.2.2. Derfor blir måling 1 og 2 fjernet fra resultat vurderingene som følger. Måling nr. 4 er siste måling før prøvene ble fordelt på lagring under lys og lagring mørkt.

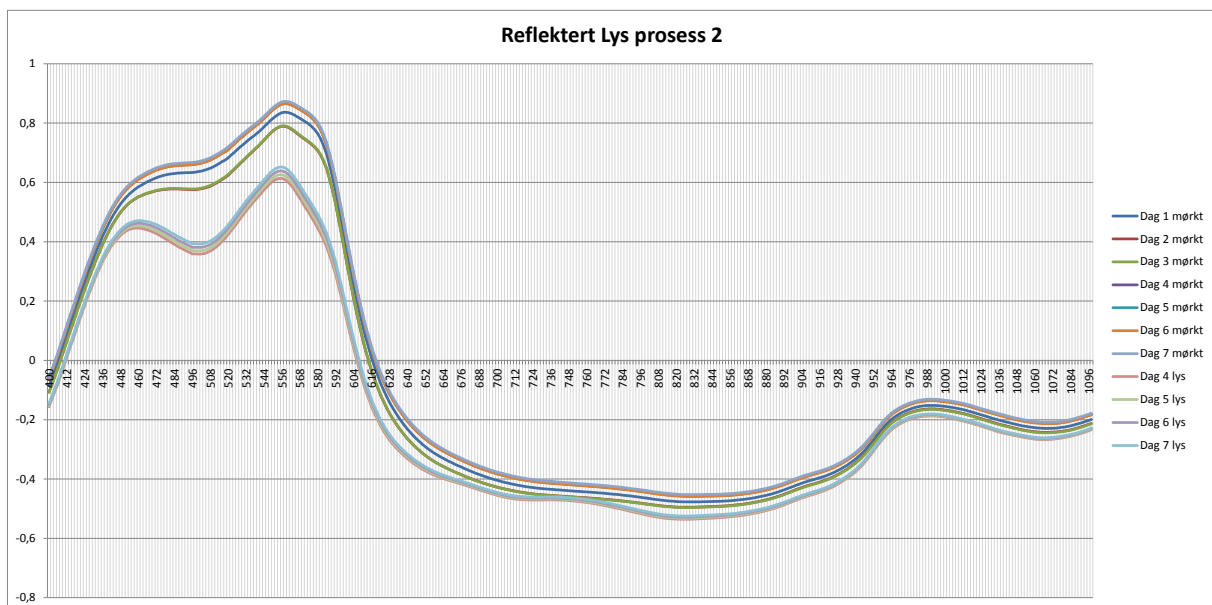


Figur 5.2.3 viser at det ved bølglengde 606 nm. er relativt stabil fluorescens for prøvene som ikke har blitt utsatt for lys, dette er som for bølglengde 646 nm. Regresjonsligningene er: $y = -0,0223x + 12,218$ for prosess 1 med skinker fra 6 mnd. gris, $y = -0,0112x + 10,499$ for prosess 1 med skinker fra 9 mnd. gris og $y = -0,0047x + 4,3667$ for spekeskinkene produsert med prosess 2. Fluorescens synker dobbelt så fort for spekeskinker produsert av 6 mnd. gris i forhold til de produsert med 9 mnd. gris for gruppen som har ligget mørkt. Dette er motsatt forhold til resultatet for bølglengde 646 nm. Dette kan tyde på at Zn-porfyrin er mer stabil hos spekeskinker produsert av 9. mnd. gris forutsatt at de blir lagret mørkt.

Resultatene viser at Zn-porfyrin reduseres ved påvirkning av lys. For skinkene som ble utsatt for lys er det en betydelig forskjell i regresjon i forhold til de som ble liggende mørkt. Resultatene viser også forskjell i regresjon mellom prosess 1 og prosess 2, fluorescens synker dobbelt så raskt for skinkene fra prosess 1. Dette er samme effekten som for bølglengde 646 nm.

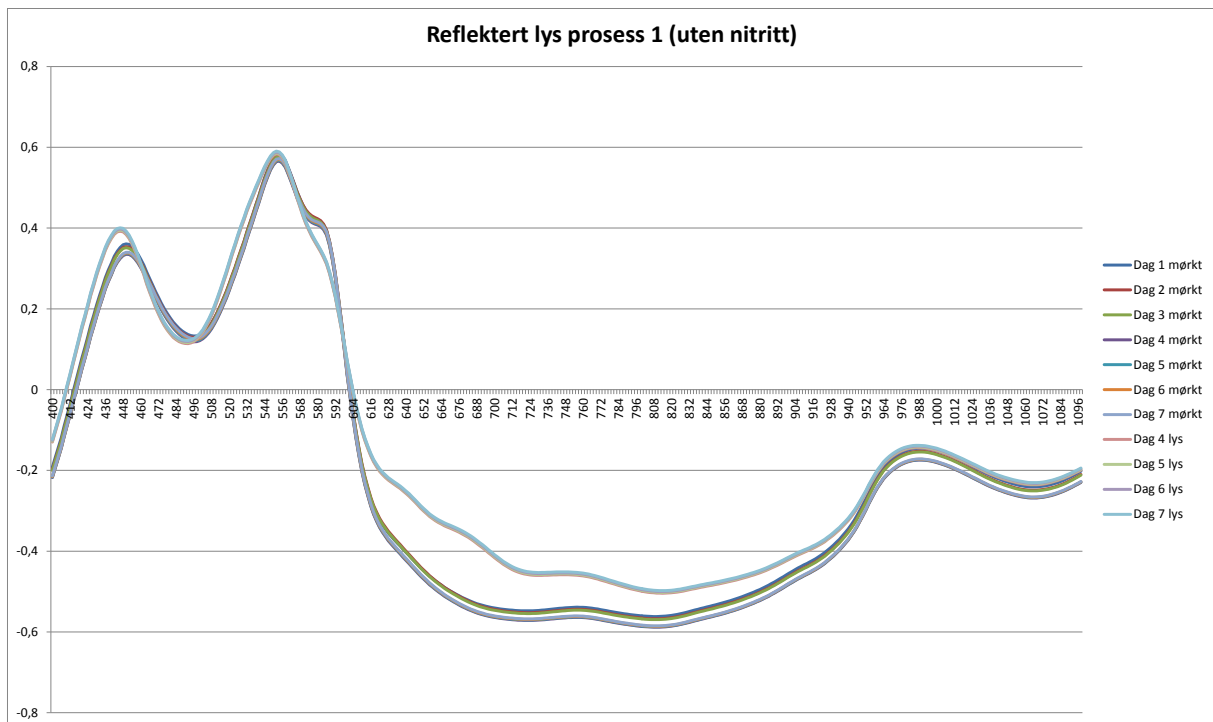
5.2.2 NIR

I resultatene er spektrene fra NIR vist for spekeskinker produsert av 6 mnd. duroc gris, for prosess 1 og prosess 2. I prosess 2 ble det brukt nitritt mens det i prosess 1 ikke ble brukt nitritt.



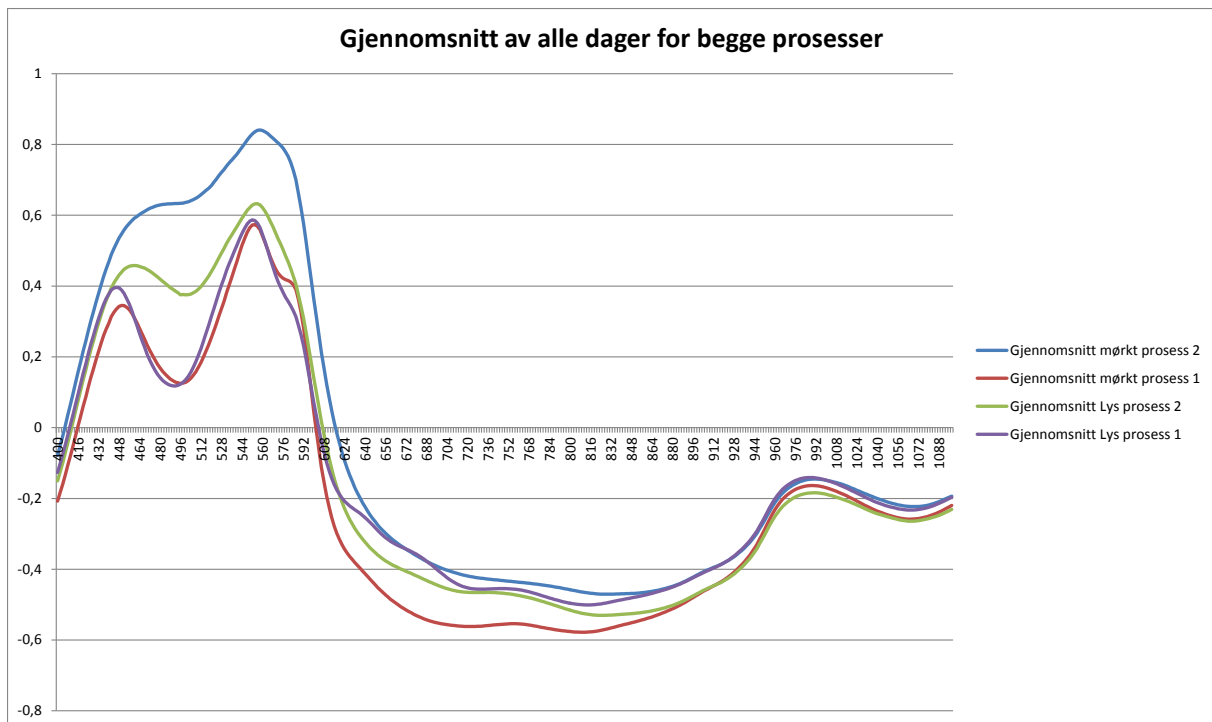
Figur 5.3.1 viser NIR data på skinker fra prosess 2, lagret lyst og mørkt

Figur 5.3.1 viser at det er forskjell mellom prøvene som har ligget mørkt og de som har ligget lyst. Spektrene er relativt like for gruppene lyst og mørk. Spektret endres når produktene blir utsatt for lys for så å bli stabilt, derfor er det rimelig å anta at fargen på spekeskinkene er stabil raskt etter påvirkning av lys. Spektret på spekeskinkene som har ligget mørkt er stabilt, det kan tyde at så lenge spekeskinkepakken ligger uten påvirkning av lys er det liten endring i fargen. Spektret for prøvene som har ligget mørkt og lyst fordeler seg ikke systematisk i forhold til antall dager, det er derfor ikke gjennomført videre analyser av dataene.



Figur 5.3.2 viser NIR data på skinker fra prosess 1 lagret lyst og mørkt.

Figur 5.3.1 viser at spektrene fra gruppene lyst og mørkt viser liten endring med tid. Spekeskinkene som har blitt utsatt for lys viser endring ved bølgelengde 442 nm. denne toppen er forskjøvet fra bølgelengde 452 nm og noe forhøyet intensitet. Det er en endring ved bølgelengde 580 nm, de spekeskinkene som har blitt lagret lyst har en lavere intensitet. Endringen i spektrene kommer raskt etter påvirkning av lys. Videre analyser av disse data er ikke gjennomført.



Figur 5.2.3 viser spektrene for gjennomsett av prøver fra prosess 1 og 2, og lagring under lys og mørkt.

Resultatene vist i figur 5.2.3 viser en forskjell mellom spekeskinker fra prosess 1 og prosess 2. Dette er som forventet da det er kjent at spekeskinker produsert med og uten nitritt har ulik fargedannelse. I området 420 til 625 nm er reflektansen betydelig redusert ved lyspåvirkning for spekeskinker fra prosess 2, dette er ikke tilfellet for spekeskinkene fra prosess 1. Prosess 2 viser en betydelig reduksjon av reflektert lys som følge av lyspåvirkning bølgelengde 550, 494 og 450 nm. Prosess 2 viser mindre endringer som følge av lyspåvirkning, resultatene viser at endringer ved bølgelengde 442 nm - 445 nm og ved bølgelengde 580 nm. Disse bølgelengdene kan muligens brukes for å indikere blekning som følge av lyspåvirkning. Disse resultatene er ikke ytterligere vurdert i oppgaven.

5.2.3 Minolta

I tabellene som følger vises resultater fra Minolta målinger. L* beskriver lyshet jo høyere verdi jo lysere; a* beskriver rødhets jo høyere verdi jo rødere og b* beskriver gulhet jo høyere verdi jo gulere.

Målingen med Minolta ble startet etter 62 dagers lagring mørkt. Det ble målt på spekeskinker fra 6 og 9 mnd. gris for å se om det er fargeforskjeller som følge av alder. Det er forventet en sterkere farge i spekeskinker fra 9 mnd. gris enn fra 6 mnd. på grunn av at det er høyere myoglobin innholdet i eldre dyr generelt.

Lagring mørkt prosess 1 (uten nitritt)

Tabell 5.2.3.1 Prosess 1 lagret mørkt spekeskinker fra 6mnd gris

Antall dager lagring	L*		a*		b*	
	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik
62	41,49	4,40	62,83	3,63 ^a	26,41	3,10
72	40,22	3,94	64,54	1,93 ^b	27,01	3,31
79	40,17	4,01	64,90	1,98 ^b	27,29	3,17
86	40,42	4,31	65,25	2,31 ^b	27,38	3,34
93	40,85	4,01	65,50	2,06 ^b	28,10	3,68

a og b innen samme kolonne viser signifikant forskjell P<0,05

Det er påvist signifikant forskjell fra dag 62 til dag 72 for a*, under videre lagring mørkt er det ikke påvist signifikant endring. Resultatet for a* viser at spekeskinkene blir rødere fra 62 til 72 dager. L* og b* viser ikke noen signifikant endring under lagring mørkt.

Tabell 5.2.3.2 Prosess 1 lagret mørkt spekeskinker fra 9mnd. gris

Antall dager lagring	L*		a*		b*	
	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik
62	38,20	4,63	64,07	4,37 ^a	26,57	3,22 ^a
72	37,34	5,35	64,14	3,47 ^{ab}	27,17	4,06 ^{ab}
79	37,71	4,42	65,11	2,97 ^{ab}	28,13	2,97 ^b
86	38,59	4,58	65,63	2,65 ^{ab}	28,58	3,22 ^b
93	38,84	4,33	65,71	3,19 ^b	28,34	3,04 ^b

a og b innen samme kolonne viser signifikant forskjell P<0,05

Resultatene viser en signifikant forskjell på a* mellom dag 62 og dag 93, verdien øker med lagringstiden. Dette gir en rødere farge. resultatene for b* viser en signifikant forskjell fra dag 62 til dag 79, verdiene øker. Dette tyder på en mer gul farge. Resultatene for L* viser ingen signifikant forskjell. Endringen i a* og b* vil føre til en totalt sett brunere farge.

Resultatene viser at spekeskinker produsert ved prosess 1 har en endring av fargen selv under lagring mørkt. Men lysheten (L*) ser ikke ut til å påvirkes i den grad at det er signifikant.

Resultatene viser også at spekeskinker fra prosess 1 er forskjellig i forhold til alder, L* er lavere hos spekeskinken produsert av 9 mnd. gris. Dette tyder på at myoglobin nivået hos eldre gris er høyere, slik som det er forventet. Dette bekreftes også i litteraturen, Tildra (2002).

Tabell 5.2.3.3 Prosess 2 lagret mørkt spekeskinker fra 6 mnd. gris.

Antall dager lagring	L*		a*		b*	
	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik
62	36,53	6,17	66,20	2,65	34,04	4,69
72	37,60	5,49	66,87	2,90	34,67	3,90
79	36,54	5,14	66,76	5,72	34,25	4,30
86	37,09	5,22	67,99	2,26	34,21	3,97
93	35,81	4,45	67,83	2,89	34,35	4,30

a, b og c innen samme kolonne viser signifikat forskjell P<0,05

Det er ikke påvist signifikante forskjeller i fargen ved lagring mørkt for prosess 2. Prosess 2 har lavere verdier for lyshet og høyere verdier for rødhet enn prosess 1. Dette tyder på at prosess 2 gir en mørkere og rødere farge på spekeskinken og at fargen er mer stabil under lagring mørkt enn prosess 1.

Toldra (2002) beskriver at Zn-porpyrin gir en rosa/rød farge og at nitrosomyoglobin gir en skarp rød farge. Dette samsvarer med resultatene funnet her.

Tabell 5.2.3.4 Prosess 1 lagret under lys spekeskinker fra 6mnd. gris.

Antall dager lagring	L*		a*		b*	
	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik
62	41,49	4,40	62,44	5,01 ^c	26,41	3,10 ^b
72	42,22	4,74	55,93	5,06 ^b	19,47	3,10 ^a
79	40,64	5,04	54,38	4,19 ^{ab}	19,39	2,98 ^a
86	41,86	4,64	53,19	5,27 ^{ab}	20,05	2,99 ^a
93	41,34	5,34	52,32	5,34 ^a	20,88	3,69 ^a

a, b og c innen samme kolonne viser signifikat forskjell P<0,05

Resultatene viser at det er en signifikant forskjell for a* og b*, verdiene for begge disse synker. For a* er det en synkende tendens under lagring mens det for b* stabiliserer seg etter de første 10 dagene. Det er de første 10 dagene som påvirker mest a* og b*. Dette viser at lyspåvirkningen under lagring gir mindre rød og mindre gul farge på spekeskinkene. Altså blir spekeskinken mer grå.

Tabell 5.2.3.4 Prosess 1 lagret under lys spekeskinker fra 9 mnd. gris.

Antall dager lagring	L*		a*		b*	
	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik
62	38,20	4,63	64,07	4,37 ^c	26,57	3,22 ^b
72	38,24	3,20	59,70	3,29 ^b	18,65	3,88 ^a
79	38,61	3,53	58,37	3,27 ^{ab}	18,46	3,54 ^a
86	39,28	3,58	56,85	4,26 ^a	18,43	3,13 ^a
93	38,04	2,90	56,07	3,73 ^a	19,65	3,34 ^a

a, b og c innen samme kolonne viser signifikat forskjell P<0,05

Resultatene viser tilsvarende resultater som for spekeskinker fra prosess 1 produsert av 6 mnd. gris. Lyspåvirkningen gir en mer grå farge og størst effekt er det for de første 10 dagene.

Tabell 5.2.3.5 Prosess 2 lagret under lys spekeskinker fra 6 mnd. gris.

Antall dager lagring	L*		a*		b*	
	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik	Gjennomsnitt	Standardavvik
62	36,53	6,17	66,20	2,65 ^c	34,04	4,69
72	36,78	6,41	64,37	4,12 ^{bc}	33,04	4,17
79	36,04	6,57	62,04	4,43 ^{ab}	33,00	4,36
86	35,68	6,45	63,25	6,99 ^{ab}	32,63	4,40
93	35,00	6,19	60,03	5,38 ^a	32,10	4,50

a, b og c innen samme kolonne viser signifikat forskjell P<0,05

Resultatet viser signifikant forskjell for a*, dette er som for spekeskinkene produsert med prosess 1. Det er også slik at spekeskinker fra prosess 2 lagret under lys taper relativt mindre rødfarge enn

spekeskinkene fra prosess 2. Resultatene tyder derfor på at spekeskinker med Zn-porpyrin som fargekomponent taper seg mer under lagring enn spekeskinker med nitrosomyoglobin.

6 Diskusjon

6.1 Prosesspåvirkning

Det er funnet forskjell i flyktige komponenter mellom prosessene, signifikante forskjeller er funnet på enkelt komponenter av flyktige forbindelser. Prosess 2 skiller seg mest ut, resultatene viser at det er større grad av fettnedbrytning og aminosyre nedbrytning i denne prosessen. Dette kan relateres til at temperaturen som brukes under prosessen er høyere enn for prosess 1 og 3. Oksidasjon, enzymatiske reaksjoner og Strecker nedbrytings reaksjoner vil gå raskere ved høyere temperatur. Prosess 3 har den minste genereringen av flyktige komponenter det kan relateres til en kortere prosessetid og en lavere temperatur enn prosess 1 og 2. Nitritt som antioksidant bidrar sannsynligvis også til mindre dannelse av flyktige komponenter for prosess 3. Prosess 3 er også den eneste prosessen hvor produktet har blitt røkt derav også den eneste som har komponenter som direkte relateres til røyk. Prosess 1 har mer av flyktige komponenter relatert til fettnedbrytning enn prosess 3 men mindre enn prosess 2. Prosess 1 er også den eneste prosessen hvor 1H-pyrrole er påvist, det kan tyde på at 1H-pyrrole ikke er forbundet med aminosyren proline, fordi det da ville være naturlig å finne denne komponenten også ved de andre prosessene.

6.2 Påvirkning av griserase brukt i spekeskinke produksjon.

Ved alle aldersgruppene ble det påvist for små forskjeller mellom rasene til å påvise forskjell mellom duroc, landsvin og hampshire.

6.3 Påvirkning av alder på grisene brukt i produksjon av spekeskinke.

Det ble funnet størst påvirkning på flyktige komponenter som funksjon av alder hos duroc gris, de fleste komponentene kan relateres til fettnedbrytning. 7,5 mnd. gruppen har størst innhold av komponenter som kan relateres til fettnedbrytning. Forklaringen på dette kan være at gris ved 7,5 mnd. har større andel fett enn 6 mnd. gris og at enzym aktiviteten er høyere i forhold til 9 mnd. gris.

For hampshire og landsvin er det mindre effekt av alder men også her er det 7,5, mnd. gruppen som skiller seg ut.

6.4 Farge og fargestabilitet

For prosess 1 og 2 er det også funnet forskjell i farge, prosess 2 har en mørkere farge enn prosess 1. Dette skyldes fargepigmentene som dannes, nitrosomyoglobin for prosess 2 og Zn-porpyrin for prosess 1. Det ble ikke gjennomført fargemålinger på spekeskinker fra prosess 3.

For begge prosesser er det en betydelig effekt av lyspåvirkning, fluorescens og Minolta målingene viser det. Spekeskinkene fra prosess 1 mister fargen raskere enn skinker fra prosess 2, det ser derfor ut til at nitrosomyoglobin er mindre påvirket av lys enn Zn-porpyrin.

7 Mulig videre arbeid

Spekeprosessen er kompleks og det er mange ubesvarte spørsmål.

Hvordan de enzymatiske prosessene skjer i spekeskinke , og hva påvirker disse.

Når skjer dannelsen av Zn-porpyrin, det er antydnet at dette ikke skjer før etter ca. 40 ukers prosessid.

8 Konklusjon

Det er påvist en forskjell i dannelsen av flyktige komponenter i forhold til prosess og alder på grisene. Det er ikke funnet noen effekt av rase.

Det er påvist en effekt av lys ved lagring av slicede spekeskinker, en større effekt for Zn-porpyrin enn for nitrosomyoglobin.

9 Kilder

Bøger:

Hui, H, T & Wai-Kit Nip & Robert W. Rogers & Owen A. Young. (2001) Meat Science and applications. New York, Mrcel Dekker, inc.

Kolb, Brunon & Leslie S. Ettre (2006) Static headspace-gas chromatography: theory and practice 2nd. Edition. Hoboken New Jersey, John Wiley and sons, inc.

Toldra. F (2002) Dry-cured meat products. Trumbull, Connecticut. Food & Nutrition Press, inc.

Artikler:

Ellene Tratras Contis et. al. (1998) Food flavors : formation, analysis, and packaging influences : proceedings of the 9th International Flavor Conference, the George Charalambous Memorial Symposium, Limnos, Greece, 1-4 July 1997 Ellene Tratras Contis.

Barbieri, G., L. Bolzoni, G. Parolari, R. Virgili, R. Buttini, M. Careri, and A. Mangia. 'Flavor Compounds of Dry-Cured Ham', *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **Vol. 40, No. 12**, 2389-2394, 1992.

Chau, T. T., M. Ishigaki, T. Kataoka, and S. Taketani. 'Ferrochelatase Catalyzes the Formation of Zn-Protoporphyrin of Dry-Cured Ham Via the Conversion Reaction from Heme in Meat', *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **Vol. 59, No. 22**, 12238-12245, 2011.

Ferrari, G., P. Lambertini, D. Manzini, A. Marchetti, S. Sighinolfi, and G. Della Casa. 'Evaluation of the Oxidation State and Metal Concentration in the Adipose Tissue of Parma Ham', *Meat Science* **Vol. 75, No. 2**, 337-342, 2007.

Garcia, C., J. J. Berdague, T. Antequera, C. Lopezbote, J. J. Cordoba, and J. Ventanas. 'Volatile Components of Dry Cured Iberian Ham', *Food Chemistry* **Vol. 41, No. 1**, 23-32, 1991.

Garcia-Gonzalez, D. L., R. Aparicio, and R. Aparicio-Ruiz. 'Volatile and Amino Acid Profiling of Dry Cured Hams from Different Swine Breeds and Processing Methods', *Molecules* **Vol. 18, No. 4**, 3927-3947, 2013.

Haseth, T. T., O. Sorheim, M. Hoy, and B. Egelanddal. 'Use of Computed Tomography to Study Raw Ham Properties and Predict Salt Content and Distribution During Dry-Cured Ham Production', *Meat Science* **Vol. 90, No. 3**, 858-864, 2012.

Lopez, M. O., L. Delahoz, M. I. Cambero, E. Gallardo, G. Reglero, and J. A. Ordonez. 'Volatile Compounds of Dry Hams from Iberian Pigs', *Meat Science* **Vol. 31, No. 3**, 267-277, 1992.

Moller, J. K. S., C. E. Adamsen, R. R. Catharino, L. H. Skibsted, and M. N. Eberlin. 'Mass Spectrometric Evidence for a Zinc-Porphyrin Complex as the Red Pigment in Dry-Cured Iberian and Parma Ham', *Meat Science* **Vol. 75, No. 2**, 203-210, 2007.

- Parolari, G., R. Benedini, and T. Toscani. 'Color Formation in Nitrite-Free Dried Hams as Related to Zn-Protoporphyrin Ix and Zn-Chelatase Activity', *Journal of Food Science* **Vol. 74, No. 6**, C413-C418, 2009.
- Sabio, E., M. C. Vidal-Aragon, M. J. Bernalte, and J. L. Gata. 'Volatile Compounds Present in Six Types of Dry-Cured Ham from South European Countries', *Food Chemistry* **Vol. 61, No. 4**, 493-503, 1998.
- Wakamatsu, J., N. Hayashi, T. Nishimura, and A. Hattori. 'Nitric Oxide Inhibits the Formation of Zinc Protoporphyrin Ix and Protoporphyrin Ix', *Meat Science* **Vol. 84, No. 1**, 125-128, 2010.
- Wakamatsu, J. I., J. Uemura, H. Odagiri, J. Okui, N. Hayashi, S. Hioki, T. Nishimura, and A. Hattori. 'Formation of Zinc Protoporphyrin Ix in Parma-Like Ham without Nitrate or Nitrite', *Animal Science Journal* **Vol. 80, No. 2**, 198-205, 2009.
- Wakamatsu, J., T. Nishimura, and A. Hattori. 'A Zn-Porphyrin Complex Contributes to Bright Red Color in Parma Ham', *Meat Science* **Vol. 67, No. 1**, 95-100, 2004.
- Yu, A. N., B. G. Sun, D. T. Tian, and W. Y. Qu. 'Analysis of Volatile Compounds in Traditional Smoke-Cured Bacon (Cscb) with Different Fiber Coatings Using Spme', *Food Chemistry* **Vol. 110, No. 1**, 233-238, 2008.

10 vedlegg

Vurdering av prøveopparbeidelse for flyktige forbindelser:

Få en indikator på hvordan tre forskjellige prøveopparbeidelsesmetoder påvirker VOC analysen.

Metode

Tre metoder ble benyttet.

1. Grovhakket og homogenisert med stavmikser. (metode 1)
2. Skåret i biter med skalpell. (Metode 2)
3. Frosset i nitrogen og knust i morter. (Metode 3)

To forskjellige spekeskinker ble brukt i testen, A er spekeskinke levert av Linda og B er spekeskinke kjøpt i butikk Serrano fra Taga foods.

Det ble kjørt to paralleller pr. prøve

Opparbeidelse av prøver.

Mange av prøvene ble knust til flere fraksjoner, på disse prøvene ble det ved utveiling tatt ut omtrent likt fra de forskjellige fraksjonene.

	Skinke fra Linda		Serrano skinke slicet	
Stavmikser.	A1	A4	B1	B4
Prøve nummer i headspaceanalyse	4	10	6	7
Kommentar til opparbeidelsen	Noe finmalt blandet med biter opptil ca 2*2mm		Finhakket noe nesten som bordsaltkorn.	
Skåret i biter med skalpell	A2	A5	B2	B5
Prøve nummer i headspaceanalyse	9	11	1	5
Kommentar til opparbeidelsen	Skåret i biter 2x2x2 mm til ca 2x5mm		Skåret i biter 2x2x1 mm til ca 2x4x1mm	
Frosset i nitrogen og knust i morter	A3	A6	B3	B6
Prøve nummer i headspaceanalyse	3	12	8	2
Kommentar til opparbeidelsen	Noe knuses til pulver men også noe i større biter ca 1x1x4mm		fullstendig pulverisert	

Resultater

Tabell 4

Antall Komponenter Sum pr metode	Metode		
	Nitrogen og knust	Skåret i små biter	Stavmixer
Totalt	111	122	119

Tabell 5

Sum av AREA sum pr metode	Metode		
	Nitrogen og knust	Skåret i små biter	Stavmixer
Totalt	7894223802	8618942126	4584306983

Vurdering av lagringstid for preparerte prøvevails til HSGC-MS:

Metode

I testen ble det brukt St kristina skinke. Alle prøver ble preparert på samme tid, også estandar, nitrogen og luft.

Estandar, nitrogen og luft ble oppbevart sammen med prøvene mørkt på kjøll

Det ble veid inn ca 2 g prøve pr vail, vailer med prøve ble fluchet med nitrogen i ca 10 sekunder før caping.

Alle serier ble kjørt i denne rekkefølgen med 1 vail nitrogen, en vail luft, px, px, px, px, Estadandard.

Diskusjon.....

0 prøvene viste seg å være avvikende fra de andre prøvene, dette kan skyldes at likevekt ikke er oppnådd på dette tidspunkt.

I forsøket ble det ikke påvist noen forskjell på oppbevaring fryst kontra ikke fryst.

På grunn av mulig lab forurensing av acetone ble denne utelatt ved vurdering av lagringstid.

Prøve 1 og 16 ble også tatt ut av data da det kan mistenkes at disse ikke var tette

Lagringstiden var signifikant forskjellig ved 1, 2 og 5 dager mens det mellom dag 1 og dag 5 er det ikke påvist noen signifikant forskjell.

Resultater

Resultater Fryst/ikke fryst

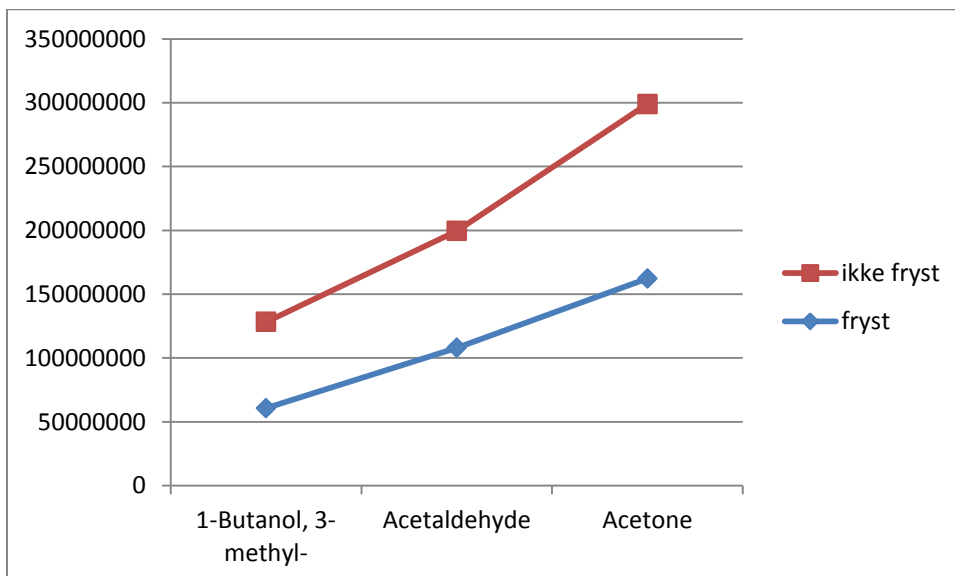
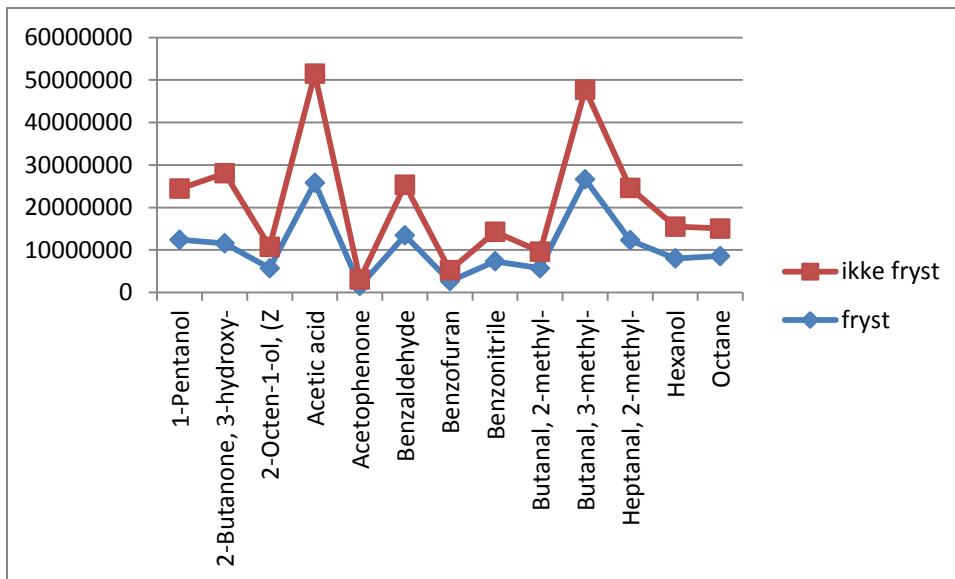
Signifikans

--- 50-50 MANOVA ver. 1.7 --- 12 objects -- 16 responses:

Source	DF	exVarSS	nPC	nBu	exVarPC	exVarBU	p-Value
tid	3	0.433505	2	0	0.728	0.728	Pverdi 0.013147
fryst =1 / ikke fryst=2	1	0.126016	2	0	0.689	0.689	Pverdi 0.068519
tid*fryst =1 / ikke fryst=2	2(3)	0.179888	2	0	0.577	0.577	Pverdi 0.121665
Error	5	0.261973	- STANDARDIZATION ON -----				

Total area

Prøve nr	Summer av area
1	9,3E+08
4	5,2E+08
5	4,6E+08
6	3,7E+08
7	4,1E+08
8	4,0E+08
9	5,8E+08
10	3,4E+08
11	5,1E+08
13	5,2E+08
15	4,3E+08
16	8,7E+08
17	3,8E+08
20	4,4E+08



Paralleller

Tabell 6 relativt standardavvik for de enkelte prøvene (de røde sjekkes ut videre)

	fryst	fryst	fryst	ikke fryst	ikke fryst	ikke fryst	ikke fryst
Dag	1	2	5	0	1	2	5
Komponent	R st avvik	R st avvik	R st avvik	R st avvik	R st avvik	R st avvik	R st avvik
1-Butanol, 3-methyl-	26,4	42,5	7,9	#DIV/0!	11,6	1,2	3,1
1-Pentanol	18,0	17,1	4,9	4,8	13,7	29,5	2,7
2-Butanone, 3-hydroxy-	3,5	93,2	52,4	55,2	6,6	4,9	5,4
2-Octen-1-ol, (Z	6,5	25,1	0,7	1,8	3,5	4,7	4,4
Acetaldehyde	2,2	7,3	10,3	1,0	9,5	6,0	1,7
Acetic acid	36,9	119,3	8,6	129,7	97,8	104,6	22,9
Acetone	17,1	14,2	15,7	26,3	1,5	11,1	5,4
Acetophenone	17,7	15,1	1,3	18,3	26,9	30,8	8,4
Benzaldehyde	5,6	9,8	3,8	3,0	1,6	0,2	9,0
Benzofuran	9,6	24,9	1,8	5,2	2,0	0,3	7,5
Benzonitrile	5,8	4,8	7,5	7,8	1,1	5,3	6,1
Butanal, 2-methyl-	10,8	1,7	11,8	2,2	17,9	2,7	19,2
Butanal, 3-methyl-	6,9	8,1	0,7	2,3	19,1	1,8	13,6
Heptanal, 2-methyl-	23,3	28,7	20,2	23,2	2,1	17,3	6,7
Hexanol	1,4	19,6	1,2	18,2	6,4	10,2	5,3
Octane	28,5	25,4	46,0	12,0	23,0	0,9	4,1

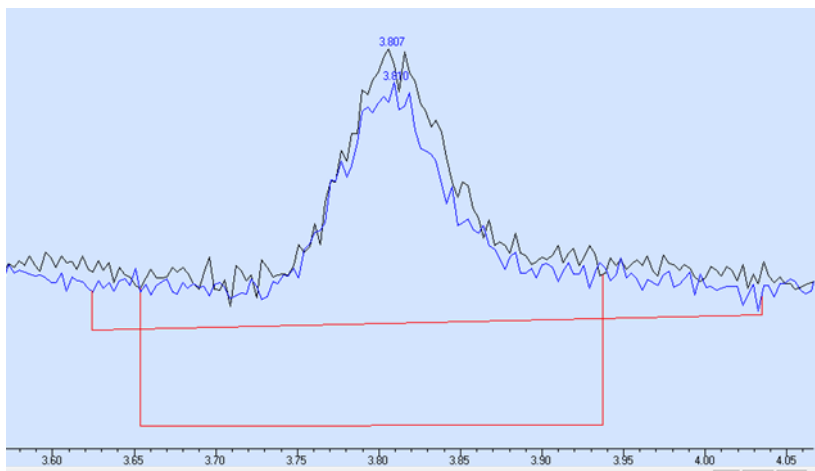


Figure 1 Oktane etter 5 dager frys, Blå er p 13 og sort er p 9. Viser forskjell i integrasjon av topp

Tabell 7 Prøve 6 og 16 kjøring dag 2

	fryst	fryst	fryst	fryst	fryst	
Dag	2	2	2	2	2	
Komponent	Prøve 6	Prøve 16	Mean	st avvik	R st avvik	Kommentar
1-Butanol, 3-methyl-	4,0E+07	7,4E+07	5,7E+07	2,4E+07	42,5	Arealitet på prøve 16 er dobbelt så stort som for prøve 6
1-Pentanol	8,9E+06	1,1E+07	1,0E+07	1,7E+06	17,1	
2-Butanone, 3-hydroxy-	6,9E+06	3,4E+07	2,0E+07	1,9E+07	93,2	P 16 er halvparten av hva p 6
2-Octen-1-ol, (Z)	4,1E+06	5,8E+06	4,9E+06	1,2E+06	25,1	
Acetaldehyde	8,5E+07	9,5E+07	9,0E+07	6,5E+06	7,3	
Acetic acid	3,7E+07	4,4E+08	2,4E+08	2,8E+08	119,3	Area 10 ganger så stort i p 16
Acetone	1,1E+08	1,4E+08	1,3E+08	1,8E+07	14,2	
Acetophenone	1,3E+06	1,0E+06	1,1E+06	1,7E+05	15,1	
Benzaldehyde	1,1E+07	1,3E+07	1,2E+07	1,2E+06	9,8	
Benzofuran	2,5E+06	3,6E+06	3,1E+06	7,7E+05	24,9	
Benzonitrile	6,4E+06	6,9E+06	6,7E+06	3,2E+05	4,8	
Butanal, 2-methyl-	4,8E+06	4,9E+06	4,8E+06	8,1E+04	1,7	
Butanal, 3-methyl-	2,3E+07	2,6E+07	2,4E+07	2,0E+06	8,1	
Heptanal, 2-methyl-	8,2E+06	5,4E+06	6,8E+06	2,0E+06	28,7	
Hexanol	6,3E+06	8,3E+06	7,3E+06	1,4E+06	19,6	
Octane	6,2E+06	9,0E+06	7,6E+06	1,9E+06	25,4	
	3,7E+08	8,7E+08	6,2E+08			Totalarea dobbelt så stort

Tabell 8 prøve 1 og 20 kjøring dag 0

	ikke fryst	ikke fryst	ikke fryst	ikke fryst	ikke fryst	
Dag	0	0	0	0	0	
Komponent	Prøve 20	Prøve 1	Mean	st avvik	R st avvik	kommentar
1-Butanol, 3-methyl-	8,6E+07		8,6E+07	#DIV/0!	#DIV/0!	Ikke påvist i prøve 1
1-Pentanol	1,3E+07	1,3E+07	1,3E+07	6,3E+05	4,8	
2-Butanone, 3-hydroxy-	1,0E+07	2,3E+07	1,6E+07	9,1E+06	55,2	Area dobbelt så stort i p 1 som i p 20
2-Octen-1-ol, (Z)	5,1E+06	5,2E+06	5,1E+06	9,3E+04	1,8	
Acetaldehyde	1,2E+08	1,2E+08	1,2E+08	1,2E+06	1,0	
Acetic acid	2,3E+07	5,4E+08	2,8E+08	3,6E+08	129,7	P 1 nesten 20 ganger så stort som p 20
Acetone	1,0E+08	1,5E+08	1,3E+08	3,4E+07	26,3	
Acetophenone	1,8E+06	1,4E+06	1,6E+06	3,0E+05	18,3	
Benzaldehyde	1,5E+07	1,4E+07	1,5E+07	4,4E+05	3,0	
Benzofuran	3,6E+06	3,4E+06	3,5E+06	1,8E+05	5,2	
Benzonitrile	7,8E+06	8,7E+06	8,2E+06	6,5E+05	7,8	
Butanal, 2-methyl-	3,6E+06	3,5E+06	3,6E+06	7,7E+04	2,2	
Butanal, 3-methyl-	1,9E+07	2,0E+07	2,0E+07	4,5E+05	2,3	
Heptanal, 2-methyl-	1,2E+07	8,8E+06	1,1E+07	2,5E+06	23,2	
Hexanol	7,9E+06	1,0E+07	9,1E+06	1,7E+06	18,2	
Octane	1,1E+07	9,0E+06	9,8E+06	1,2E+06	12,0	
	4,4E+08	9,3E+08	7,3E+08			Total area er dobbelt så stort for p 1

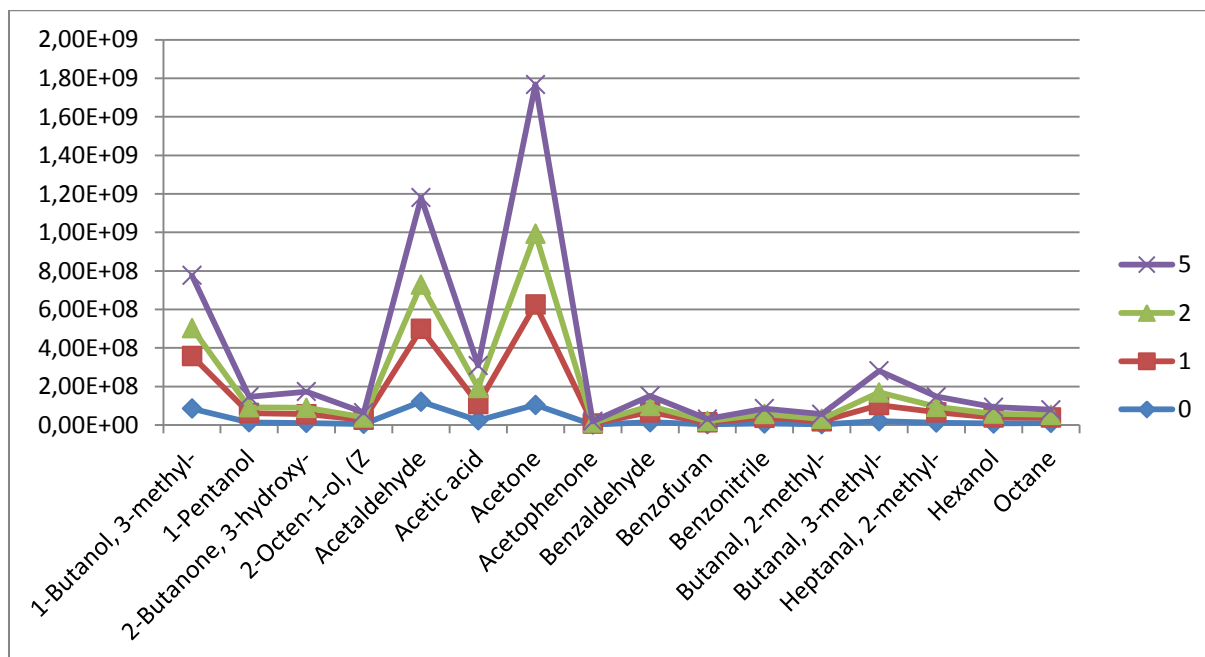
Vurdering

Prøve 1 og 16 avviker i total area, det har vært problemer med caping av vails i denne serien og en sannsynlig forklaring kan være at vails ikke var tett.

Acetic Acid gir høye R st. avvik. Dette skjer på alle paralleller unntatt for parallellene kjørt etter 5 dager. Finner det vanskelig å finne en sannsynlig forklaring på dette.

Octane, etter fem dager i frys. Årsaket til denne er integreringen programmet har gjort. Med manuell intrigering av toppen blir de tilnærmet like som figuren viser.

Resultater lagring (tar ut prøve 1 og prøve 16 i disse resultatene se vurdering over)



Signifikans

Uten 0 tid

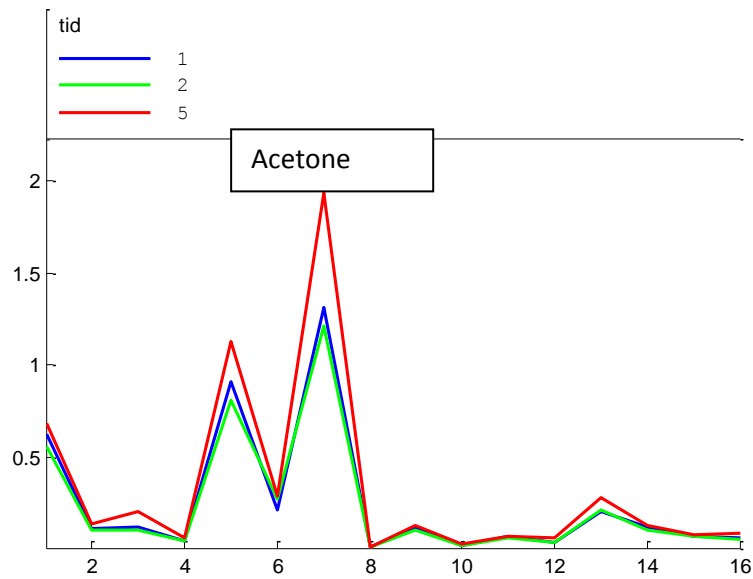
--- 50-50 MANOVA ver. 1.7 --- 11 objects -- 16 responses:

1-Butanol, 3-methyl- 1-Pentanol -- Octane

Source DF exVarSS nPC nBu exVarPC exVarBU p-Value

tid 2 0.359065 2 1 0.639 0.765 pverdi **0.020503**

Error 8 0.640935 - STANDARDIZATION ON -----



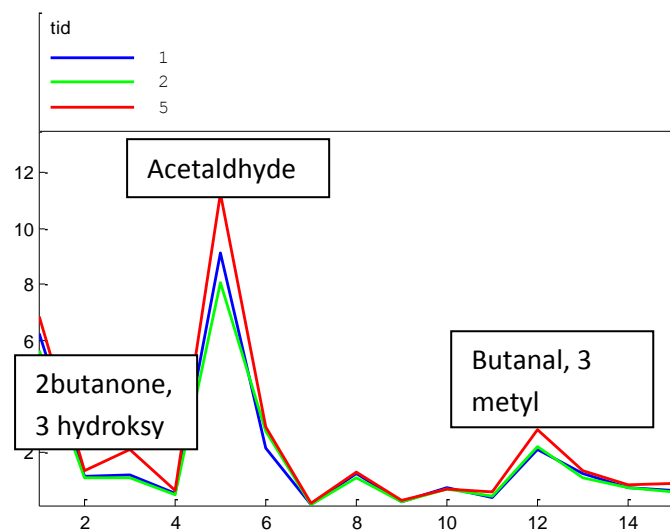
Signifikas uten Acetone og 0 tid

--- 50-50 MANOVA ver. 1.7 --- 11 objects -- 15 responses:

1-Butanol, 3-methyl- 1-Pentanol -- Octane

Source	DF	exVarSS	nPC	nBu	exVarPC	exVarBU	p-Value
tid	2	0.331433	2	1	0.626	0.759	pverdi 0.041453

Error 8 0.668567 - STANDARDIZATION ON -----



Mellom dag 1 og 2

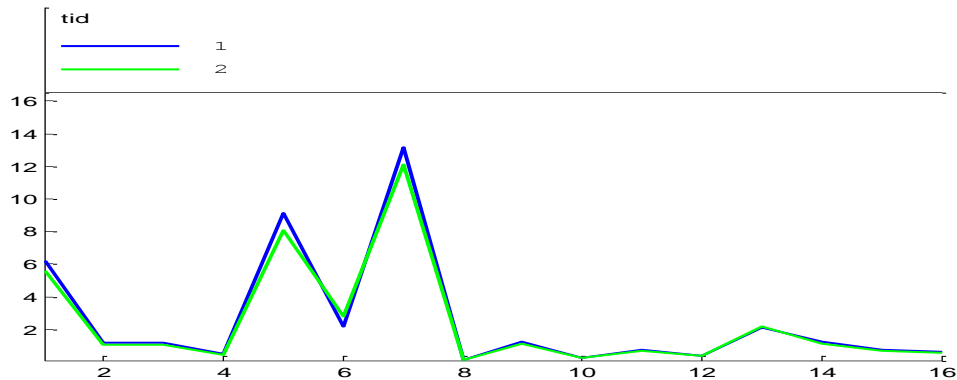
--- 50-50 MANOVA ver. 1.7 --- 7 objects -- 16 responses:

1-Butanol, 3-methyl- 1-Pentanol -- Octane

Source DF exVarSS nPC nBu exVarPC exVarBU p-Value

tid 1 0.083470 2 0 0.660 0.660 pverdi 0.663513

Error 5 0.916530 - STANDARDIZATION ON -----



Mellom dag 1 og 5

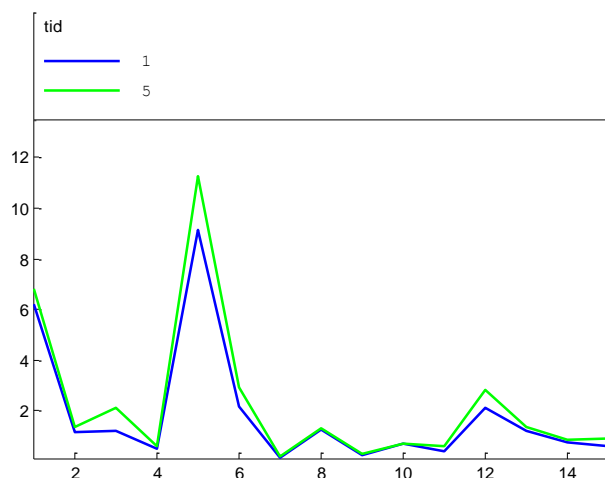
--- 50-50 MANOVA ver. 1.7 --- 8 objects -- 15 responses:

1-Butanol, 3-methyl- 1-Pentanol -- Octane

Source DF exVarSS nPC nBu exVarPC exVarBU p-Value

tid 1 0.258343 2 0 0.650 0.650 pverdi 0.075472

Error 6 0.741657 - STANDARDIZATION ON -----



Mellom 2 og 5 dager

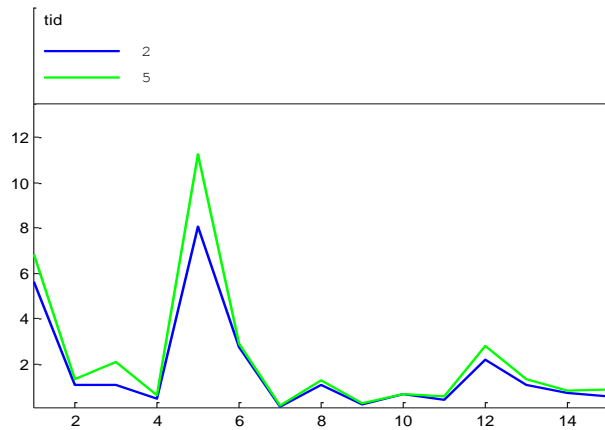
--- 50-50 MANOVA ver. 1.7 --- 7 objects -- 15 responses:

1-Butanol, 3-methyl- 1-Pentanol -- Octane

Source DF exVarSS nPC nBu exVarPC exVarBU p-Value

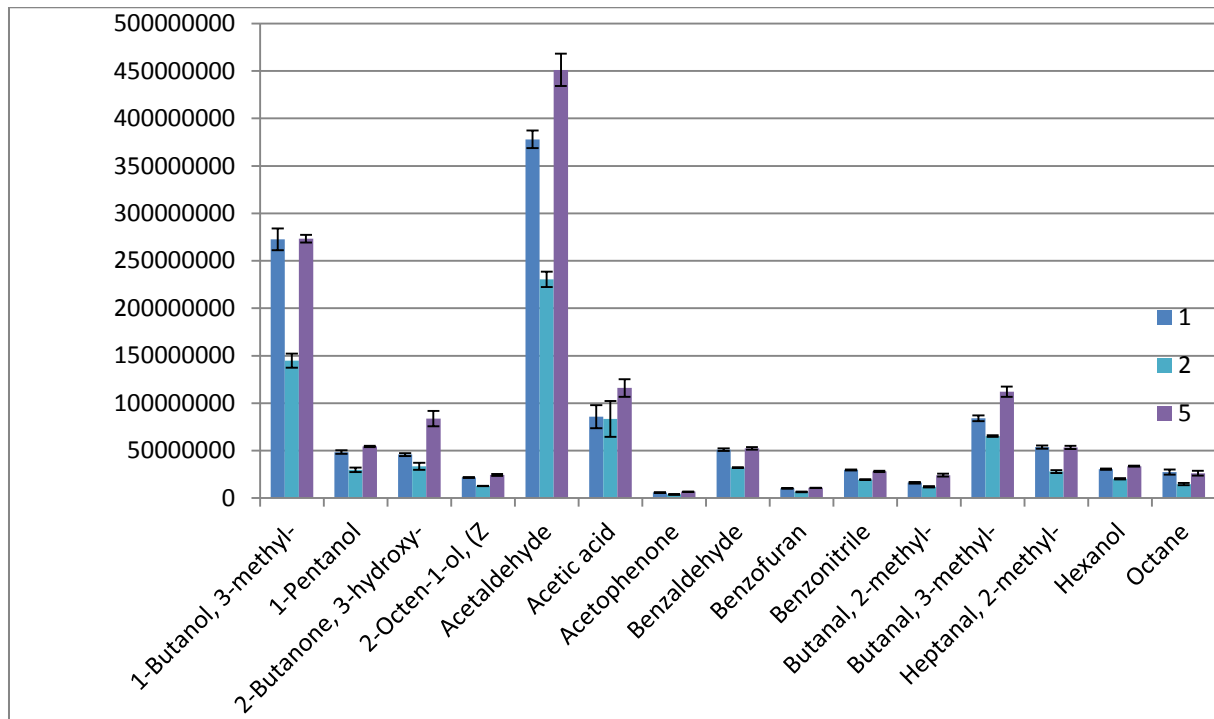
tid 1 0.401151 2 0 0.732 0.732 pverdi 0.037994

Error 5 0.598849 - STANDARDIZATION ON -----

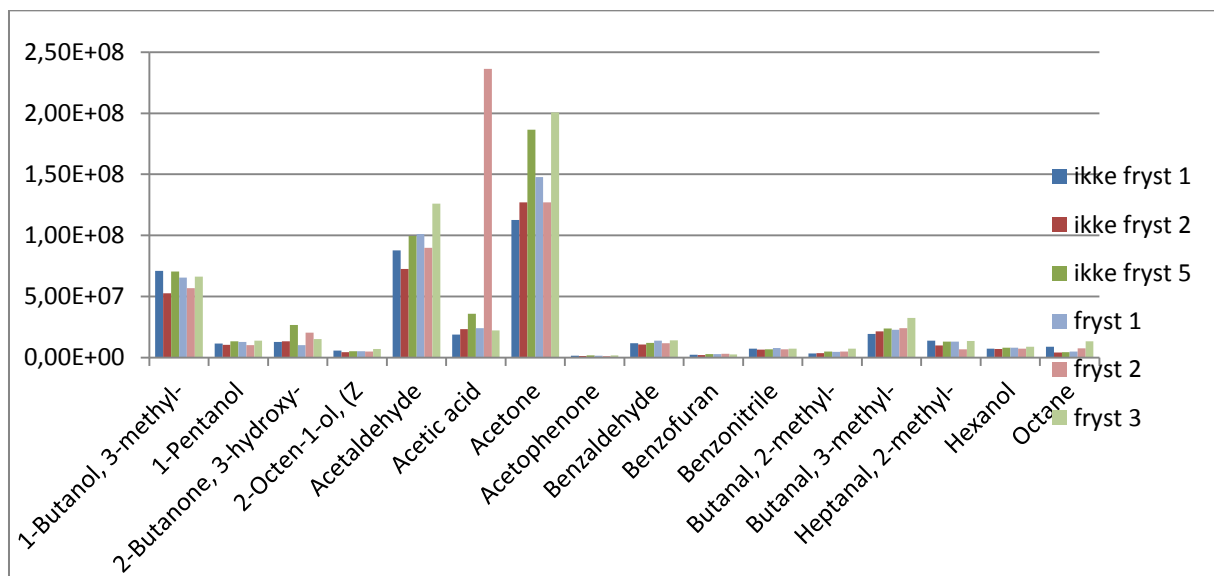


Diagrammer lagringstid

Figur 2 Gjennomsnitt og st avvik, 1,2 og 5 dager uten p 1 og p16



Figur 3 Lagringstid 1,2 og 5 dager fryst og ikke fryst



Resultater blank (luft) og ekstern standard(ES)

Tabell 9 ES total area pr komponent

Summer av area				
	0	1	2	5
1-Butanol, 3-methyl-	7,36E+07	4,85E+07	7,01E+07	2,01E+07
2,3-Butanedione	2,75E+07	1,68E+07	2,38E+07	4,93E+06
Acetic acid	1,76E+07	8,83E+06	1,23E+07	4,94E+06
Furan, 2-pentyl-	1,09E+08	5,96E+07	8,92E+07	1,54E+07
Heptane	1,22E+08	8,28E+07	1,05E+08	4,42E+07

Tabell 10 ES % av area pr komponent

	0	1	2	5
1-Butanol, 3-methyl-	21,00 %	22,39 %	23,33 %	22,43 %
2,3-Butanedione	7,85 %	7,76 %	7,94 %	5,51 %
Acetic acid	5,03 %	4,08 %	4,09 %	5,52 %
Furan, 2-pentyl-	31,18 %	27,52 %	29,71 %	17,16 %
Heptane	34,93 %	38,24 %	34,93 %	49,38 %
Totalsum	100,00 %	100,00 %	100,00 %	100,00 %

Tabell 11 Rtid

	0	1	2	5
1-Butanol, 3-methyl-	31,803	31,796	31,802	31,805
2,3-Butanedione	12,818	12,83	12,842	12,811
Acetic acid	39,875	39,929	39,907	39,973
Furan, 2-pentyl-	32,702	32,698	32,704	32,694
Heptane	2,635	2,635	2,635	2,636

Tabell 12 total area av luft

Summer av area	r			
Radetiketter	0	1	2	5
1,3-Hexadien-5-yne	5,6E+06	6,2E+06	7,4E+06	3,2E+06
2H-Pyran-2-methanol, 3-(benzoyloxy)-3,6-dihydro-6-methoxy-, benzoate	1,2E+06	1,3E+06		1,2E+06
Acetic acid, [(aminocarbonyl)amino]oxo-				8,1E+06
Benzaldehyde	1,0E+07	9,0E+06	7,3E+06	8,3E+06
Benzene	1,3E+06	1,5E+06	5,6E+05	1,4E+06
Benzofuran	2,8E+06	2,1E+06	1,6E+06	2,9E+06
Heptane	2,7E+07	1,7E+07	2,0E+07	4,4E+06
ukjent	2,8E+07	2,0E+07	2,3E+07	1,2E+07
Totalsum	7,6E+07	5,6E+07	6,0E+07	4,1E+07

Tabell 13 luft komponenter i prosent av total

Summer av area	Kolonneetiketter				
Radetiketter	0	1	2	5	Totalsum
1,3-Hexadien-5-yne	7,39 %	10,94 %	12,30 %	7,88 %	9,60 %
2H-Pyran-2-methanol, 3-(benzoyloxy)-3,6-dihydro-6-methoxy-, benzoate	1,62 %	2,32 %	0,00 %	2,91 %	1,60 %
Acetic acid, [(aminocarbonyl)amino]oxo-	0,00 %	0,00 %	0,00 %	19,59 %	3,45 %
Benzaldehyde	13,69 %	15,99 %	12,08 %	20,09 %	14,95 %
Benzene	1,77 %	2,66 %	0,93 %	3,50 %	2,07 %
Benzofuran	3,65 %	3,64 %	2,66 %	7,07 %	3,99 %
Heptane	35,70 %	29,75 %	33,70 %	10,59 %	29,33 %
ukjent	36,20 %	34,71 %	38,33 %	28,36 %	35,01 %
Totalsum	100,00 %	100,00 %	100,00 %	100,00 %	100,00 %

Alle identifiserte komponenter HsGC-MS

Komponent	Rtid min	Rtid Max
2-Hexynoic acid	2,501	2,501
Carbon dioxide	2,544	6,739
Heptane	2,612	2,749
Acetaldehyde	2,773	2,869
ingen topp	2,892	20,77
Carbon disulfide	2,961	2,982
Dimethyl sulfide	3,212	3,275
Octane	3,722	3,853
sec-Butylamine	3,854	3,884
Etilefrine	3,885	3,982
Benzenehexanenitrile, á,á-dimethyl-î-oxo-	3,986	4,052
Propanal, 2-methyl-	4,229	4,382
Acetone	4,384	4,623
Benzene	5,289	10,732
Ethyl Acetate	6,514	6,659
Argon	6,742	16,597
2-Butanone	6,937	7,285
Butanal, 2-methyl-	7,397	7,75
Butanal, 3-methyl-	7,754	8,009
2-Propanol	8,57	9,085
Ethyl alcohol	9,082	10,224
2-Pentanone	11,894	12,062
2,3-Butanedione	12,276	13,088
Acetonitrile	14,305	14,787
Ethyl alcohol2	14,313	14,341
Trichloromethane	15,368	16,301
Ethyl aminomethylformimidate	16,361	16,455
Butanoic acid, ethyl ester	17,267	17,548
Uren umulig å identifisere	17,656	20,76
1-Propanol	17,698	18,099
Ethylenediamine	17,966	17,97
2-Buten-1-ol, 3-methyl-	18,104	18,115
3-Buten-2-ol, 2-methyl-	18,125	18,899
Butanoic acid, 2-methyl-, ethyl ester	18,708	20,449
Disulfide, dimethyl	20,451	20,524
Butanoic acid, 3-methyl-, ethyl ester	20,524	20,979
Hexanal	21,457	21,993
Hexanal	22,003	22,003
ingen topp	22,067	43,144
1-Propanol, 2-methyl-	23,198	24,806
Cycloserine	24,607	24,754

1-Butanol, 3-methyl-, acetate	24,828	25,606
Benzoic acid, 2,6-bis(trimethylsiloxy)-, methyl ester	24,97	25,048
2-Pentanol	25,779	25,884
2-Propanol, 1-methoxy-	25,888	26,087
2-Butanol, 3-methyl-, (S)-	26,333	26,408
1-Butanol	28,01	28,493
Hexanal dimethyl acetal	28,609	28,638
1-Penten-3-ol	28,687	29,719
Cyclotetrasiloxane, octamethyl-	29,334	39,489
2-Heptanone	29,708	29,838
Heptanal	29,709	30,126
Cyclohexanol, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-	30,042	30,042
1-Butanol, 3-methyl-	31,144	32,465
Furan, 2-pentyl-	32,547	33,512
1-Pentanol	33,516	33,991
Styrene	33,696	34,05
Butanedioic acid, phenyl-	33,829	33,868
2-Butanone, 3-hydroxy-	34,868	35,525
5-Hepten-2-one, 6-methyl-	35,574	36,717
2-Propanone, 1-hydroxy-	35,598	36,069
4-Penten-1-ol	36,082	36,105
2-Buten-1-ol, 3-methyl-	36,105	36,354
Hydroperoxide, hexyl	36,978	37,312
1,3-Dioxolane-4-ethanol, 2,2,4-trimethyl-	36,993	36,993
Phenylethyne	37,448	37,568
Nonanal	37,898	38,247
Ethanol, 2-butoxy-	38,384	38,414
Hexadecanoic acid, ethyl ester	39,143	39,147
2,6-Bis[2-[2-S-thiosulfuroethylamino]ethoxy]pyrazine	39,319	39,375
Ethyl alcohol	39,394	39,394
2-Octen-1-ol, (Z)-	39,489	39,514
1-Octen-3-ol	39,514	39,671
Acetic acid	39,675	40,034
Benzofuran	40,82	41,154
Pyrrole	41,196	41,286
Benzaldehyde	41,29	41,636
Ethanol, 2-nitro-, propionate (ester)	41,63	41,63
Hexasiloxane, tetradecamethyl-	41,727	41,786
Propanoic acid, 2-methyl-	42,205	42,397
Benzonitrile	43,156	43,374
Butanoic acid	43,418	45,372
Benzoic acid, methyl ester	43,552	43,603
Acetic acid	43,603	43,603
Butyrolactone	43,852	43,921

Benzaldehyde, 2-methyl-	44,041	44,041
2-Furanmethanol	44,093	44,121
Benzofuran	44,125	44,13
Acetophenone	44,151	44,222
Butanoic acid, 3-methyl-	44,222	45,844
Benzoic acid, ethyl ester	44,342	44,452
Hexasiloxane, tetradecamethyl-	44,452	44,679
1-Propanol, 3-(methylthio)-	45,223	45,284
Propanedioic acid, propyl-	45,475	45,484
Pentanoic acid	45,497	48,14
Azetidine, 3-methyl-3-phenyl-	45,925	45,949
Benzenemethanol, à,à-dimethyl-	45,95	45,954
DL-Arginine	46,284	46,334
2H-Pyran-2-one	46,463	46,556
Hexanoic acid?? Har også ved 47,4	47,06	47,06
Hexanoic acid	47,301	47,697
Phenol, 2-methoxy-	47,848	47,892
Glycine, N-[(phenylmethoxy)carbonyl]-	48,075	48,138
Benzeneethanamine, à-methyl-	48,679	49,448
1,3-Dioxocane, 2-pentadecyl-	49,478	49,99
Butanedioic acid, methyl-, bis(1-methylpropyl) ester	50	50,133
Phenol	50,137	50,19
Carbamic acid, phenyl ester	50,54	50,54
Octanoic Acid	50,718	50,921
1-Nitro-2-acetamido-1,2-dideoxy-d-glucitol	51,809	51,938